

## KARAKTERISASI MINYAK ATSIRI DARI BAHAN CAMPURAN DAUN DAN RANTING LIMAU KUIT: Jeruk khas Kalimantan Selatan

Azidi Irwan<sup>a</sup>, Abdullah<sup>a</sup>, Khafifah Hayati<sup>a</sup>, Edwin Rif'at Nazari<sup>a</sup>, Delfa Nayla Fitri<sup>a</sup>,  
Noorhidayah<sup>a</sup>

<sup>a</sup>Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas  
Lambung Mangkurat, Jalan Jenderal A. Yani Km. 36, Banjarbaru, Kalimantan Selatan

Email korespondensi: [airwan@ulm.ac.id](mailto:airwan@ulm.ac.id)

### ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian untuk memperoleh minyak atsiri dari bahan campuran daun dan ranting limau kuit dengan metode distilasi uap-air. Bahan sampel dipilih berupa bagian ujung ranting dan daun muda yang dikumpulkan dari Astambul, Kabupaten Banjar, Provinsi Kalimantan Selatan. Setiap sampel uji disiapkan sebanyak 1.500 g dan dilakukan tiga kali ulangan. Distilasi dilaksanakan selama 6 jam pada rentang suhu kontrol uap outlet ketel 60-70°C. Minyak atsiri murni yang dihasilkan kemudian ditetapkan rendemennya dan diuji untuk mengetahui berat jenis, indeks bias, kelarutan dalam alkohol, dan sudut putaran optiknya. Komposisi senyawa yang terdapat dalam minyak atsiri dianalisis dengan GCMS. Dari distilasi dihasilkan minyak atsiri bening berwarna kuning sangat muda/keemasan, berbau khas limau kuit campur dengan aroma kayu (woody) dengan intensitas tajam, rendemen rerata sebesar 0,65%-(v/b) atau 0,55%-(b/b); berat jenis rerata sebesar 0,8501; indeks bias rerata sebesar 1,4829, sudut putaran optik (+)0,16-(+)1,34; kelarutan dalam alkohol 70% > 1:90 dan dalam alkohol 90% rerata sebesar 1:7. Senyawaan yang terkandung dalam minyak atsiri daun-ranting limau kuit meliputi kelompok hidrokarbon monoterpena, monoterpena teroksigenasi, hidrokarbon seskiterpena, dan seskiterpena teroksigenasi serta dalam jumlah yang kecil senyawaan diterpena teroksigenasi. Sepuluh komponen dominan di dalamnya berturut-turut adalah  $\gamma$ -terpinena (25,19%), o-simena (12,63%), terpinolena (5,67%), siklofencena (5,06%),  $\beta$ -kopaen-4 $\alpha$ -ol (4,58%), kariofilena (4,45%), (+)-bisiklogerkrena (4,20%), D-limonena (4,05%), sabinena (3,77%), dan 3-karena (3,44%).  $\gamma$ -terpinena menjadi komponen yang paling tinggi konsentrasinya serupa dengan hasil yang diperoleh dari sampel daun secara acak tanpa ranting.

**Kata Kunci:** minyak atsiri, limau kuit, distilasi uap-air, suhu distilasi, lama distilasi, GCMS.

### PENDAHULUAN

Penelitian tentang komposisi dan karakteristik minyak atsiri berbahan jeruk lokal dari suatu tempat banyak dilakukan (Dugo *et al.*, 2011; Sarrou, *et al.*, 2013; Effendi *et al.*, 2021). Jeruk termasuk Famili Rutaceae (Spiegel-Roy & Goldschmidt, 1996), terbagi menjadi 7 subfamili, 12 suku, 160 genus, dan diperkirakan ada 1.600 spesies dan 10.000 varietas (Sawamura, 2010; Talon *et al.*, 2020). Samamura (2010) paling tidak telah mengumpulkan hasil-hasil penelitian tentang minyak atsiri jeruk dari wilayah regional Asia, Afrika, Amerika, dan Eropa baik pada jeruk lokal setempat maupun perbandingan minyak atsiri dari jenis jeruk yang sama di berbagai wilayah tersebut, termasuk secara

spesifik pada negara penghasil utama jeruk di Asia seperti China, Jepang, Korea, Vietnam, dan Indonesia.

Secara keseluruhan minyak atsiri dari tanaman jeruk dapat dihasilkan dari lima bahan, yaitu buah, bunga, daun, dan ranting serta penggabungan daun dan ranting (Chemat, 2010). Dalam perdagangan, minyak atsiri dari bunga jeruk disebut *neroli oil*, dari buah disebut *orange oil*, serta dari daun dan ranting disebut *petitgrain* (Schiller & Schiller, 2008; Chemat, 2010;), meskipun *petitgrain* lebih terasosiasi dengan minyak yang berasal dari jeruk pahit (*C. aurantium*) atau jeruk Seville (*Seville Orange*). Manfaat minyak atsiri jeruk telah banyak dirasakan pada berbagai keperluan manusia antara lain untuk perasa makanan, pewangi, produk kamar mandi, kosmetik, dan lainnya. Banyak juga diteliti potensinya sebagai antioksidan, antibakteri, antijamur, antikanker, herbisida alami, bahkan antivirus Covid-19 secara *in Silico* (Sawamura, 2010; Muhtadin *et al.*, 2013; El-Sawi *et al.*, 2019; da Silva *et al.*, 2020).

Limau kuit merupakan jenis jeruk khas yang diyakini berasal dari Kalimantan Selatan, *limau* berarti jeruk dalam Bahasa Banjar (Hapip, 1977). Tanaman limau kuit dapat tumbuh mulai dari dataran rendah basah sampai pegunungan. Salah satu pusat produksi dan pemasaran limau kuit berada di Desa Sungai Tuan, Kecamatan Astambul, Kabupaten Banjar. Secara empiris dari studi pustaka ada tiga jenis jeruk yang diduga mirip, yaitu jeruk/asam Jungga di Sumatera Utara, jeruk Sundai di Sumatera Barat, dan *Rough Lemon (Citrus jambhiri Lush)* (Hamdan *et al.*, 2011; Chaudhari *et al.*, 2014; Savita *et al.*, 2018; dan Sembiring *et al.*, 2019). Peneliti lain menggunakan nama *C. hystrix* D.C. (Ariyani *et al.*, 2018) dan *C. amblycarpa* (Ishak *et al.*, 2020) untuk nama sistematik limau kuit yang sebetulnya adalah nama sistematik untuk jeruk purut dan jeruk limau (Irwan & Junaidi, 2020). Banyaknya perbedaan dalam penggunaan nama sistematik untuk limau kuit memperkuat alasan untuk dilakukannya penelitian-penelitian yang terkait limau ini.

Berdasarkan struktur kimianya, penelitian menunjukkan minyak atsiri jeruk umumnya mengandung hidrokarbon monoterpena ( $C_{10}$ , rangka utama terdiri dari 10 buah atom karbon) atau bentuk teroksigenasinya monoterpenoid, hidrokarbon seskuioterpena ( $C_{15}$ ) dan bentuk teroksigenasinya seskuioterpenoid, dan diterpena/diterpenoid ( $C_{20}$ ) atau kelompok dengan  $C > 20$  meskipun sangat kecil kadarnya. Dari penelitian Panjaitan (2022) dengan penerapan batas suhu uap pada rentang suhu 40-60°C selama 6 jam, diperoleh dua kelompok senyawa yaitu  $C_{10}$  sebanyak 18 dan  $C_{15}$  sebanyak 13. Lama penyulingan/distilasi menurut beberapa penelitian menunjukkan pengaruh bermakna pada hasil minyak atsiri. Ginting (2004) menemukan pengaruh lama penyulingan terhadap rendemen, kadar komponen zat penyusun, berat jenis, indeks bias minyak atsiri sereh wangi dan didapatkan lama penyulingan optimum 4,5 jam. Pada penelitian Sulaiman (2014) diperoleh waktu optimum distilasi minyak nilam sekitar 3 jam, sementara Sinta (2022) dan Panjaitan (2022) melakukan distilasi masing-masing pada kulit buah

dan daun limau kulit, mengamati bahwa minyak atsiri tidak dihasilkan lagi ketika waktu lebih dari 6 jam.

Kurniawati (2017) dan Panjaitan (2022) telah melakukan ekstraksi minyak atsiri daun limau kuit segar dengan metode yang berbeda, yaitu masing-masing dengan metode ekstraksi pelarut dan metode distilasi uap-air. Dari penelitian ini ditunjukkan daun limau kuit kaya akan minyak atsiri, Kurniawati (2017) memperoleh lebih dari 48 senyawa namun penggunaan pelarut *n*-heksana membuat biaya tinggi dan sulitnya pemurnian. Sementara Panjaitan (2022) mendapatkan 31 senyawa dengan pemurnian yang mudah dan biaya lebih rendah. Lima senyawa yang dominan yaitu  $\gamma$ -terpinena ( $C_{10}H_{16}$ , 24,19%) diikuti berturut-turut prehnitena ( $C_{10}H_{14}$ , 18,26%), (+)-4-karena ( $C_{10}H_{16}$ , 8,53%),  $\beta$ -*cis*-osimena ( $C_{10}H_{16}$ , 7,20%), dan  $\beta$ -pinena ( $C_{10}H_{16}$ , 5,46%).

Pada penelitian ini dilakukan distilasi bahan daun dan ranting limau kuit sebagai kesatuan sampel untuk menghasilkan *petitgrain* limau kuit. Daun segar diambil dari bagian ujung pucuk beserta dengan ranting/tangkainya sekitar panjang ranting 20 cm. Distilasi bahan dilakukan pada suhu 60°-70°C selama 6 jam. Distilasi uap-air merupakan salah satu metode distilasi menggunakan panas berbantu air, namun antara sampel dan air tidak ada kontak. Sampel dipisahkan dengan rak penyangga di atas air yang mengalami pemanasan. Ketika uap panas naik melewati sampel maka sel-sel kantong minyak atsiri dilunakkan dan dihancurkan, selanjutnya minyak atsiri dibawa bersama uap air menuju bagian pendinginan. Campuran antara minyak atsiri dan air dipisahkan dan dimurnikan. Minyak atsiri yang murni kemudian dihitung nilai rendemennya dan dianalisis komposisinya menggunakan *Gas Chromatograph-Mass Spectrometer* (GCMS). Karakteristik minyak atsiri selanjutnya ditetapkan berdasarkan parameter kualitas umum yang meliputi berat jenis, indeks bias, putaran optik, serta kelarutan dalam alkohol 70% dan 90% (Adam & Taylor, 2009).

## **METODE PENELITIAN**

Penelitian dilaksanakan pada Juni-Oktober 2023 di Laboratorium Dasar FMIPA Universitas Lambung Mangkurat (ULM) untuk preparasi, distilasi, dan karakterisasi minyak atsiri. Analisis komposisi minyak atsiri dilakukan di Laboratorium Terpadu ULM.

### ***Alat dan Bahan***

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini terdiri dari perangkat distilasi uap-air dengan kondensor tegak (tipe Allihn) kapasitas ketel 10 kg, sarung tangan tebal, sarung tangan lateks, corong pisah, piknometer, pipet tetes kaca, pipet ukur, botol vial warna gelap, kontainer penyimpanan sampel, lemari pendingin, oven, neraca analitik Ohaus Galaxy 400, *refractometer* Abbe-60, polarimeter AA-65, GC-MSD (8890 GC System dan 5977B GC/MSD) Agilent.

Bahan-bahan yang digunakan meliputi daun dan ranting limau kuit dari Astambul, Kabupaten Banjar, gas LPG, es batu, kain alas sampel, *n*-heksana for *Gas Chromatography* Merck, *n*-heksana pa Unilab, natrium sulfat anhidrat pa Merck, etanol pa Merck, etanol teknis, aseton pa Merck, akuades, aluminium foil, *plastic wrap*, kantong plastik, dan gelang karet.

### **Preparasi Sampel Daun dan Ranting Limau Kuit**

Sampel untuk distilasi berupa daun dan ranting limau segar yang dipetik pada pagi hari dan dibawa ke laboratorium untuk dilakukan sortasi kering, preparasi meliputi pemotongan dengan ukuran  $\pm 1$  cm secara melintang, dan penimbangan sebanyak 1.500 g.

### **Distilasi Sampel dan Pemurnian Minyak Atsiri**

Distilasi dimulai dengan menyiapkan perangkat distilasi uap-air yang terdiri dari sumber pemanas, ketel dengan tutup, kondensor dan sistem pendinginnya, serta penampung distilat. Sebanyak 5 Liter akuades dimasukkan ke dalam ketel setelah itu *tray* (rak berlubang) dipasang tepat di atas akuades. Di atas *tray* dilapiskan kain penyangga untuk mencegah agar sampel tidak jatuh ke dalam air. Sampel distilasi sebanyak 1.500 g kemudian dimasukkan ke atas alas kain dan diratakan. Setelah itu ketel ditutup rapat dan seluruh sistem dibuat rapat dengan membungkus setiap sambungan antar bagian. Distilasi dijalankan dengan menyalakan kompor gas LPG dengan suhu uap 60-70°C selama 6 jam.

Distilat yang tertampung merupakan campuran antara minyak dan air. Campuran ini kemudian dipisahkan dengan corong pisah, diperoleh minyak atsiri yang kemungkinan masih mengandung air dalam jumlah runtu. Pemurnian minyak dilakukan secara *salting out* dengan menambahkan garam natrium sulfat anhidrat. Minyak yang murni disimpan dalam botol vial warna gelap, ditutup rapat, dan disimpan pada suhu dingin,  $\pm 4^\circ\text{C}$ .

### **Perhitungan Rendemen, Karakterisasi, dan Analisis Komponen**

Minyak murni diukur volume dan ditimbang beratnya untuk dinyatakan sebagai rendemen dalam (%-v/b) dan (%-b/b) dengan persamaan berikut (Sukardi *et al.*, 2014):

$$\text{Rendemen (\%-v/b)} = \frac{\text{volume minyak atsiri hasil distilasi (mL)}}{\text{berat sampel distilasi (g)}} \times 100\% \quad \dots (1)$$

$$\text{Rendemen (\%-b/b)} = \frac{\text{berat minyak atsiri hasil distilasi (g)}}{\text{berat sampel distilasi (g)}} \times 100\% \quad \dots (2)$$

Berat jenis ditentukan menggunakan piknometer untuk mengetahui berat minyak dan berat air pada volume yang sama. Perbandingan antara berat minyak dan berat air merupakan nilai berat jenis minyak tersebut (Ansel, 2004).

$$\text{Berat jenis minyak} = \frac{\text{berat minyak (g) dalam piknometer dengan volume V}}{\text{berat air (g) dalam piknometer dengan volume V}} \quad \dots (3)$$

### Analisis Data

Data perhitungan rendemen dan karakterisasi yang meliputi berat jenis, indeks bias, putaran optik, dan kelarutan dalam alkohol diuraikan dan dibahas secara deskriptif, disajikan gambar dan tabulasi. Sementara data analisis GCMS berupa *spreadsheet* yang menampilkan kromatogram dan spektra MS diinterpretasi dengan data Library NIST20.1 sehingga diperoleh dugaan senyawa yang paling baik (mirip). Sebagian nama senyawa hasil uraian dari analisis MS merupakan nama panjang dari nama IUPAC-nya. Nama senyawaan minyak atsiri sering menggunakan nama-nama trivial yang pendek 1-2 kata saja. Oleh karena itu dilakukan pencarian nama lain atau sinonim yang paling dekat melalui situs resmi NIST maupun situs-situs lainnya

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Data yang terhimpun berupa hasil perhitungan rendemen dan karakteristik serta analisis komposisi minyak atsiri yang dihasilkan disajikan secara lengkap di bawah ini.

### Hasil dan Pembahasan Penetapan Rendemen dan Karakteristik Minyak Atsiri

Hasil penelitian yang diperoleh dari distilasi uap-air terhadap sampel daun dan ranting limau kuit disajikan berupa Tabel dan Gambar. Tabel 1 menampilkan seluruh hasil penetapan rendemen dan karakteristik minyak atsiri limau kuit.

**Tabel 1** Rendemen dan Karakteristik Minyak Atsiri Hasil Distilasi Daun dan Ranting Limau Kuit

No.	Parameter	Ulangan			Rerata
		1	2	3	
1	Rendemen:				
	%-(v/b)	0,73	0,63	0,60	0,65
	%-(b/b)	0,61	0,53	0,51	0,55
2	Berat jenis	0,8468	0,8540	0,8495	0,8501
3	Indeks bias	1,4792	1,4902	1,4792	1,4827
4	Putaran optik	(+) 0,16	(+) 1,34	(-) 14,05	-
5	Kelarutan dalam etanol:				
	- 70%	-	1:102	1:90	1:96
	- 90%	1:7	1:6	1:6	1:6

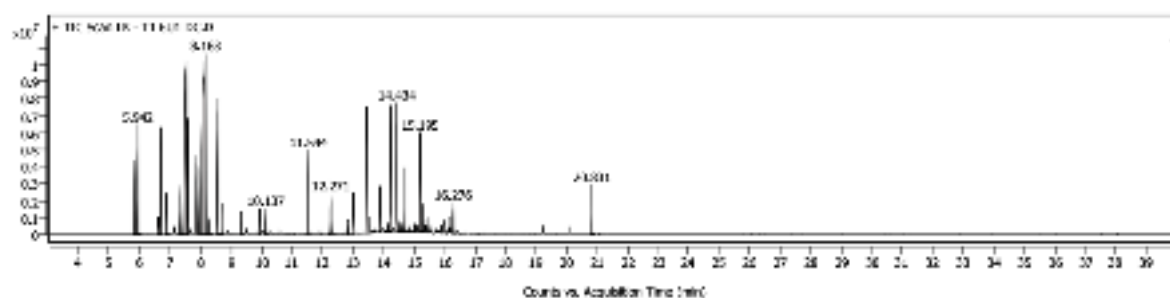
Nilai-nilai yang diperoleh dalam Tabel 1 dapat dibandingkan dengan beberapa standar atau hasil penelitian dari peneliti lain, meskipun untuk minyak atsiri limau kuit sendiri belum tersedia literatur yang cukup. Dalam Tabel 1 ditunjukkan rendemen yang diperoleh sebesar 0,65%-(v/b) dan 0,55%-(b/b). Dari penelitian Panjaitan (2022) dengan sampel daun limau kuit diperoleh rendemen 0,59%-(v/b) atau 0,52%-(b/b), hasil yang diperoleh berdekatan nilainya. Sementara peneliti yang lain, Sembiring (2018) dengan sampel daun asam Jungga yang dikeringkan memperoleh rendemen sebesar 0,8%-(b/b). Asam Jungga adalah jenis jeruk dari daerah Toba, Sumatera Utara yang diduga kuat sama dengan limau kuit.

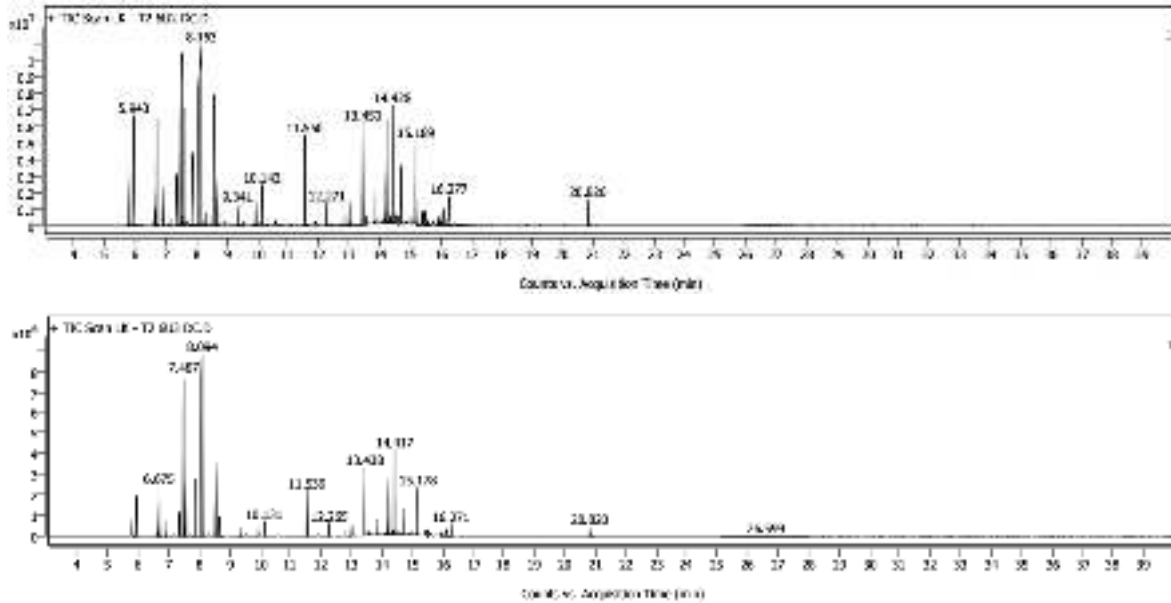
Hasil penetapan berat jenis memperoleh nilai sebesar 0,8501. Jika dibandingkan dengan nilai SNI untuk berat jenis minyak atsiri yaitu sebesar 0,850-0,856, maka berat jenis yang diperoleh masuk ke dalam standar. Untuk nilai indeks bias diperoleh nilai sebesar 1,4827 yang mana nilai ini sedikit lebih tinggi daripada salah satu standar, yaitu Farmakope Indonesia dengan kisaran indeks bias 1,474-1,476. Nilai yang lebih tinggi menunjukkan minyak memiliki kekentalan yang lebih tinggi. Sementara putaran optik nilainya sangat variatif yang tidak bisa dibandingkan dengan suatu standar. Nilai putaran optik ditentukan oleh putaran optik komponen-komponennya secara keseluruhan dalam minyak atsiri yang bersangkutan.

Data penetapan kelarutan minyak atsiri limau kuit dalam alkohol menunjukkan kelarutan dalam alkohol 70% sangat kecil ~ 1:100 artinya 1 mL minyak memerlukan 100 mL alkohol untuk bisa larut sempurna, sedangkan dalam alkohol 90% rerata 1:7 atau 1 ml minyak hanya perlu 7 mL alkohol untuk larut sempurna. Perbedaan alkohol dengan konsentrasi 70% dan 90% yaitu pada jumlah alkohol dan airnya. Alkohol 70% lebih polar dibandingkan alkohol 90%. Uji kelarutan ini dimaksudkan untuk melihat kelarutan minyak atsiri dalam pelarut organik, dalam hal ini diwakili oleh etanol. Alkohol 90% memiliki karakter lebih banyak porsi pelarut organik dibandingkan dengan alkohol 70%. Dengan hasil ini maka dapat disimpulkan bahwa minyak atsiri daun dan ranting yang dihasilkan lebih larut dalam pelarut organik dan bersifat kurang polar. Pada sisi minyak atsirinya diduga bahwa fraksi komponen non polar lebih banyak dibandingkan fraksi komponen polar, atau diduga komponen yang berstruktur dasar hidrokarbon lebih tinggi dibandingkan dengan hidrokarbon teroksigenasi atau bentuk lainnya.

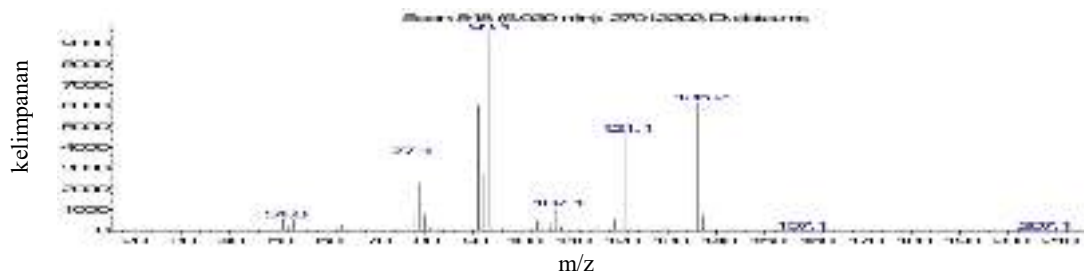
### ***Hasil dan Pembahasan Penetapan Komposisi Minyak Atsiri dengan GCMS***

Kondisi operasional GCMS dalam analisis ini sebagai berikut: volume injeksi 1  $\mu$ L, kolom Agilent 19091S-433UI:0236716H dengan fase diam poli(fenilmetilsiloksan), dimensi 30 m x 250  $\mu$ m x 0,25  $\mu$ m. Fase gerak yang digunakan gas Helium dengan laju alir 1,3 mL/menit dan tekanan kolom 10.785 psi. Dibuat analisis dengan suhu terprogram 50°C-325°C di mana diatur kenaikan suhu 10°C permenit sampai 70°C dan dipertahankan selama 2 menit kemudian 10°C per menit sampai 280°C dan dipertahankan selama 15 menit. Suhu injektor dipertahankan sampai keadaan konstan pada 325°C. Kromatogram dari analisis yang dilakukan sebanyak 3 kali pengulangan ditampilkan pada Gambar 1 dan contoh spektrum massa dari salah satu komponen yaitu g-terpinena disajikan pada Gambar 2.





**Gambar 1** Kromatogram dari sampel minyak atsiri hasil distilasi daun dan ranting limau kuit pada tiga kali pengulangan



**Gambar 2** Spektrum massa dari  $\gamma$ -terpinena.  $\gamma$ -terpinena menunjukkan kadar relatif yang paling tinggi dari seluruh komponen dalam minyak atsiri daun dan ranting limau kuit.

Berdasarkan pada data kromatogram dan spektra massa serta interpretasi dari *spreadsheet* atau recorder GCMS menggunakan perbandingan dengan data Library NIST02.1 diperoleh data dugaan senyawa, kadar relatif, dan rumus molekul dari tiap komponen. Secara lengkap hasil yang diperoleh dari pengolahan data tersebut disajikan pada **Tabel 2**, **Tabel 3**, dan **Tabel 4**.

**Tabel 2** Data Kromatografi dan Komposisi Dugaan Senyawa yang Terkandung dalam Minyak Atsiri Hasil Distilasi Daun dan Ranting Limau Kuit

No	Dugaan Senyawa	Waktu Retensi (menit)			Kadar Relatif (%)			Rerata Kadar (%)	Rumus Molekul
		1*	2	3	1*	2	3		
1	$\alpha$ -phellandrene	5,811	5,811	5,799	2,08	2,32	1,18	1,86	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>
2	3-carene	5,942	5,942	5,931	3,70	4,12	2,50	3,44	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>
3	$\beta$ -phellandrene	6,618	-	6,612	0,58	-	0,38	0,48	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>
4	$\beta$ -terpinene	-	6,618	-	-	0,66	-	0,66	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>
5	sabinene	6,698	6,698	6,675	3,81	4,25	3,23	3,77	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>
6	(-)- $\beta$ -pinene	-	6,887	6,881	-	1,25	0,81	1,03	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>

7	2-thujene	6,887	-	-	1,11	-	-	1,11	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>
8	$\alpha$ -terpinene	7,35	7,35	7,339	1,83	1,98	1,48	1,76	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>
9	o-cymene	7,527	7,528	7,487	11,68	12,97	13,22	12,63	C <sub>10</sub> H <sub>14</sub>
10	D-limonene	7,585	7,585	7,55	3,87	4,30	3,99	4,05	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>
11	cyclofenchene	7,882	7,877	7,848	5,55	5,25	4,38	5,06	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>
12	$\gamma$ -terpinene	8,163	8,163	8,094	22,43	23,91	29,24	25,19	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>
13	trans-linalool oxide	8,288	8,289	-	0,34	0,31	-	0,33	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>
14	terpinolene	-	8,563	8,54	-	5,77	5,58	5,67	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>
15	isoterpinolene	8,569	-	-	5,40	-	-	5,40	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>
16	linalool	8,683	8,695	8,672	0,81	1,59	1,18	1,19	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O
17	1,3,8- <i>p</i> -menthatriene	9,341	9,341	9,336	0,57	0,60	0,49	0,55	C <sub>10</sub> H <sub>14</sub>
18	terpinen-4-ol	9,948	9,948	9,942	0,69	0,82	0,63	0,71	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O
19	L- $\alpha$ -terpineol	10,137	10,142	10,131	0,68	1,23	0,87	0,92	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O
20	thymol	11,544	11,55	11,539	2,52	2,96	2,80	2,76	C <sub>10</sub> H <sub>14</sub> O
21	$\delta$ -elemene	12,271	12,271	12,265	1,05	0,68	0,74	0,82	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>
22	guaia-10(14),11-diene	12,82	12,82	13,009	0,38	0,25	1,02	1,04	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>
23	copaene	13,015	-	-	1,24	-	-	0,38	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>
24	10-isocyano-cadinene	-	13,009	13,438	-	0,87	4,59	0,31	C <sub>16</sub> H <sub>26</sub> NS
25	4- <i>epi</i> - $\alpha$ -acoradiene	13,461	-	13,553	4,97	-	0,36	0,47	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>
26	caryophyllene	13,558	13,45	13,873	0,58	3,80	1,09	4,45	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>
27	humulene	13,879	13,547	14,125	1,31	0,33	0,37	1,13	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>
28	(+)- bicyclogermacrene	14,136	13,873	14,217	0,43	0,99	4,66	4,20	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>
29	$\beta$ -copaen-4 $\alpha$ -ol	14,239	14,228	14,417	5,11	3,99	6,38	4,58	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub> O
30	$\gamma$ -muurolene	14,434	14,428	-	5,88	5,12	-	0,39	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>
31	(+)-valencene	14,514	14,508	14,503	0,46	0,28	0,34	0,36	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>
32	elixene	-	14,611	-	-	0,35	-	5,12	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>
33	$\delta$ -cadinene	14,623	14,697	14,691	0,41	1,49	1,56	1,58	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>
34	germacrene B	14,703	15,189	15,178	1,69	2,73	3,06	3,10	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>
35	<i>epi</i> cubebol	15,018	-	-	0,24	-	-	0,41	C <sub>15</sub> H <sub>26</sub> O
36	(-)-globulol	15,195	15,407	15,487	3,51	0,44	0,38	0,42	C <sub>15</sub> H <sub>26</sub> O
37	elemol	15,269	-	-	0,69	-	-	0,24	C <sub>15</sub> H <sub>26</sub> O
38	spathulenol	15,412	15,493	-	0,28	0,52	-	0,36	C <sub>15</sub> H <sub>26</sub> O
39	(3e 7e)-4 8 12- trimethyltrideca-1 3 7 11-tetraene	15,492	-	-	0,38	-	-	0,69	C <sub>16</sub> H <sub>26</sub>
40	viridiflorol	-	15,596	-	-	0,24	-	0,24	C <sub>15</sub> H <sub>26</sub> O
41	tau-cadinol acetate	15,973	15,973	15,973	0,49	0,63	0,50	0,54	C <sub>17</sub> H <sub>28</sub> O <sub>2</sub>
42	tau-cadinol	16,122	16,128	16,122	0,68	0,90	0,92	0,83	C <sub>15</sub> H <sub>26</sub> O
43	tau-muurolol	16,276	16,276	16,271	1,15	1,29	1,08	1,17	C <sub>15</sub> H <sub>26</sub> O
44	phytol	20,831	20,826	20,82	1,40	0,81	0,67	0,96	C <sub>20</sub> H <sub>40</sub> O
45	nc	-	-	26,599	-	-	0,33	0,33	

Keterangan: \* ulangan, nc =not confirmed

**Tabel 3** Persentase Kelompok Senyawa Terpena yang Terkandung dalam Minyak Atsiri Hasil Distilasi Daun dan Ranting Limau Kuit

No	Kelompok Senyawa	Kadar relatif %
1	Hidrokarbon monoterpena	64,75
2	Monoterpena teroksigenasi	4,96
3	Hidrokarbon seskuiterpena	20,44
4	Seskuiterpena teroksigenasi	7,82
5	Diterpena teroksigenasi	0,85
6	Lain-lain	1,18
Jumlah (%)		99,99

Data pada **Tabel 3** menunjukkan bahwa kelompok hidrokarbon, baik dari monoterpena (C<sub>10</sub>) maupun seskuiterpena (C<sub>15</sub>) hadir dalam jumlah yang dominan yaitu total 85,19%, sisanya bentuk



teroksigenasi sebanyak 12,78%, diterpena (C<sub>20</sub>) teroksigenasi 0,85%, dan senyawa lain 1,18%. Dengan komposisi yang seperti ini diduga kuat secara keseluruhan minyak atsiri memiliki karakter non polar yang tinggi. Jik dikaitkan dengan data kelarutan dalam alkohol nampak hasilnya sejalan.

Tabel 4 menampilkan sepuluh komponen dominan yang hadir dalam minyak atsiri yang dihasilkan dari tiga kali pengulangan. Tampak terbaca dalam tabel  $\gamma$ -terpinena memiliki kadar relatif yang tertinggi.

**Tabel 4** Sepuluh komponen dugaan senyawa yang dominan Minyak Atsiri Hasil Distilasi Daun dan Ranting Limau Kuit

No	Nama Senyawa	Bobot Molekul (g/mol)	Kadar relatif%
1	$\gamma$ -terpinena	136	25,19
2	<i>o</i> -simena	134	12,63
3	terpinolene	136	5,67
4	siklofencena	136	5,06
5	$\beta$ -kopaen-4 $\alpha$ -ol	220	4,58
6	kariofilena	204	4,45
7	(+)-bisiklogermakrena	204	4,20
8	D-limonene	136	4,05
9	sabinena	136	3,77
10	3-karena	136	3,44

Penelitian terdahulu yang telah dilakukan terhadap daun limau kuit dengan metode yang sama, Panjaitan (2022) dan Sembiring (2018) pada daun asam Jungga menunjukkan hasil di mana  $\gamma$ -terpinena juga merupakan komponen dengan kadar yang tertinggi, masing-masing 24,19% dan 36,67%. Hasil kedua penelitian tersaji pada **Tabel 5** dan **Tabel 6**.

**Tabel 5** Sepuluh komponen dominan penyusun minyak atsiri daun limau kuit (Panjaitan, 2022)

No	Waktu Retensi (menit)	Kadar Relatif (%)	Perkiraan Senyawa	Rumus Molekul
1	4,513	2,92	$\alpha$ -thujena	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>
2	4,636	4,72	1R- $\alpha$ -pinena	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>
3	5,288	5,46	$\beta$ -pinena	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>
4	5,930	2,36	2-karena	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>
5	6,553	7,20	$\beta$ -cis-osimena	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>
<b>6</b>	<b>7,042</b>	<b>24,19</b>	<b><math>\gamma</math>-terpinena</b>	<b>C<sub>10</sub>H<sub>16</sub></b>
7	7,581	8,53	(+)-4-karena	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>
8	20,357	3,65	kariofilena	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>
9	21,979	3,63	germakrena D	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>
10	22,424	3,74	bisiklogermakrena	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>

**Tabel 6** Sembilan komponen dominan penyusun minyak atsiri daun asam Jungga (Sembiring, 2018)

No	Waktu Retensi (menit)	Kadar Relatif (%)	Perkiraan Senyawa	Rumus Molekul
1	3,49	18,15	toluena	C <sub>7</sub> H <sub>8</sub>

2	7,11	1,69	$\alpha$ -thujena	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>
3	7,30	9,35	$\beta$ -osimena	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>
4	8,71	7,80	$\beta$ -pinena	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>
5	10,18	1,41	2,3,5-trimetil-1,3,6-heptatriena	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>
6	10,43	8,85	1-metil-2-(1-metiletil)-benzena	C <sub>10</sub> H <sub>14</sub>
7	10,56	8,78	limonena	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>
8	11,60	36,67	$\gamma$ -terpinena	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>
9	26,60	6,39	germakrena	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>

Data-data yang terhimpun di atas menunjukkan terdapatnya perbedaan-perbedaan namun juga ada persamaan-persamaan baik secara kualitatif dalam arti kehadiran senyawaan berbeda atau sama juga secara kuantitatif terkait dengan kadar komponen-komponen tersebut. Satu hal yang menarik bahwa  $\gamma$ -terpinena menjadi komponen yang paling dominan bahkan pada asam Jungga yang kuat diduga (terhipotesiskan) merupakan jeruk yang sama dengan limau kuit.

## KESIMPULAN

Minyak atsiri daun dan ranting limau kuit yang dihasilkan berpenampilan bening dengan warna kuning muda atau keemasan berbau khas limau kuit yang tajam dan sedikit aroma kayu (*woody*). Rendemen penyulingan sebesar 0,65%-(v/b) atau 0,55%-(v/b) dengan berat jenis 0,8501, indeks bias 1,4827, putaran optik (-) 14,05-(+) 1,34, dan kelarutan dalam alkohol 90% 1:6 dan 70% 1: 96. Secara total dari unit percobaan yang dilakukan diperoleh 45 senyawaan penyusun minyak atsiri yang dihasilkan dengan sepuluh senyawa yang dominan, yaitu  $\gamma$ -terpinena (25,19%), *o*-simena (12,63%), terpinolena (5,67%), siklofencena (5,06%),  $\beta$ -kopaen-4 $\alpha$ -ol (4,58%), kariofilena (4,45%), (+)-bisiklogerkrena (4,20%), *D*-limonena (4,05%), sabinena (3,77%), dan 3-karena (3,44%).

## UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih kepada Rektor ULM atas bantuan dana penelitian lewat skema Program Dosen Wajib Meneliti (PDWM) tahun 2023, LPPM ULM yang telah memandu dan mengkoordinasikan penjadwalan dari proses pengusulan, seminar, pengelolaan dana sampai pelaporan. Ucapan terima kasih juga kepada Laboratorium Dasar FMIPA ULM dan Laboratorium Terpadu ULM, serta mahasiswa dalam Tim Limau Kuit dan Teknisi Laboratorium.

## DAFTAR PUSTAKA

### SEMINAR NASIONAL LAHAN BASAH 2023

"Ekosistem Mangrove dan Gambut: Peluang dan Tantangan dalam Pembangunan Rendah Karbon yang Berkelanjutan"  
17-18 Oktober 2023  
Banjarmasin

- Adams, T. B. & Taylor, S. V. (2009). *Safety Evaluation of Essential Oils: A Constituent Based Approach. Handbook of Essential Oils, Science, Technology, and Applications*, (K.H.C. Baser & G. Buchbauer (eds.)). CRC Press, Boca Raton, FL. pp: 185-208
- Ansel, H. C. (2004). *Kalkulasi Farmasetik*. EGC, Jakarta
- Ariyani, H., Nazemi, M., Hamidah, & Kurniati, M. (2018). Uji Efektivitas Antibakteri Ekstrak Kulit Limau Kuit (*Citrus hystrix* DC) Terhadap Beberapa Bakteri. *Journal of Current Pharmaceutical Sciences*. 2(10), 136-141
- Chaudhari, S.Y., Harisha, C. R., Galib, R. & Prajapati, K. (2014). Pharmacognostical Evaluation of *Citrus Jambhiri* Lush Fruit. *Jurnal Ancient Science of Life*. 34(2), 96-99. Doi: 10.4103/0257-7941.153469
- Chemat, F. (2010). Citrus Essential Oils. *Citrus Essential Oils*, M. Sawamura (editor). Citrus Essential Oils: Flavor and Fragrance. John Wiley & Sons Inc., Hoboken, New Jersey
- Da Silva, J. K. R., Figueiredo, P. L. B., Byler, K. G. & Setzer, W. N. (2020). Essential Oils as Antiviral Agents. Potential of Essential Oils to Treat SARS-CoV-2 Infection: An In-Silico Investigation. *International Journal of Molecular Sciences*. Doi: 10.3390/ijms21103426
- Dugo, G., Bonaccorsi, I., Sciarrone, D., Costa, R., Dugo, P., & Mondello, L. (2011). Characterization of Oils from the Fruits, Leaves and Flowers of the Bitter Orange Tree. *Journal of Essential Oil Research*, 23(2), 45-59. Doi: 10.1080/10412905.2011.9700446
- Efendi, D., Budiarto, R., Poerwanto, R., Santosa, E. & Agusta, A. (2021). Relationship among Agroclimatic Variables, Soil and Leaves Nutrient Status with the Yield and Main Composition of Kaffir Lime (*Citrus hystrix* DC) Leaves Essential Oil. *Metabolites*, 11, 260. Doi: 10.3390/metabo11050260
- El-Sawi, S. A., Ibrahim, M. E., El-Rokiek, K. G., & El-Din, S. A. S. (2019). Allelopathic Potential of Essential Oils Isolated from Peels of Three Citrus Species. *Annals of Agricultural Sciences*. 64, 89-94. Doi: 10.1016/j.aos.2019.04.003
- Ginting, S. (2004). Pengaruh Lama Penyulingan Terhadap Rendemen dan Mutu Minyak Atsiri Daun Sereh Wangi. Laporan Penelitian Fakultas Pertanian Universitas Sumatera Utara. *e-USU repository*.
- Hamdan, D., El-Readi, M. Z., Tahrani, A., Herrmann, F., Kaufmann, D., Farrag, N., El-Shazly, A. & Wink, M. (2011). Chemical Composition and Biological Activity of *Citrus jambhiri* Lush. *Food Chemistry*. 127(2), 394-403. Doi: 10.1016/j.foodchem.2010.12.129
- Hapip, A.D. (1977). *Kamus Banjar-Indonesia*. Pusat Pembinaan dan Pengembangan Bahasa-Departemen Pendidikan dan Kebudayaan, Jakarta. Hal. 118-149.
- Irwan, A., Mustikasari, K., & Ariyani, D. (2017). Pemeriksaan Pendahuluan Kimia Daun, Kulit dan Buah Limau Kuit : Jeruk Lokal Kalimantan Selatan. *Sains Dan Terapan Kimia*. 11(2), 71-79.
- Irwan, A. & Junaidi, A. B. (2020). Kajian Awal Metabolomik Pada Ekstrak Metanol Daging Buah Limau Kuit Dengan Analisis GC-MS Tidak Tertarget. *Prosiding Seminar Nasional Lingkungan Lahan Basah*, 5(3), 27-31
- Ishak, N.I., Kasman, & Chandra. (2021). Efektifitas Perasan Buah Limau Kuit (*Citrus amblycarpa*) Sebagai Larvasida Alami Terhadap Kematian Larva *Aedes aegypti*. *Jurnal Kesehatan Masyarakat*. 10(1), 6-13
- Kurniawati, Y. (2018). Pengaruh Perlakuan pada Daun Limau Kuit Terhadap Karakterisasi Minyak Atsiri dengan Metode Ekstraksi Soxhlet Menggunakan Pelarut *n*-Heksana. *Skripsi Sarjana*. Universitas Lambung Mangkurat.
- Muhtadin, A. F., Wijaya, R., Prihatini, P., & Mahfud. (2013). Pengambilan Minyak Atsiri dari Kulit Jeruk Segar dan Kering dengan Menggunakan Metode Steam Distillation. *Jurnal Teknik Pomits*. 2(1), 98-101. Doi: 10.12962/j23373539.v2i1.2351
- Panjaitan, V. L. (2022). Ekstraksi dan Karakterisasi Minyak Atsiri dari Daun Limau Kuit dengan Metode Distilasi Uap-Air dan Kondensor Bola Termodifikasi serta Analisis Komposisinya Menggunakan GC-MS. *Skripsi Sarjana*. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam ULM.

- Sarrou, E., Chatzopoulou, P., Dimassi-Theriou, K., & Therios, I. (2013). Volatile Constituents and Antioxidant Activity of Peel, Flowers and Leaf Oils of *Citrus aurantium* L. Growing in Greece. *Molecules*, 18, 10639-10647. Doi:10.3390/molecules180910639
- Savita, P., Pati, K. & Nagpal, A.K. (2018). Rough Lemon (*Citrus jambhiri* Lush), Chapter 17. *Step Wise Protocols for Somatic Embryogenesis of Important Woody Plants*, Volume II, 2<sup>nd</sup> Edition. Springer, New York
- Sawamura, M. (2010). Citrus Essential Oils: Flavor and Fragrance. In *Citrus Essential Oils: Flavor and Fragrance*. John Wiley & Sons Inc., Hoboken, New Jersey
- Schiller, C. & Schiller, D. (2008). *The Aromatherapy Encyclopedia: A Concise Guide to Over 385 Plant Oils*. Basic Health Publications Inc., Laguna Beach, CA., Pp, 17-433
- Sembiring, H.B. 2018. Aktivitas Antibakteri dan Antioksidan Minyak Atsiri Daun Asam Jungga (*Citrus jambhiri* Lush). *Chimica et Natura Acta*, 6(1) pp. 19-24. Doi: 10.24198/cna.v6.n1.16446.
- Spiegel-Roy, P. & Goldschmidt, E.E. (1996). *The Biology of Citrus*. Cambridge University Press, Cambridge, UK., Pp: 19-44. Doi: 10.1017/CBO9780511600548
- Sukardi, A. R., Pulungan, M. H., & Mulyadi, A. F. (2014). Penerapan PEF (*Pulshed Electric Field*) pada Ekstraksi Minyak Atsiri Daun Jeruk Purut Purut (*Citrus hystrix D.C*) dengan Metode Destilasi Air dan Uap (Kajian Jenis Perlakuan Pendahuluan Bahan dan Lama Waktu *Pulshed Electric Field*). *Jurnal Teknologi Industri Pertanian - FTP - Universitas Brawijaya*