

LITERATURE REVIEW: ISOLASI SENYAWA LIMONEN PADA MINYAK ATSIRI MENGGUNAKAN METODE UJI HIDRODESTILASI, DESTILASI UAP DAN DESTILASI AIR-UAP

Vriezka Mierza*, Andien Ravelliani, Bismar Al Bara, Marisah, Nur Sa'diyah
Universitas Singaperbangsa Karawang, Jl. HS Ronggo Waluyo, Puseurjaya, Telukjambe Timur, Karawang, Jawa Barat 41361, Indonesia

*1910631210002@student.unsika.ac.id

ABSTRAK

Minyak atsiri merupakan suatu senyawa yang mudah menguap dan memiliki kelarutan yang rendah terhadap air, dapat diperoleh dari hasil ekstraksi daun, buah, kulit buah, kayu, bunga dan biji-bijian. Pada minyak atsiri terdapat salah satu senyawa monoterpen limonen yang biasanya dimanfaatkan sebagai bahan aditif makanan, kosmetik, perasa hingga aroma tambahan. Metode *review article* dilakukan melalui penelusuran di *Google* cendekia dengan mensortir 15 artikel terkait dan dipilih 5 artikel yang dianggap sesuai dengan topik yang diinginkan. Hasil isolat yang diperoleh kemudian dianalisis menggunakan GC-MS (*Gas Chromatography and Mass Spectroscopy*) untuk mengetahui jenis senyawa kimia yang terkandung beserta kadarnya.

Kata kunci: destilasi; gc-ms; limonen; minyak atsiri.

REVIEW ARTICLES: ISOLATION OF LIMONENE COMPOUNDS IN ESSENTIAL OILS USING HYDRODISTILLATION, STEAM DISTILLATION AND WATER-STEAM DISTILLATION TEST METHODS

ABSTRACT

Essential oil is a compound that is volatile and has low solubility in water, which can be obtained from the extraction of leaves, fruits, fruit skins, wood, flowers and seeds. In essential oils there is a limonene monoterpene compound which is usually used as a food additive, cosmetic, flavoring and additional aroma. The article review method is carried out through searching on Google Scholar by sorting 15 related articles and selecting 5 articles that are considered appropriate to the desired topic. The isolates obtained were then analyzed using GC-MS (Gas Chromatography and Mass Spectroscopy) to determine the types of chemical compounds contained and their levels.

Keywords: distillation; gc-ms; limonene; essential oil

PENDAHULUAN

Minyak atsiri merupakan suatu senyawa yang mudah menguap dan memiliki kelarutan yang rendah terhadap air, dapat diperoleh dari hasil ekstraksi daun, buah, kulit buah, kayu, bunga dan biji-bijian (Kurniawan Adityo et al., 2008). Minyak atsiri banyak dimanfaatkan dalam berbagai bidang untuk parfum, kosmetik, obat-obatan dan makanan. Terdapat dua golongan senyawa yang terkandung di dalam minyak atsiri yakni oleoptena dan stearoptena. Oleoptena terdiri atas senyawa monoterpen berwujud cair, sementara stearoptena terdiri atas senyawa karbon teroksigenasi berwujud padat. Pada minyak atsiri terdapat terpen, sesquiterpen, ester, aldehida dan sterol dengan detail komponen sebagai berikut : limonene (95%), myrcene (2%), noctanal (1%), pinene (0,4%), linanool (0,3%), decanal (0,3%), dodecanal (0,1%), sabiene (0,2%), geranial (0,1%), neral (0,1%) serta senyawa minor lainnya (0,5%). Berdasarkan perincian tersebut, diketahui bahwa senyawa limonen merupakan penyusun terbesar dalam minyak atsiri.

Limonen merupakan salah satu jenis senyawa monoterpen yang biasanya dimanfaatkan sebagai bahan aditif makanan, kosmetik, perasa hingga aroma tambahan. Dalam pemanfaatannya, limonen dapat diperoleh dari minyak atsiri yang bersumber dari daun, buah,

kulit buah, biji-bijian dan sebagainya melalui berbagai metode isolasi. Adapun metode isolasi yang dapat diterapkan untuk mendapatkan minyak atsiri diantaranya destilasi air, destilasi uap serta destilasi air-uap. Melalui ketiga metode tersebut akan diperoleh rendemen yang nantinya dianalisis untuk mengetahui kandungan jenis senyawa beserta kadarnya.

Pada *review article* ini, penulis bermaksud ingin menentukan karakteristik dan mutu dari berbagai metode yang diterapkan pada sejumlah sampel untuk menghasilkan isolasi senyawa limonen beserta metode analisis GC-MS dalam menghasilkan sebuah spektrum yang dapat menginterpretasikan kadar dari senyawa limonen tersebut. Adanya tulisan ini bertujuan untuk memberikan referensi bagi para pembaca maupun peneliti selanjutnya. Selain itu, sebagai bahan bacaan untuk mempermudah dalam pengembangan isolasi senyawa limonen karena dapat diketahui bahwa sumber dan referensi pada senyawa limonen sangat terbatas sekali.

METODE

Metode *review article* dilakukan melalui penelusuran di *Google* cendekia dengan mensortir 15 artikel terkait dan dipilih 5 artikel yang dianggap sesuai dengan topik yang diinginkan. Adapun sumber yang digunakan merupakan sumber terpercaya dan teraktual yakni dengan rentang tahun tidak lebih dari 10 tahun. Berdasarkan analisis yang dilakukan terhadap 5 artikel yang terkumpul didapatkan berbagai metode yang dapat digunakan untuk mengisolasi senyawa limonen pada berbagai sampel yang berbeda. Adapun metode yang digunakan untuk mengisolasi senyawa limonen diantaranya hidroddestilasi, destilasi uap dan destilasi air-uap. Metode hidroddestilasi merupakan penyulingan dengan air yang dapat dilakukan dengan sangat mudah, akan tetapi memiliki kekurangan diantaranya menyebabkan banyak tidak tersulingnya rendemen minyak sehingga mutu minyak yang dihasilkan menurun. Selain itu, kekurangan lain dari metode ini adalah menghasilkan hasil sampingan yang tidak diinginkan akibat dari terjadinya oksidasi serta persenyawaan zat ester yang terkandung dalam air (Lutony Tony Luqman & Rahmayati Yeyet, 1994). Di samping kekurangannya, metode ini juga memiliki kelebihan seperti tidak mudah mengalami penguapan serta volume yang dihasilkan dapat diketahui secara langsung (Sastrohamidjojo H., 2004). Pada metode ini, sampel akan didestilasikan secara langsung dengan air mendidih yang nantinya akan mengapung ataupun terendam secara sempurna bergantung pada berat jenis dan jumlah bahan. Metode destilasi uap merupakan penyulingan dengan uap yang memiliki metode serupa dengan metode destilasi air dan uap, kecuali air tidak diisikan ke dalam labu. Metode ini menggunakan uap jenuh atau panas dengan tekanan lebih dari 1 atm (Guenther E., 1987). Kandungan sampel akan diuapkan dan dipisahkan dari air yang terkondensasi secara sempurna (Sastrohamidjojo H., 2004).

Metode destilasi air-uap merupakan penyulingan dengan uap air yang memiliki ciri khas yakni uap selalu dalam keadaan basah, jenuh serta tidak terlalu panas (Guenther E., 1987). Pada metode ini bahan akan diletakkan di atas saringan berlubang yang berada tepat di atas ketel suling yang berisikan air, kemudian air dipanaskan dengan uap jenuh yang basah bertekanan rendah. Keuntungan dari metode ini diantaranya sangat ekonomis dan mampu menghasilkan rendemen dengan jumlah memadai dan bermutu (Lutony Tony Luqman & Rahmayati Yeyet, 1994). Tahapan selanjutnya, setelah sampel berhasil dilakukan isolasi maka senyawa hasil isolasi diuji kemurniannya dengan KLT dan dianalisis kandungan senyawa beserta kadarnya. Metode analisis yang dapat digunakan diantaranya GC-MS (*Gas Chromatography and Mass Spectroscopy*). Untuk senyawa limonen yang terukur kadarnya dapat dilihat pada tabel berikut.

Tabel 1.
Metode yang Digunakan

No.	Judul	Metode	Hasil
1.	Aktivitas Antibakteri dan Antioksidan Minyak Atsiri Daun Asam Jungga (<i>Citrus jambhiri</i> Lush)	Hidrodestilasi	8,78% (Helmina Br. Sembiring, 2018)
2.	Perbandingan Isolasi Minyak Atsiri Biji Pala Cara Hidrodestilasi Konvensional dan <i>Microwave</i> serta Uji Aktivitas Antibakteri dan Antioksidan	Hidrodestilasi konvensional dan hidrodestilasi modifikasi (<i>microwave</i>)	9,01% (Hidrodestilasi konvensional) 8,52% (Hidrodestilasi modifikasi) (Rachmi Widya et al., 2014)
3.	Efisiensi Isolasi Minyak Atsiri dari Kulit Jeruk dengan Metode Destilasi Air-Uap Ditinjau dari Perbandingan Bahan Baku dan Pelarut yang Digunakan	Destilasi air-uap	56,98% (Cahyati Suci et al., 2016)
4.	Biotransformasi Limonen dari Minyak Atsiri Kulit Jeruk Pontianak Menggunakan Jamur <i>Rhizopus Oligosporus</i> dalam Media Air Kelapa	Destilasi uap	87,28% (Sugiantoro et al., 2016)
5.	Kandungan Kimia Minyak Atsiri dari Kulit Buah Jeruk Bali (<i>Citrus maxima</i>) serta Uji Aktivitas Antibakteri terhadap <i>Staphylococcus aureus</i> dan <i>Escherichia coli</i>	Destilasi uap	94,96% (Saputra K. A et al., 2017)

HASIL DAN PEMBAHASAN

Minyak atsiri yang terkandung pada suatu sampel perlu dipisahkan terlebih dahulu untuk dapat mengisolasi kandungan senyawa didalamnya, isolasi senyawa ini dapat dilakukan melalui berbagai metode seperti hidrodestilasi, destilasi uap dan destilasi air uap. Melalui metode tersebut nantinya akan didapatkan minyak atsiri murni yang telah terpisah dari komponen-komponen senyawa lainnya yang dapat terkandung pada sampel. Setelah mendapatkan minyak atsiri murni, maka untuk mengetahui senyawa beserta kadar senyawa yang terkandung di dalam minyak atsiri perlu dilakukan analisis melalui metode GC-MS. Metode dengan GC-MS ini akan menghasilkan suatu spektrum yang mampu mengidentifikasi suatu jenis senyawa beserta kadarnya.

Hasil isolasi senyawa limonen yang terkandung dalam minyak atsiri pada berbagai sampel didapatkan kadar limonen yang berbeda-beda. Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Helmina Br. Sembiring pada 2018, dilakukan isolasi senyawa limonen yang terkandung dalam minyak atsiri daun asam jungga dengan metode hidrodestilasi menggunakan alat Stahl. Melalui proses isolasi tersebut didapatkan minyak atsiri sebanyak 3,6 gr (0,8%) dari 450 gr serbuk kering daun asam jungga yang kemudian dianalisis menggunakan GC-MS. Dari hasil

analisis, terdapat 10 puncak (*peak*) kromatogram berbeda yang berarti menunjukkan bahwa minyak atsiri daun asam jingga mengandung 10 senyawa kimia, akan tetapi hanya 9 senyawa yang dapat diinterpretasikan sesuai dengan Wiley Library yang mana satu diantaranya merupakan senyawa limonen dengan kadar 8,78%.

Tabel 1.

Komponen senyawa kimia yang terdapat dalam minyak atsiri daun asam jingga.

No Puncak	Waktu Retensi (Menit)	Massa Molekul	Rumus Molekul	Nama Senyawa	Area (%)
1	3,49	92	C ₇ H ₈	Toluena	18,15
2	7,11	136	C ₁₀ H ₁₆	α -Thujen	1,69
3	7,30	136	C ₁₀ H ₁₆	β -Osimen	9,35
4	8,71	136	C ₁₀ H ₁₆	β -Pinen	7,80
5	10,18	136	C ₁₀ H ₁₆	2,3,5-trimetil-1,3,6-Heptatriena	1,41
6	10,43	134	C ₁₀ H ₁₄	1-metil-2-(1-metiletil)-Benzena	8,85
7	10,56	136	C ₁₀ H ₁₆	Limonrn	8,78
8	11,60	136	C ₁₀ H ₁₆	γ -Terpinen	36,67
9	26,60	204	C ₁₅ H ₂₄	Germasren	6,39

Isolasi senyawa Limonen juga dapat dilakukan melalui hidrodestilasi modifikasi. Seperti penelitian yang telah dilakukan oleh Widya Rachmi *et al* pada 2014, dilakukan perbandingan antara isolasi senyawa dengan metode hidrodestilasi konvensional menggunakan hidrodestilasi modifikasi yang berupa *microwave*. Pada metode hidrodestilasi konvensional dianggap memiliki banyak kekurangan seperti waktu pengerjaan yang lama, energi yang diperlukan besar serta berpotensi hilangnya senyawa *volatile* selama proses berlangsung. Dari berbagai kekurangan yang ada, maka metode hidrodestilasi ini dikembangkan dengan menggunakan pemanasan yang bersumber dari *microwave*. Dengan modifikasi ini dapat memberikan kelebihan seperti menghasilkan jumlah minyak yang lebih banyak dibandingkan pada metode hidrodestilasi konvensional serta hanya memerlukan waktu yang lebih singkat. Berdasarkan hasil yang didapat dari proses isolasi, minyak atsiri yang diperoleh berdasarkan dari metode hidrodestilasi modifikasi menghasilkan kadar minyak yang lebih banyak dalam waktu yang lebih singkat yakni 7,07% selama 1 jam, bila dibandingkan pada metode hidrodestilasi konvensional yang hanya menghasilkan minyak atsiri dengan kadar 4,30% selama 4 jam. Selanjutnya, bila dilihat dari hasil GC-MS didapatkan 55 puncak pada metode hidrodestilasi modifikasi, sementara 43 puncak pada metode hidrodestilasi konvensional. Dari kedua hasil tersebut, terdapat kandungan senyawa limonen dengan kadar yang berbeda yakni 8,52% pada metode hidrodestilasi modifikasi dan 9,01% pada metode hidrodestilasi konvensional.

Tabel 2.
Perbedaan waktu retensi dan presentase kadar senyawa kimia minyak atsiri biji pala.

No	Senyawa	Waktu Retensi		Persentase (%)	
		K	M	K	M
1	1R- α -pinen	8.618	6.350	1,54	16,98
2	Sabinen	7.581	8.000	28,62	29,44
3	Limonene	9.475	9.575	9,01	8,52
4	4-terpineol	15.385	15.347	10,03	6,02
5	Safrol	19.592	19.566	4,70	2,83
6	Miristisin	28.550	28	11,74	7,45

Selain metode hidrodestilasi, destilasi air-uap juga dapat dijadikan sebagai salah satu metode isolasi senyawa. Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Suci Cahyati *et al* pada 2016, dilakukan isolasi senyawa menggunakan metode destilasi air-uap selama 6 jam dengan air sebagai pelarutnya. Pada metode ini minyak atsiri dianalisis dengan GC-MS dan diidentifikasi adanya kandungan senyawa limonen dengan kadar 56,95%.

Tabel 3.
Komponen senyawa kimia penyusun minyak atsiri kulit jeruk peras.

Puncak	Waktu Retensi (menit)	Luas Area	Kadar Relatif (%)	Rumus Molekul	Senyawa
1	6,724	14716011	3,86	C ₁₀ H ₁₆	Alpha-Pinene
2	7,180	3606697	1,02	C ₁₀ H ₁₆	Beta-Phellandrene
3	7,212	10159288	2,40	C ₁₀ H ₁₆	Beta-Pinene
4	7,367	60472043	10,10	C ₁₀ H ₁₆	Beta-Myrcene
5	7,723	181796452	56,95	C ₁₀ H ₁₆	Limonene
6	8,239	17427853	7,69	C ₁₀ H ₁₈ O	Linalool
7	8,831	4211379	2,04	C ₁₀ H ₁₈ O	3—Cyclohexene-1-methanol

Isolasi senyawa pada minyak atsiri juga dapat dilakukan dengan metode destilasi uap. Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Sugiantoro *et al* pada 2016, minyak atsiri diisolasi menggunakan metode destilasi uap dan dianalisis dengan GC-MS. Berdasarkan hasil yang ditunjukkan GC-MS, didapatkan sebanyak 6 puncak yang menunjukkan adanya kandungan 6 senyawa berbeda pada minyak atsiri, satu diantaranya yakni senyawa limonen dengan kadar 87,28% pada puncak keempat. Hal ini disebabkan pada puncak keempat ini memiliki kelimpahan yang tertinggi serta berdasarkan spektrum massa yang terbentuk puncak keempat memiliki berat molekul berkisar 136 dan pola fragmentasi yang menunjukkan ciri-ciri serupa dengan senyawa limonen.



Gambar 1. Spektrum massa puncak no. 4

Metode yang sama juga digunakan pada penelitian Komang Ardipa Saputra *et al* pada 2017 yang mengisolasi kulit buah jeruk Bali dengan metode destilasi uap serta menganalisisnya dengan GC-MS. Berdasarkan analisis GC-MS didapatkan 5 puncak berbeda yang

mengidentifikasi suatu jenis senyawa. Diketahui bahwa komponen penyusun utama minyak atsiri kulit jeruk Bali adalah senyawa limonen dengan kadar 94,96%.

Tabel 4.
Komponen senyawa kimia minyak atsiri kulit buah jeruk Bali

No	Puncak Senyawa	Waktu Retensi (tR)	Area (%)	M ⁺	Senyawa	Golongan Senyawa
1	Puncak 1	10.258	0.46	136	α -pinen	Monoterpen
2	Puncak 2	12.314	2.48	136	Miecen	Monoterpen
3	Puncak 3	13.888	94.96	136	Limonene	Monoterpen
4	Puncak 4	27.595	1.01	204	Germacren D	Seskuitepen
5	Puncak 5	30.325	1.09	208	β -asaron	Monoterpen

SIMPULAN

Kandungan senyawa limonen dalam minyak atsiri yang bersumber dari berbagai sampel dapat diisolasi dengan beberapa metode seperti hidrodestilasi, destilasi uap serta destilasi air-uap. Kemudian hasil isolasi dianalisis menggunakan GC-MS untuk mengetahui jenis senyawa beserta kadarnya.

DAFTAR PUSTAKA

- Cahyati Suci, Kurniasih Yeti, & Khery Yusran. (2016). Efisiensi Isolasi Minyak Atsiri dari Kulit Jeruk dengan Metode Destilasi Air-Uap Ditinjau dari Perbandingan Bahan Baku dan Pelarut yang Digunakan. *Jurnal Ilmiah Pendidikan Kimia "Hydrogen,"* 4(2), 103–110.
- Guenther E. (1987). *Minyak Atsiri*. Universitas Indonesia.
- Helmina Br. Sembiring. (2018). Aktivitas Antibakteri dan Antioksidan Minyak Atsiri Daun Asam Jungga (Citrus jambhiri Lush). *Chimica et Natura Acta,* 6(1), 19–24.
- Kurniawan Adityo, Kurniawan Chandra, Indraswati Nani, & Mudjijati. (2008). Ekstraksi Minyak Kulit Jeruk dengan Metode Distilasi, Pengepresan dan Leaching. *Jurnal Ilmiah Widya Teknik,* 7(1), 15–24.
- Lutony Tony Luqman, & Rahmayati Yeyet. (1994). *Produksi dan Perdagangan Minyak Asiri* (Vol. 1). Penebar Swadaya.
- Rachmi Widya, Zamri Adel, & Yuharmen. (2014). Perbandingan Isolasi Minyak Atsiri Biji Pala Cara Hidrodestilasi Konvensional dan Microwave serta Uji Aktivitas Antibakteri dan Antioksidan. *JOM FMIPA,* 1(2), 335–343.
- Saputra K. A, Puspawati Ni Made, & Suirta I Wayan. (2017). Kandungan Kimia Minyak Atsiri dari Kulit Buah Jeruk Bali (Citrus maxima) serta Uji Aktivitas Antibakteri terhadap Staphylococcus aureus dan Escherichia coli. *Jurnal Kimia,* 1(1), 58–62.
- Sastrohamidjojo H. (2004). *Kimia Minyak Atsiri*. Gajah Mada University Press.
- Sugiantoro, Jayuska Afghani, & Alimuddin Andi Hairil. (2016). Biotransformasi Limonen dari Minyak Atsiri Kulit Jeruk Pontianak Menggunakan Jamur Rhizopus Oligosporus dalam Media Air Kelapa. *JKK,* 5(3), 40–44.