PEMBUATAN MIKROKAPSUL MINYAK JERUK (*Citrus aurantifolia*) UNTUK APLIKASI PADA PENYEMPURNAAN TEKSTIL

PREPARATION OF *Citrus aurantifolia* OIL MICROCAPSULES FOR APPLICATION IN TEXTILE FINISHING

Tatang Wahyudi¹, Agus Surya Mulyawan¹, Cica Kasipah¹, Untung Prayudie¹, Euis Julaha²

¹Balai Besar Tekstil
E-mail: texirdti@bdg.centrin.net.id

²Fakultas MIPA UNPAD
E-mail: fmipa@unpad.ac.id

Tanggal diterima: 8 Maret 2017, direvisi: 4 Oktober 2017, disetujui terbit: 2 November 2017

ABSTRAK

Pada penelitian ini telah dilakukan destilasi minyak kulit jeruk nipis (*Citrus aurantifolia*) dengan menggunakan alat hidrodestilasi *Stahl* dan pembuatan mikrokapsulnya menggunakan polimer etil selulosa. Metode pembuatan mikrokapsul yang digunakan adalah difusi solven-emulsi/*coacervation*, dengan memvariasikan rasio minyak terhadap air (*o/w*) dan rasio *core/shell* sementara penggunaan jumlah emulsifier tween 80 dan PVA masing-masing sebesar 2% dan 0,8%. Karakterisasi minyak jeruk nipis dilakukan menggunakan GC-MSD dan spektrofotometer, sedangkan morfologi mikrokapsul menggunakan SEM. Hasil percobaan menunjukkan bahwa minyak kulit jeruk nipis mengandung komponen utama 1-limonen dengan serapan maksimum teramati pada $\lambda = 296$ nm. Kondisi percobaan optimum pembuatan mikrokapsul tercapai pada rasio *o/w* = 1:20 dan rasio *core/shell* = 2:1,5. Ukuran mikrokapsul minyak jeruk nipis sangat random berkisar 17,9 hingga 120,6 μm .

Kata kunci: Mikrokapsul, etil selulosa, minyak jeruk nipis, *coacervation*

ABSTRACT

Isolation of lime peel oil (Citrus aurantifolia) using Stahl hydrodistillation and its microencapsulated form with ethyl cellulose have been conducted. The method used in microcapsules fabrication was emulsion solvent diffusion/ coacervation, by varying the ratio of oil to water (o / w) and the ratio of core / shell while the amount of the emulsifier tween 80 and PVA were 2% and 0.8% respectively. Lime peel oil characterization was performed using GC-MSD and spectrometer UV-Vis, while the morphology of microcapsules using SEM. The results showed that the lime peel oil contains 1-limonene as main component and its maximum absorption was observed at $\lambda = 296$ nm. The optimum conditions of microencapsulation process were achieved in ratio o / w = 1:20 and ratio of core / shell = 2 : 1.5. The size of lime oil microcapsules very random ranged from 17.9 to 120.6 μm .

Keywords: Microcapsule, ethyl cellulose, lime peel oil, *coacervation*

PENDAHULUAN

Penggunaan material/ bahan kimia terkapsulasi untuk proses penyempurnaan tekstil beberapa dekade belakangan ini telah berkembang dengan tujuan untuk menghasilkan tekstil dan produk tekstil dengan performa serta fungsi tertentu yang dapat dimanfaatkan oleh konsumen. Pembuatan tekstil yang beraroma wewangian banyak dikembangkan dalam memenuhi gaya hidup dan kesehatan manusia. Disamping memberikan wangi, zat pewangi tersebut juga mempunyai fungsi medis yang biasanya disebut aromaterapi. ¹ Jenis wewangian yang digunakan dalam proses finishing

tekstil antara lain seperti minyak bunga ros, lavender, minyak jeruk dan lain-lain.

Zat pengharum tekstil seperti minyak bunga mawar, lavender, minyak jeruk dan lain-lain yang digunakan banyak terdapat di alam yakni berasal dari tumbuhan yang berupa minyak atsiri (*essential oil*). Minyak atsiri merupakan campuran senyawa aroma volatile kompleks yang dihasilkan oleh tanaman tertentu sebagai metabolit sekunder, yang secara kimia tersusun atas senyawa mono dan seskuiterpen serta polipropenoid aromatik. Minyak atsiri disintesis oleh tumbuhan melalui jalur asam mevalonat untuk senyawa terpen, sedangkan

polipropanoid melalui jalur asam sikimat (*shikimic acid*). Tumbuhan yang menghasilkan minyak atsiri diantaranya jeruk, pepermin, kayu manis, kayu putih dan lain-lain.^{2,3}

Penambahan zat pewangi ke dalam tekstil telah lama dilakukan dalam bentuk kondisioner yang ditambahkan pada proses pencucian atau pengeringan kain, namun demikian cara seperti ini memberikan efek wangi yang relatif tidak lama berkisar satu sampai dua kali pencucian saja.⁴ Zat pewangi yang bersifat volatil akan cepat hilang, oleh sebab itu para peneliti tertarik untuk mencari cara agar dapat mengontrol zat pewangi pada tekstil tidak cepat hilang. Pada saat ini salah satu teknik yang banyak dikembangkan adalah mikroenkapsulasi. Mikroenkapsulasi adalah sebuah teknik pengemasan zat aktif/ zat pewangi sedemikian rupa sehingga menjadi tersalut oleh suatu polimer tertentu, sehingga zat aktif/ pewangi tersebut dapat keluar secara terkontrol dan perlahan-lahan (*time release*).^{5,6,7} Karakteristik mikropartikel yang dihasilkan sangat bergantung pada sifat bahan polimer kulit kapsul yang digunakan. Polimer kulit kapsul harus stabil, inert terhadap bahan yang dikapsulasikan (*core*), tidak higroskopik serta mampu membentuk film yang bersifat kohesif terhadap *core* dengan kekuatan, fleksibilitas, stabilitas dan sebagainya sesuai dengan yang diinginkan.⁸

Pada penelitian ini telah dilakukan pembuatan mikrokapsul minyak jeruk nipis (*Citrus aurantifolia*). Sebagai bahan kulit (*shell*) kapsul digunakan polimer etil selulosa. Minyak jeruk nipis dipilih dikarenakan minyak ini disamping berbau harum menyegarkan, juga cukup banyak dilaporkan mempunyai aktivitas mengusir serangga, sedangkan etil selulosa merupakan polimer selulosa yang mempunyai kompatibilitas yang baik jika digunakan bersama-sama dengan resin atau *crosslinking agent* yang biasa digunakan dalam proses penyempurnaan tekstil. Teknik mikroenkapsulasi yang digunakan dalam penelitian ini adalah cara *coacervation*, mengingat teknik ini merupakan teknik enkapsulasi yang paling sederhana untuk dikerjakan dibandingkan dengan teknik enkapsulasi lainnya. Ruang lingkup penelitian meliputi isolasi minyak dari kulit jeruk nipis serta karakterisasi mikrokapsul yang dihasilkan.

METODE

Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini meliputi kulit jeruk nipis untuk diisolasi minyaknya sebagai bahan *core* kapsul dan bahan kimia seperti etil selulosa ethocel (produk HIMEDIA) viskositas 18-24 cP sebagai bahan kulit (*shell*) kapsul, polivinil alkohol (PVA) teknis, emulsifier *tween 80* teknis serta pelarut etil asetat teknis.

Peralatan

Peralatan utama yang digunakan meliputi alat destilasi *Stahl*, pengaduk magnetik, alat filtrasi merk miliphore, GCMSD merk Agilent tipe 7890A/5975C, *scanning electron microscopy* (SEM) merk JEOL tipe JSM-6510, spektrometer UV-Vis merk Perkin-Elmer tipe Lambda 35.

Prosedur

Preparasi minyak jeruk nipis

Minyak kulit jeruk nipis (*C. Aurantifolia*) diperoleh melalui proses penyulingan secara destilasi uap menggunakan metode *Stahl*. Pertama-tama buah jeruk nipis dicuci dengan alkohol untuk menghilangkan insektisida dan fungisida yang mungkin terdapat pada permukaan kulitnya, kemudian dibilas dengan air sampai bersih.. Selanjutnya buah jeruk nipis dikupas untuk memisahkan kulitnya. Kulit jeruk nipis yang telah dipotong-potong berukuran ± 2 cm sebanyak 500 gram didestilasi uap selama 8 jam. Minyak yang diperoleh ditampung dalam botol gelas bertutup rapat dan disimpan di lemari pendingin.

Karakterisasi minyak jeruk nipis

Minyak jeruk nipis dikarakterisasi meliputi berat jenis menggunakan piknometer, indeks bias dengan refraktometer dan panjang gelombang maksimum, λ_{maks} menggunakan spektrometer UV-Vis. Komponen kimia minyak jeruk dianalisis menggunakan GCMSD dengan kolom kapiler DB 35ms dengan panjang 30 m, diameter kolom 0,25 mm dengan ketebalan film fasa cair 0,25 mikron. Analisis berlangsung dengan pemrograman temperatur dari 50-250°C dengan kecepatan kenaikan temperatur 3,5°C/menit, temperatur injektor 250°C, dan jumlah minyak yang diinjeksikan sebanyak 1 μ L.

Pembuatan mikrokapsul minyak jeruk nipis

Pembuatan mikrokapsul minyak jeruk nipis dilakukan dengan cara yang telah dilakukan oleh Wang dkk. (2009) terdiri 2 tahap proses yaitu proses pembuatan emulsi minyak jeruk nipis dalam air (O/W) dan proses pembentukan mikrokapsul minyak jeruk nipis.¹

Pada tahap proses pembuatan larutan emulsi O/W, etil selulosa dilarutkan dalam pelarut etilasetat dengan perbandingan tertentu dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* hingga larut. Kemudian tambahkan sejumlah volume jeruk nipis dan aduk kembali hingga bercampur homogen. Larutan ini dinamakan larutan fasa minyak. Larutkan sejumlah polivinil alkohol (PVA) dalam pelarut air yang telah dijenuhkan dengan etilasetat (10 %), kemudian tambahkan emulsifier Tween 80. Larutan ini dinamakan larutan fasa air. Masukkan larutan fasa minyak ke dalam larutan fasa air secara perlahan-lahan sambil terus diaduk.

Rasio fasa minyak terhadap fasa air divariasikan dari mulai 1;10; 1:15; 1:20; dan 1:25. Sedangkan variasi rasio minyak jeruk (*core*) terhadap kulit kapsul nya (*shell*) etil selulosa adalah: 2:1; 2:1,5; 2:2; dan 2:2,5.

Proses pembentukan mikrokapsul dilakukan dengan cara memasukkan larutan emulsi O/W secara perlahan-lahan ke dalam air secara bertahap sambil terus dilakukan pengadukan dengan menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan konstan. Secara perlahan akan tampak deposit mikrokapsul minyak jeruk nipis yang berwarna putih. Kemudian dilakukan penyaringan menggunakan kertas saring dan pencucian terhadap mikrokapsul dengan menggunakan air.

Pengamatan mikrokapsul menggunakan SEM

Terhadap mikrokapsul hasil percobaan dilakukan pengamatan morfologinya dengan menggunakan *scanning electron microscope* (SEM). Sedikit sampel mikrokapsul hasil percobaan diletakkan di atas permukaan *sample holder* yang terbuat dari logam kuningan, kemudian dilakukan proses coating/ pelapisan menggunakan logam platina, maka sampel siap diamati dengan SEM. Proses pengamatan dengan SEM dilakukan pada 5kV dan perbesaran dibawah 100 X.

Penentuan kapasitas *oil content* mikrokapsul

Kapasitas *oil content* mikrokapsul ditentukan dengan cara menimbang sejumlah mikrokapsul, kemudian dimasukkan ke dalam mortar dan ditambahkan sejumlah volume etanol lalu digerus, dan didiamkan beberapa saat kemudian saring dengan menggunakan kertas saring. Filtrat diukur dengan spektro UV-Vis pada λ_{maks} minyak jeruk nipis. Kemudian nilai absorban yang diperoleh diplotkan ke dalam kurva kalibrasi absorban terhadap konsentrasi minyak jeruk nipis yang telah dibuat sebelumnya.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Karakteristik minyak jeruk nipis

Proses preparasi minyak kulit jeruk nipis dengan menggunakan teknik penyulingan hidrodestilasi menggunakan metode Sthal. Karakterisasi minyak jeruk nipis hasil destilasi dapat dilihat pada Tabel 1. Minyak atsiri yang dihasilkan memiliki kualitas cukup baik. Secara organoleptis minyak yang dihasilkan berwarna kuning agak kehijauan serta berbau sangat harum. Rendemen minyak atsiri yang diperoleh sebesar 0,83%. Hasil penentuan berat jenis destilat minyak jeruk nipis pada 25°C adalah 0,8549 dan indeks biasnya 1,4756. Dengan demikian minyak jeruk nipis hasil destilasi memiliki kualitas tergolong baik apabila dibandingkan terhadap persyaratan mutu nya, dimana nilai berat jenis minyak jeruk yang baik berkisar 0,854 – 0,859, sedangkan nilai indeks

bias minyak kulit jeruk nipis yang baik berkisar 1,4750 – 1,4770 pada temperatur 20 °C.⁹

Tabel 1. Karakteristik minyak jeruk nipis

Parameter	Nilai/deskripsi
Warna	Kuning kehijauan
Rendemen	0,83%
Berat jenis (25°C)	0,8549
Indeks bias	1,4756

Gambar 1 adalah hasil *scanning* minyak kulit jeruk nipis menggunakan spektrometer UV-Vis. Proses *scanning* dilakukan pada rentang panjang gelombang 200 – 700 nm. Tampak teramati bahwa minyak kulit jeruk nipis mempunyai serapan maksimum pada panjang gelombang 296 nm.

Analisis minyak jeruk nipis

Susunan kimia dan mutu minyak atsiri dapat bervariasi, tergantung dari kondisi iklim dan tanah tempat tumbuh, tingkat kematangan, perbedaan cara penyulingan yang digunakan dan lamanya penyimpanan. Varietas yang sama, lingkungan yang berlainan akan mempengaruhi rendemen minyak dan dengan sendirinya susunan minyak pun akan berbeda.

Minyak atsiri mengandung sejumlah senyawa kimia hidrokarbon, alkohol, ester, aldehida, keton, oksida lakton, kadang-kadang senyawa nitrogen dan sulfur, dan senyawa nonvolatil. Komposisi kimia minyak atsiri selain ditentukan oleh kondisi lingkungan juga dapat dipengaruhi oleh faktor genetik yang akan menghasilkan sistem enzim yang khas pada pengaturan kelenjar⁹.

Untuk mengetahui konstituen penyusun minyak atsiri kulit jeruk tersebut maka minyak atsiri diinjeksikan ke dalam alat paduan kromatografi gas-spektroskopi massa (GC-MSD). Hasil pengukuran GCMSD terlihat pada Gambar 2 dan Tabel 1. Berdasarkan *data base*/NIST11.L yang terdapat pada alat GC-MSD yang digunakan pada pengukuran ini diperoleh konstituen penyusun minyak kulit jeruk nipis (*C. aurantifolia*) seperti ditunjukkan pada Tabel 2. Dari Tabel 2 terlihat bahwa dalam minyak jeruk nipis terkandung berbagai komponen kimia. Empat komponen utama penyusun minyak atsiri kulit jeruk nipis (*C. aurantifolia*) berturut-turut adalah D-Limonen (tr = 10,445'; 38,94%), β -pinen (tr = 8,334'; 26,66%), α -terpineol (18,697'; 8,29%), dan terpinen-4-ol (17,689'; 4,32) sedangkan komponen kimia lainnya mempunyai luas puncak di bawah 5%. Hampir semua minyak atsiri kulit buah jeruk nipis mengandung komponen utama limonen dan β -pinen seperti yang dilaporkan oleh Simas *et al.* (2017) dengan komposisi empat komponen utama yaitu D-limonen (31,1%), γ -terpinen (10,8%), geranial

(9,6%), dan β -pinen (8,5%). Sedangkan Foud H. A., *et al* (2017) melaporkan D-limonen (38,9%), β -

pinen (10,2%), p-mertha (5,7%), dan γ -terpineol (5,2%).

Gambar 1. Hasil penentuan λ_{maks} minyak jeruk nipis menggunakan spectrometer UV-Vis

Pembuatan mikrokapsul minyak jeruk nipis

Dalam pembuatan mikrokapsul minyak jeruk nipis yang dilakukan banyak variable yang berpengaruh terhadap mikrokapsul yang dihasilkan seperti pengaruh ratio fasa minyak terhadap fasa air, rasio minyak (*core*) terhadap kulit kapsul (*shell*), jumlah emulsifier dan pengadukan.

Ratio fasa minyak terhadap fasa air merupakan variable yang sangat penting dalam pembuatan mikrokapsul. Pada penelitian ini pembuatan mikrokapsul etil selulosa dilakukan pada kecepatan pengadukan tetap yakni 600 rpm dan jumlah emulsifier sebesar 1%, sedangkan ratio fasa minyak terhadap fasa air divariasikan dari mulai 1:10; 1:15; 1:20; dan 1:25. Pada ratio o/w 1:10 kapasitas pengisian kapsul (*oil content*) berkisar 40% kemudian meningkat hingga rasio fasa minyak dan fasa air = 1 : 20, sedangkan pada rasio o/w 1:25 kapasitas pengisian kapsul kembali turun, hal ini kemungkinan disebabkan pada kondisi ini ukuran butiran-butiran minyak yang terbentuk dalam sistem emulsi akan semakin kecil sehingga kandungan jumlah minyak dalam mikrokapsul akan semakin berkurang pula. Sebaliknya apabila fasa minyak terlalu besar maka fasa minyak tersebut akan sulit teremulsi dengan baik dalam fasa air, butir-butir minyak dalam sistem emulsi sulit untuk menyebar dalam fasa air atau akan terjadi proses

coalescence, yaitu penyatuan kembali butir-butir minyak membentuk ukuran yang lebih besar lagi.¹ Pada percobaan ini ratio fasa minyak terhadap fasa air optimal yang terjadi adalah pada ratio 1:20. Pada kondisi tersebut kapasitas pengisian kapsul (*loading capacity*) adalah sebesar 45 % (Gambar 3).

Pengamatan terhadap ratio minyak jeruk (*core*) terhadap kulit kapsul nya (*shell*) dalam hal ini etil selulosa telah dilakukan dengan cara memvariasikan mulai dari 2:1; 2:1,5; 2:2; dan 2:2,5. Hasil percobaannya dapat dilihat pada Gambar 4. Tampak bahwa pada rasio *core/shell* 2:1, yang berarti jumlah minyak lebih besar dari bahan kulit kapsulnya menunjukkan nilai kandungan minyak dalam mikrokapsul sebesar 40%, sedangkan pada rasio *core/shell* 2:1,5 kandungan minyak mikrokapsul menunjukkan adanya peningkatan hingga mejadi 45%. Namun demikian penambahan jumlah bahan kulit kapsul etil selulosa berikutnya menunjukkan nilai kandungan minyak yang kembali menurun.hal ini dikarenakan peningkatan jumlah bahan kapsul etil selulosa akan mempengaruhi terhadap ketebalan kulit kapsul yang terbentuk sehingga efesiensi mikroenkapsulasinya menjadi menurun. Hasil percobaan menunjukkan rasio *core/shell* = 2 : 1,5 adalah yang optimal.

Gambar 2. Kromatogram minyak kulit jeruk

Tabel 2. Komposisi kimia minyak atsiri kulit jeruk nipis (*C. aurantifolia*)

No.	tr (menit)	Luas (%)	Nama senyawa	Kualitas
1.	6,326	2,79	(1R)-2,6,6-trimetilbisiklo[3.1.1] hept-2-ena	96
2.	8,334	26,66	β-Pinen	95
3.	8,534	0,92	β-Mirsen	91
4.	10,445	38,94	D-Limonen	96
5.	10,571	0,94	β-Phellandren	91
6.	10,846	1,88	o-Simen	97
7.	13,707	1,67	1,6-Oktadien-3-ol, 3,7-dimetil-	97
8.	17,689	4,32	Terpinen-4-ol	95
9.	18,697	8,29	α-Terpineol	86
10.	19,475	0,88	2,6-Oktadien-1-ol, 3,7-dimethyl-, (Z)	96
11.	20,716	1,26	Geraniol	97
12.	21,105	2,61	2,6-Oktadienal, 3,7-dimethyl-, (Z)	93
13.	22,427	3,61	Sitral	96
14.	24,258	0,65	Sikloheksan, 1-etenil-1-metil-2, 4-bis(1-metiletenil)-, [1S- (1α,2β,4β)]-	91
15.	25,403	1,05	Bisiklo[3.1.1]hept-2-ena, 2,6- dimetil-6-(4-metil-3-pentenil)-	97
16.	25,517	2,57	Geraniol acetate	74
17.	28,618	0,98	β-Bisabolen	93

Morfologi mikrokapsul

Hasil karakterisasi mikrokapsul menggunakan *scanning electron microscope* (SEM)

dengan perbesaran 65 kali dapat dilihat pada Gambar 5. Tampak mikrokapsul minyak jeruk nipis berbentuk bulat, dimana ukuran partikel

mikrokapsul pada kondisi optimum pembuatannya memperlihatkan ukuran yang beragam dimana ukuran mikrokapsul terkecil 17,9 μm sedangkan yang terbesar berukuran 120,6 μm .

Gambar 3. Kandungan minyak jeruk dalam mikrokapsul terhadap variasi ratio minyak/air (O/W)

Gambar 4. Kandungan minyak jeruk dalam mikrokapsul terhadap variasi rasio core/shell.

Pada penelitian ini dilakukan pula percobaan awal pencelupan contoh kain katun ke dalam larutan mikrokapsul tanpa bantuan binder. Pengamatan terhadap contoh kain yang telah mengalami perlakuan dengan mikrokapsul tersebut dengan menggunakan SEM dapat dilihat pada Gambar 6. Tampak bahwa partikel mikrokapsul kulit jeruk nipis teramati menempel di permukaan contoh kain kapas dengan penyebarannya yang tidak merata. Upaya yang dapat dilakukan dalam meratakan penyebaran mikrokapsul pada permukaan kain kapas dapat dilakukan dengan cara melakukan beberapa kali pengulangan pencelupan. Pengamatan secara visual dan organoleptik terhadap contoh kain hasil percobaan juga tidak memperlihatkan perubahan tekstur sehingga

mikrokapsul hasil sintesis memungkinkan untuk diaplikasikan pada proses penyempurnaan tekstil.

Gambar 5. Hasil pengukuran mikrokapsul minyak jeruk nipis dalam etil selulosa pada perbesaran 65x.

Gambar 6. Hasil pengamatan kain katun yang dicelup dengan larutan mikrokapsul minyak jeruk nipis dalam etil selulosa dengan menggunakan SEM dengan perbesaran 120x.

KESIMPULAN

Dari penelitian yang telah dilakukan diperoleh beberapa kesimpulan bahwa hasil karakterisasi minyak jeruk nipis hasil destilasi dengan GC-MSD menunjukkan bahwa komponen kimia utamanya adalah 1-limonen. Serapan maksimum minyak teramati pada 296 nm. Mikrokapsul minyak jeruk nipis dengan kulit kapsul etil selulosa berhasil disintesis dengan metode *coacervation* pada kondisi rasio fasa minyak terhadap air (o/w) = 1 : 20 dan rasio *core/shell* = 2 : 1,5. Mikrokapsul berukuran random mulai dari 17,9-120,6 μm dengan kandungan minyak rata-rata sebesar 45 %.

PUSTAKA

1. Wang J.M., Zheng W., Song Q.W., Zhu H., & Zhou Y., Preparation and characterization of natural fragrant microcapsules, *Journal of Fiber Bioengineering and Informatics* **1**, 293-299 (2009).
 2. Nerio L.S., Verbel J.O., Stashenko E., Repellent activity of essential oils: review, *Bioresources Technology*. **101**, 372-378 (2010).
 3. *Indonesian essential oils the scents of natural life, Handbook of commodity profile* (Deperindag, 2011).
 4. Nelson G., Application of microcapsulation in textile, *International Journal of Pharmaceutics* **242**, 55-62 (2002).
 5. Jing H., Properties of aroma sustained release cotton fabric with rose fragrance nanocapsule, *Chinese Journal of Chemical Engineering*. **19**, 3, 523-528 (2011).
 6. Masango P., Cleaner production of essential oils by steam distillation, *Journal of Cleaner Production* **13**, 833-839 (2005).
 7. Martins I. M., Barreiro M.F., Coelho M., Rodrigues A. E., Microencapsulation of essential oils with biodegradable polymeric carriers for cosmetic application-review, *Chemical Engineering Journal* **245**, 191-200 (2014).
 8. Ghulam Murtaza, Ethylcellulose Microparticles: A Review, *Acta Poloniae Pharmaceutica - Drug Research* **69**, 11-22 (2012).
 9. Guenther E., *Minyak Atsiri*, Penerbit Universitas Indonesia (1990).
 10. Simas, D.L. R., Amorim, S. H. B. M., Goulart, F. R. V., Alviano, C. S., Alviano, D. S., Silva, A. J. R., Citrus Species Essential Oils and Their Components can Inhibit or Stimulate Fungal Growth in Fruit. *Industrial Crops and Products* **98**, 108-115 (2017).
 11. Foud, H.A., Camara, C. A. B., Chemical Compositions and Bioactivity of Peel Oils from *Citrus aurantifolia* and *Citrus reticulata* and Enantiomers of Theirs Major Constituents against *Sitophilus zeamais* (Coleoptera: curculionidae), *Journal of Stored Products Research* **73**, 30-36 (2017).
-