

PEMURNIAN MINYAK NILAM DAN MINYAK DAUN CENGKEH SECARA KOMPLEKSOMETRI

MA'MUN

Balai Penelitian Tanaman Obat dan Aromatik
Jalan Tentara Pelajar No. 3, Bogor 16111

ABSTRAK

Minyak nilam dan minyak daun cengkeh mempunyai arti penting dalam ekspor minyak atsiri Indonesia, karena kedua jenis minyak atsiri tersebut memiliki volume ekspor tertinggi. Sebagian minyak nilam dan minyak daun cengkeh dihasilkan dari penyulingan yang masih menggunakan ketel penyuling terbuat dari logam besi, sehingga warnanya keruh dan gelap. Keadaan tersebut menyebabkan kedua minyak tersebut sulit diterima dalam perdagangan dan harganya lebih rendah. Minyak yang keruh dan gelap karena kontaminasi dari logam besi dapat dimurnikan dengan cara kompleksometri, yaitu pengikatan logam menggunakan bahan kimia yang disebut bahan pengkelat (*chelating agent*). Penelitian pemurnian minyak nilam dan minyak daun cengkeh yang keruh dan gelap telah dilakukan di Laboratorium Pengolahan Hasil Balai Penelitian Tanaman Rempah dan Obat, Bogor, dari bulan Januari sampai April 2005. Rancangan penelitian yang digunakan adalah rancangan acak lengkap (RAL) dengan 3 perlakuan dan diulang 3 kali. Perlakuan yang diuji terdiri atas (1) jenis bahan pengkelat, yaitu etilen diamin tetra asetat (EDTA), asam sitrat dan asam tartarat; (2) konsentrasi pada masing-masing pengkelat terdiri atas 0,50%; 1,0% dan 1,50%; (3) lama waktu pengadukan yaitu 30; 60 dan 90 menit. Penilaian hasil pemurnian didasarkan pada tingkat kejernihan minyak (%T), kandungan besi (Fe) dan kandungan komponen utama dalam minyak hasil pemurnian. Hasil penelitian menunjukkan bahwa bahan pengkelat, konsentrasi pengkelat maupun lama pengadukan sangat berpengaruh terhadap tingkat kejernihan dan kandungan besi dalam minyak hasil pemurnian. EDTA dapat memurnikan minyak nilam dan minyak daun cengkeh lebih baik dibanding asam sitrat dan asam tartarat. Semakin tinggi konsentrasi pengkelat serta semakin lama waktu pengadukan dapat meningkatkan kejernihan minyak nilam dan minyak daun cengkeh dan menurunkan kandungan besi didalam kedua minyak tersebut. Bahan pengkelat EDTA 1,50% menghasilkan minyak paling jernih serta kadar Fe paling rendah. Pada minyak nilam kadar Fe terendah 17,66 ppm dan pada minyak daun cengkeh 27,16 ppm. Komponen utama dalam minyak nilam yaitu patchouli alkohol dan komponen utama dalam minyak cengkeh yaitu eugenol serta karakteristik lainnya dalam kedua minyak tersebut tidak dipengaruhi oleh perlakuan. Minyak nilam dan minyak daun cengkeh hasil pemurnian tersebut memenuhi persyaratan Standar Nasional Indonesia.

Kata kunci : Nilam, *Pogostemon* spp., cengkeh, *Eugenia aromatica*, minyak nilam, minyak daun cengkeh, prosesing, pemurnian, kompleksometri, patchouli alkohol, eugenol, Jawa Barat

ABSTRACT

Patchouly oil and clove leaf oil purification using complexometry method

Patchouly oil and clove leaf oil have the biggest volume in the total Indonesian essential oil export. Some of the oil is produced using iron metal distilling apparatus. So that, as the result the oil produced is dirty and has dark colour. Its quality is low and its price is lower. Purification of the dirty and dark oil can be carried out using complexometry method, where the iron metals are attached by chelating agent chemical to form the complex compound. The purification experiment was carried out to evaluate the influence of chelating agents (EDTA, citric acid, tartaric acid) their concentration and duration of mixing on the quality of pure oil

produced. Material used was the crude patchouly oil and clove leaf oil from the small distilling industry in Purwokerto, Central Java. The experiment used a completely randomized design, arranged factorially with three replications. Parameters used for evaluating the effect of the treatment were the clearness of the oil, iron (Fe) content, and the main component (patchouly alcohol in patchouly oil, eugenol in clove leaf oil) of oil produced. Experiment was conducted in the Postharvest Technology Laboratory, Research Institute for Spice and Medicinal Crops, Bogor, from January to April 2005. The result of the experiment showed that the best purification method is using EDTA chelating agent of 1.50% concentration. Such a purification method produced the clearest oil and the lowest iron content in purified patchouly oil and clove leaf oil. Meanwhile, the main component content and other characteristics of both oil were not affected by the treatment. Patchouly oil and clove leaf oil of the purification method meet the Indonesian National Standard.

Key words: Patchouly, *Pogostemon* spp., patchouly oil, clove, *Eugenia aromatica*, clove leaf oil, processing, purification, complexometry, patchouli alcohol, eugenol, West Java

PENDAHULUAN

Minyak nilam dan minyak daun cengkeh merupakan dua jenis minyak atsiri yang menempati posisi penting dalam perdagangan, karena kedua minyak tersebut mempunyai volume terbesar dalam ekspor minyak atsiri Indonesia. Menurut BIRO PUSAT STATISTIK (2004), volume ekspor minyak nilam dan minyak daun cengkeh pada tahun 2003 masing-masing 1.200 ton dan 2.500 ton. Minyak atsiri diperoleh dengan cara proses penyulingan.

Sebagian penyulingan minyak nilam dan minyak daun cengkeh masih menggunakan alat penyuling yang terbuat dari logam besi, hal ini menyebabkan minyak nilam dan minyak daun cengkeh yang dihasilkan berwarna gelap dan keruh, karena terjadi reaksi antara logam besi (Fe) dengan minyak (PAYNE, 1964; EOA, 1975; BRAHMANA, 1991 dan RUSLI, 2002). Keadaan tersebut sangat tidak dikehendaki, karena dapat berpengaruh terhadap produk-produk yang dibuat dari kedua jenis minyak tersebut, seperti obat-obatan dan parfum (GUNAWAN, 2002). Di samping itu minyak nilam dan minyak daun cengkeh yang tidak jernih mempunyai nilai jual yang lebih rendah. Menurut KETAREN (1985) dan RUSLI (1991) minyak atsiri yang berwarna gelap dapat dimurnikan dengan cara penyulingan ulang (redistilasi) atau dengan cara pengkelatan, namun menurut RUSLI (2003) metode pengkelatan lebih mudah dan lebih menguntungkan dibanding cara penyulingan ulang.

Pengkelatan merupakan proses pengikatan logam dalam suatu cairan oleh suatu senyawa yang memiliki lebih dari satu pasang elektron bebas. Pengikatan ion logam tersebut menyerupai penjepitan (pengkelatan), senyawa yang menjepit disebut senyawa pengkelat (*chelating agent*) dan ion logam dinamakan ion pusat, karena berada dititik pusat. Mekanisme pengkelatan ini terjadi karena adanya penggunaan elektron bersama (*sharing electron*) antara ion logam dan ion bahan pengkelat, metode tersebut dinamakan metode kompleksometri, karena terbentuknya senyawa kompleks antara logam dengan bahan pengkelat (WERNER, 1984 dan HARYADI, 1994). Senyawa EDTA (etilen diamin tetra asetat), asam sitrat dan asam tartarat merupakan bahan pengkelat yang sering digunakan dalam pemisahan logam dari suatu campuran. MOESTOFA (1990) telah melakukan pemurnian minyak nilam dengan menggunakan EDTA, hasilnya menunjukkan bahwa EDTA 1,0% dapat menghasilkan minyak nilam dengan kejernihan tinggi. KARMELITA (1991) telah melakukan pemurnian minyak daun cengkeh menggunakan asam tartarat, hasilnya menunjukkan bahwa bubuk asam tartarat 4% pada suhu 45°C memberikan hasil paling baik. RUSLI (1991) mencoba membandingkan asam tartarat padatan dan asam tartarat larutan pada pemurnian minyak nilam dan minyak daun cengkeh, hasilnya menunjukkan bahwa larutan asam tartarat dapat menghasilkan minyak nilam dan minyak daun cengkeh lebih jernih dibanding asam tartarat padatan. Akan tetapi MARWATI (2004) melakukan penelitian pemurnian minyak daun cengkeh dengan hasil yang berbeda, yaitu asam sitrat dapat menjernihkan minyak daun cengkeh lebih baik dari pada asam tartarat. Di samping itu penggunaan bahan pengkelat pada pemurnian minyak atsiri lain juga pernah dilakukan. ROHAYATI (1997) melakukan pemurnian minyak akar wangi menggunakan asam sitrat, arang aktif dan bentonit. Hasilnya menunjukkan bahwa penggunaan asam sitrat 2% dapat menghasilkan kejernihan (transmisi) 76%. Sementara itu, RINA (1998) melakukan pemurnian pada minyak kenanga, hasilnya menunjukkan bahwa asam tartarat 4% yang dikombinasikan dengan arang aktif 4% menghasilkan kejernihan (transmisi) 41,68%. Kemampuan asam sitrat dan asam tartarat dalam mengikat ion Fe dari suatu cairan telah dibuktikan juga oleh ABRAHAMSON *et al.* (1994) dan HIROKAWA, (1994).

Pada penelitian ini telah dilakukan pemurnian minyak nilam dan minyak daun cengkeh yang berwarna gelap dan keruh yang dihasilkan dari industri kecil penyulingan dengan metode kompleksometri menggunakan bahan pengkelat EDTA, asam sitrat dan asam tartarat dengan berbagai konsentrasi pada masing-masing pengkelat serta lama pengadukan yang berbeda.

BAHAN DAN METODE

Penelitian dilakukan di Laboratorium Pengolahan Hasil Balai Penelitian Tanaman Rempah dan Obat, pada bulan Maret sampai Oktober 2003. Bahan yang digunakan

adalah minyak nilam dan minyak daun cengkeh yang diperoleh dari penyuling industri kecil di Purwokerto Jawa Tengah. Peralatan penyulingan yang digunakan di tempat tersebut terbuat dari logam besi, sehingga minyak nilam dan minyak daun cengkeh tersebut berwarna gelap dan kotor.

Metode Pemurnian

Percobaan pemurnian menggunakan metode kompleksometri, yaitu pengikatan ion logam yang terkandung didalam minyak oleh bahan pengkelat (*chelating agent*). Perlakuan yang dicoba terdiri dari: bahan pengkelat, konsentrasi pengkelat dan lama pengadukan. Bahan pengkelat yang digunakan adalah garam natrium-etilen diamin tetra asetat (EDTA); asam sitrat dan asam tartarat. Masing-masing pengkelat dilarutkan dalam air dengan 3 taraf konsentrasi : 0,50%; 1,00% dan 1,50%. Lama pengadukan terdiri dari: 30 menit, 60 menit dan 90 menit. Perlakuan yang merupakan kombinasi dari jenis bahan pengkelat, taraf konsentrasi masing-masing pengkelat dan lama pengadukan di rancang secara acak lengkap faktorial dengan 3 ulangan.

Proses Pemurnian

Minyak nilam atau minyak daun cengkeh sebanyak 100 ml dimasukkan dalam piala gelas, ditambah dengan larutan pengkelat (EDTA; asam sitrat; asam tartarat) dengan masing-masing konsentrasi (0,50%; 1,0%; 1,50%), kemudian diaduk dengan pengaduk listrik (30; 60; 90 menit). Selanjutnya cairan dipindahkan ke dalam corong pemisah, dibiarkan sampai terjadi pemisahan antara lapisan minyak dan lapisan air. Lapisan minyak disaring dengan kertas saring, ditempatkan dalam botol yang bersih dan kering, selanjutnya dilakukan analisis, meliputi kejernihan, kadar Fe dan kadar komponen utama.

Penilaian Hasil Pemurnian

Penilaian hasil pemurnian didasarkan pada tingkat kejernihan minyak setelah pemurnian yang dinyatakan dalam kadar transmisi (%T), kandungan logam besi (Fe) dalam minyak setelah pemurnian dan kandungan komponen utama dalam minyak setelah pemurnian.

Analisis Minyak Nilam dan Minyak Daun Cengkeh setelah Pemurnian

1. Pengukuran kejernihan (%T), dilakukan dengan alat spektrofotometer pada panjang gelombang 520 nm.

2. Penentuan kadar besi (Fe), menggunakan alat spektrofotometer serapan atom (AAS).
3. Pengukuran kadar komponen utama dalam minyak nilam (patchouli alkohol), dalam minyak daun cengkeh (eugenol), menggunakan metode kromatografi gas.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Karakteristik Minyak Nilam dan Minyak Daun Cengkeh Sebelum Pemurnian

Pada Tabel 1 dan Tabel 2 ditampilkan karakteristik minyak nilam dan minyak daun cengkeh sebelum pemurnian serta persyaratan mutu menurut Standar Nasional Indonesia (SNI). Terdapat perbedaan karakteristik yang jelas antara minyak nilam sebelum pemurnian dengan mutu yang dipersyaratkan oleh SNI terutama pada warna, kejernihan, putaran optik dan kadar besi di dalam minyak.

Warna minyak yang gelap menyebabkan tingkat kejernihan minyak sangat rendah, dan hal ini disebabkan oleh kandungan besi yang tinggi. Menurut Brahmana (1991), warna gelap pada minyak nilam disebabkan oleh kandungan besi. Rusli (2002) berpendapat bahwa kontaminasi oleh besi terjadi selama proses penyulingan yang menggunakan ketel yang terbuat dari logam besi, seperti drum atau plat besi.

Tabel 1. Karakteristik minyak nilam
Table 1. Characteristics of patchouly oil

Karakteristik <i>Characteristics</i>	Hasil <i>Result</i>	Standar Nasional Indonesia <i>Indonesian National Standard</i>
Warna <i>Colour</i>	Cokelat tua <i>Dark brown</i>	Kuning muda jernih <i>Light yellow clearly</i>
Kejernihan (%T) <i>Clearness (%T)</i>	10,5	-
Berat jenis, 25°/25°C <i>Specific gravity at 25°/25°C</i>	0,9750	0,943 – 0,983
Indeks bias, 25°C <i>Refractive index at 25°C</i>	1,5410	1,520 – 1,550
Putaran optik <i>Optical rotation</i>	Gelap <i>Dark</i>	(- 44°) – (- 66°)
Kelarutan dalam alkohol 90% <i>Solubility in 90% alcohol</i>	Larut jernih 1:2 <i>Clearly soluble 1:2</i>	Larut jernih 1 : 1 <i>Clearly soluble 1:1</i>
Bilangan asam <i>Acid number</i>	3,80	Maksimum 5,0
Bilangan ester <i>Ester number</i>	6,75	Maksimum 10,0
Kadar patchouli alkohol, %GC <i>Patchouly alcohol content, % GC</i>	34,20	Minimum 31,0
Kadar besi, % <i>Fe content, %</i>	400,10	Maksimum 25,0

Tabel 2. Karakteristik minyak daun cengkeh
Table 2. Characteristics of clove leaf oil

Karakteristik <i>Characteristics</i>	Hasil <i>Result</i>	Standar Nasional Indonesia <i>Indonesian National Standard</i>
Warna <i>Colour</i>	Hitam keruh <i>Black dirty</i>	Kuning muda <i>Light yellow</i>
Kejernihan (%T) <i>Clearness (%T)</i>	5,2	-
Berat jenis, 25°/25°C <i>Specific gravity at 25°/25°C</i>	1,0282	1,025 – 1,049
Indeks bias, 25°C <i>Refractive index at 25°C</i>	1,5284	1,528 – 1,535
Putaran optik <i>Optical rotation</i>	Gelap <i>Dark</i>	-
Kelarutan dalam alkohol 90% <i>Solubility in 90% alcohol</i>	Larut jernih 1:2 <i>Clearly soluble 1:2</i>	Larut jernih 1:2 <i>Clearly soluble 1:2</i>
Kadar eugenol, %GC <i>Eugenol content, %GC</i>	85	Minimum 78
Kadar besi, ppm <i>Fe content, ppm</i>	386	Maksimum 25

Menurut Essential Oils Association (EOA, 1975) minyak cengkeh akan berubah warna dari kuning muda menjadi coklat atau ungu bila terkena ion besi. Sementara SASTROHAMIDJOYO (2002) mengemukakan bahwa warna gelap pada minyak daun cengkeh disebabkan adanya reaksi antara senyawa eugenol dengan unsur besi membentuk senyawa berwarna hitam coklat. Sama halnya dengan minyak nilam, karakteristik minyak cengkeh pun sangat berbeda dengan persyaratan SNI. Ion besi dapat memacu reaksi oksidasi pada ikatan rangkap terkonyugasi yang terdapat pada senyawa eugenol dalam minyak cengkeh menghasilkan senyawa kromofor pembentuk warna dari gugus $>C=C<$ atau $>C=C$ (PAYNE, 1964). Senyawa eugenol merupakan komponen utama dalam minyak daun cengkeh (GUENTHER, 1950; LEUNG, 1980; MASADA, 1985). Warna gelap menyebabkan rendahnya kejernihan serta nilai putaran optik yang tidak terukur. Baik pada minyak nilam maupun minyak daun cengkeh, parameter-parameter berat jenis, indeks bias, kelarutan dalam alkohol serta kadar senyawa utama (patchouli alkohol dan eugenol) dalam minyak tidak jauh berbeda dengan persyaratan yang ditentukan SNI. Warna dan kekeruhan merupakan parameter yang mudah tampak, oleh karena itu keduanya sangat mempengaruhi penerimaan konsumen dan dapat menurunkan mutunya.

Kejernihan Minyak

Kejernihan merupakan parameter utama yang ingin dicapai oleh proses pemurnian karena kejernihan merupakan indikator yang menunjukkan tinggi rendahnya kandungan bahan pengotor di dalam minyak nilam maupun

minyak daun cengkeh. Pemurnian minyak nilam dengan perlakuan jenis dan konsentrasi bahan pengkelat serta lama pengadukan, dari hasil analisis sidik ragam menunjukkan bahwa jenis pengkelat dan konsentrasi pengkelat serta interaksi kedua perlakuan tersebut berpengaruh sangat nyata terhadap kejernihan minyak nilam maupun minyak daun cengkeh (Tabel 3), sementara lama pengadukan tidak berpengaruh terhadap kejernihan minyak nilam. Uji BNT menunjukkan bahwa EDTA dapat menghasilkan kejernihan minyak nilam lebih tinggi dibanding asam sitrat maupun asam tartarat, di samping itu semakin tinggi konsentrasi masing-masing bahan pengkelat semakin tinggi pula kejernihan minyak yang dihasilkan. Kombinasi perlakuan terbaik (dapat menghasilkan kejernihan minyak nilam paling tinggi) adalah bahan pengkelat EDTA pada konsentrasi 1,50% dengan hasil tingkat kejernihan (%T) minyak nilam 88,86 sementara kejernihan minyak nilam sebelum pemurnian menunjukkan angka %T 10,5. PAYNE (1964) mengatakan bahwa ion logam selain secara langsung dapat menimbulkan warna, juga dapat memacu reaksi oksidasi yang menghasilkan senyawa pembentuk warna dari gugus $>C=C<$ atau $>C=O$ dengan ikatan rangkap yang terkonyugasi.

Berbeda dengan minyak nilam, kejernihan minyak daun cengkeh sebelum pemurnian hanya menunjukkan angka transmisi 5,20 %. Pada pemurnian minyak daun cengkeh, disamping jenis pengkelat, konsentrasi pengkelat serta interaksi keduanya, lama pengadukan juga berpengaruh sangat nyata terhadap tingkat kejernihan minyak daun cengkeh yang dihasilkan (Tabel 4). Uji BNT menunjukkan bahwa bahan pengkelat EDTA menghasilkan minyak daun cengkeh lebih jernih daripada asam sitrat maupun asam tartarat. Semakin tinggi konsentrasi pada masing-masing pengkelat juga meningkatkan kejernihan minyak daun cengkeh, demikian pula dengan lama pengadukan, semakin lama pengadukan pada proses pemurnian, minyak daun cengkeh yang dihasilkan semakin jernih. Kejernihan tertinggi minyak daun cengkeh setelah pemurnian mencapai 94,67%, dihasilkan pada perlakuan EDTA dengan konsentrasil 1,50% dan lama pengadukan 90 menit.

Tabel 3. Pengaruh interaksi jenis pengkelat dan konsentrasi pengkelat terhadap kejernihan minyak nilam

Table 3. The interaction between chelating agent and its concentration on the clearness of patchouly oil

Jenis pengkelat Chelating agent	Konsentrasi pengkelat, % Concentration, %	Kejernihan minyak nilam, %T Clearness %T
EDTA	0,5	82,73 d
	1,0	85,62 b
	1,5	88,86 a
Asam sitrat Citric acid	0,5	83,00 d
	1,0	85,04 c
	1,5	86,02 b
Asam tartarat Tartaric acid	0,5	78,49 f
	1,0	81,43 e
	1,5	82,61 d
KK CV (%)		0,55

Keterangan : Angka yang diikuti huruf yang sama tidak berbeda nyata pada taraf 5% DMRT

Note : Numbers followed by the same letters are not significantly different at 5% level DMRT

Tabel 4. Pengaruh interaksi jenis pengkelat dan konsentrasi pengkelat terhadap kejernihan minyak daun cengkeh

Table 4. The interaction between chelating agent and its concentration on the clearness of clove leaf oil

Jenis pengkelat Chelating agent	Konsentrasi pengkelat, % Concentration, %	Kejernihan minyak nilam, %T Clearness %T
EDTA	0,5	87,41 e
	1,0	92,08 b
	1,5	94,67 a
Asam sitrat Citric acid	0,5	87,30 e
	1,0	88,83 d
	1,5	90,50 c
Asam tartarat Tartaric acid	0,5	81,09 h
	1,0	82,58 g
	1,5	85,76 f
KK CV (%)		0,46

Keterangan : Angka yang diikuti huruf yang sama tidak berbeda nyata pada taraf 5% DMRT

Note : Numbers followed by the same letters are not significantly different at 5% level DMRT

Kandungan Fe dalam Minyak Nilam dan Minyak Daun Cengkeh Hasil Pemurnian

Logam Fe merupakan penyebab keruhnya minyak nilam dan minyak daun cengkeh, oleh karena itu keberadaannya di dalam minyak tersebut harus dikurangi serendah mungkin. Kandungan Fe dalam minyak nilam dan minyak daun cengkeh sebelum pemurnian masing-masing 400,10 ppm dan 386,0 ppm. Pengkelatan oleh EDTA, asam sitrat dan asam tartarat bertujuan untuk menurunkan konsentrasi Fe tersebut di dalam minyak, sehingga kandungan Fe yang masih tersisa menjadi rendah. Hasil analisis sidik ragam menunjukkan bahwa pada pemurnian minyak nilam, perlakuan jenis pengkelat, konsentrasi pengkelat dan lama pengadukan serta interaksi ketiga perlakuan tersebut berpengaruh sangat nyata terhadap penurunan kadar Fe dalam minyak nilam (Table 5). Selanjutnya uji BNT menunjukkan bahwa EDTA menghasilkan minyak dengan kandungan Fe paling rendah, kemudian disusul berturut-turut oleh asam sitrat dan asam tartarat. EDTA mempunyai kemampuan yang lebih besar dalam mengikat Fe dibanding asam sitrat maupun asam tartarat, hal ini disebabkan pada EDTA terdapat 6 pasang elektron bebas yang berasal dari gugus $C=O$ dan atom N. Asam sitrat hanya memiliki 3 pasang elektron bebas, sementara asam tartarat hanya mempunyai 2 pasang elektron bebas (WERNER, 1984).

Di samping itu, semakin tinggi konsentrasi pengkelat dan semakin lama pengadukan, dapat menurunkan kandungan logam Fe di dalam minyak nilam. Kandungan Fe terendah yang dapat dicapai pada minyak nilam adalah 17,66 ppm dihasilkan oleh kombinasi perlakuan EDTA konsentrasi 1,50% dengan lama pengadukan 90 menit. Hasil penelitian MOESTOFA (1990) berhasil menurunkan kandungan logam Fe dalam minyak nilam hingga 20 ppm.

Tabel 5. Pengaruh interaksi jenis pengkelat, konsentrasi pengkelat dan lama pengadukan terhadap kadar Fe dalam minyak nilam
 Table 5. The interaction between chelating agent, concentration and duration of mixing on the Fe content in patchouly oil

Jenis pengkelat <i>Chelating agent</i>	Konsentrasi pengkelat, % <i>Concentration, %</i>	Lama pengadukan (menit) <i>Duration of mixing (minute)</i>	Kadar Fe, ppm <i>Fe content, ppm</i>
EDTA	0,50	30	24,44 k
		60	23,88 k
		90	22,53 l
	1,0	30	22,16 l
		60	21,71 l
		90	21,63 l
	1,50	30	19,62 m
		60	18,90 m
		90	17,66 n
Asam sitrat <i>Citric acid</i>	0,50	30	34,43 g
		60	34,32 g
		90	33,17 h
	1,0	30	30,64 i
		60	30,61 i
		90	30,30 i
	1,50	30	28,80 j
		60	28,68 j
		90	27,88 j
Asam tartarat <i>Tartaric acid</i>	0,50	30	42,81 a
		60	41,48 b
		90	40,49 c
	1,0	30	38,54 d
		60	37,65 de
		90	37,53 def
	1,50	30	36,92 ef
		60	36,53 f
		90	36,47 f
KK CV(%)			1,99

Keterangan : Angka yang diikuti huruf yang sama tidak berbeda nyata pada taraf 5% DMRT

Note : Numbers followed by the same letters are not significantly different at 5% level DMRT

Tabel 6. Pengaruh interaksi jenis pengkelat dan konsentrasi pengkelat terhadap kadar Fe dalam minyak daun cengkeh
 Table 6. The interaction between chelating agent and its concentration on the Fe content in clove leaf oil

Jenis pengkelat Chelating agent	Konsentrasi pengkelat, % Concentration, %	Kadar Fe, ppm Fe content, ppm
ED TA	0,5	31,63 f
	1,0	28,79 g
	1,5	27,16 h
Asam sitrat Citric acid	0,5	37,54 c
	1,0	36,65 d
	1,5	33,91 e
Asam tartarat Tartaric acid	0,5	42,32 a
	1,0	41,15 b
	1,5	37,78 c
KK CV (%)		1,21

Keterangan : Angka yang diikuti huruf yang sama tidak berbeda nyata pada taraf 5% DMRT

Note : Numbers followed by the same letters are not significantly different at 5% level DMRT

Hasil uji BNJ menunjukkan bahwa peningkatan konsentrasi pada ketiga jenis pengkelat dapat menurunkan kandungan Fe dalam minyak. Kandungan Fe terendah dalam minyak daun cengkeh adalah 27,16% dihasilkan dari perlakuan EDTA konsentrasi 1,5%.

Tabel 7. Pengaruh interaksi jenis pengkelat dan lama pengadukan terhadap kadar Fe dalam minyak daun cengkeh

Table 7. The interaction between chelating agent and duration of mixing on the Fe content in clove leaf oil

Jenis pengkelat Chelating agent	Lama pengadukan, menit Duration of mixing, minute	Kadar Fe, ppm Fe content, ppm
ED TA	30	32,66 e
	60	32,15 f
	90	31,96 f
Asam sitrat Citric acid	30	33,90 c
	60	33,47 d
	90	32,88 e
Asam tartarat Tartaric acid	30	40,32 a
	60	39,91 b
	90	39,89 b
KK CV (%)		1,21

Keterangan : Angka yang diikuti huruf yang sama tidak berbeda nyata pada taraf 5% DMRT

Note : Numbers followed by the same letters are not significantly different at 5% level DMRT

Tabel 8. Pengaruh interaksi konsentrasi pengkelat dan lama pengadukan terhadap kadar Fe dalam minyak daun cengkeh

Table 8. The interaction between concentration of chelating agent and duration of mixing on the Fe content in clove leaf oil

Konsentrasi pengkelat, % Concentration, %	Lama pengadukan, menit Duration of mixing, minute	Kadar Fe, ppm Fe content, ppm
0,50	30	31,13 d
	60	31,05 d
	90	30,42 e
1,0	30	35,77 c
	60	35,72 c
	90	35,41 c
1,50	30	39,68 a
	60	39,16 b
	90	38,80 b
KK CV (%)		1,21

Keterangan : Angka yang diikuti huruf yang sama tidak berbeda nyata pada taraf 5% DMRT

Note : Numbers followed by the same letters are not significantly different at 5% level DMRT

Analisis Komponen Utama

Kandungan komponen utama didalam minyak menentukan mutu minyak tersebut. Standar Nasional Indonesia menentukan kandungan patchouli alkohol dalam minyak nilam minimal 31,0% sementara kandungan eugenol dalam minyak daun cengkeh minimal 78,0%. Hasil pemurnian dengan menggunakan bahan pengkelat EDTA, asam sitrat dan asam tartarat pada berbagai konsentrasi dan lama pengadukan disajikan pada Tabel 9 dan 10.

Baik patchouli alkohol dalam minyak nilam maupun eugenol dalam minyak daun cengkeh tidak dipengaruhi oleh bahan pengkelat, konsentrasi pengkelat, lama waktu pengadukan maupun interaksi dari semua perlakuan. Kadar patchouli alkohol dalam minyak nilam hasil pemurnian berkisar antara 34,15 – 34,29%. Kadar eugenol dalam minyak daun cengkeh berkisar dari 85,74 hingga 86,20%. Dengan demikian kadar patchouli alkohol dalam minyak nilam maupun eugenol dalam minyak daun cengkeh dapat memenuhi persyaratan Standar Nasional Indonesia (BSN, 2003 dan BSN 2004).

Tabel 9. Kadar patchouli alkohol dalam minyak nilam hasil pemurnian
Table 9. Patchouly alcohol content in purified patchouly oil

Pengkelat <i>Chelating agent</i>	Konsentrasi pengkelat, % <i>Concentration, %</i>	Lama pengadukan, menit <i>Duration of mixing, minute</i>		
		30	60	90
EDTA	0,50	34,21 a	34,27 a	34,30 a
	1,0	34,29 a	34,15 a	34,28 a
	1,50	34,16 a	34,20 a	34,19 a
	0,50	34,24 a	34,26 a	34,28 a
Asam sitrat <i>Citric acid</i>	1,0	34,20 a	34,30 a	34,30 a
	1,50	34,29 a	34,15 a	34,25 a
	0,50	34,26 a	34,20 a	34,31 a
Asam tartarat <i>Tartaric acid</i>	1,0	34,22 a	34,28 a	34,28 a
	1,50	34,16 a	34,31 a	34,20 a

Keterangan : Angka yang diikuti dengan huruf yang sama tidak berbeda nyata pada taraf 5% DMRT

Note : Numbers followed by the same letters are not significantly different at 5% level DMRT

Tabel 10. Kadar eugenol dalam minyak daun cengkeh hasil pemurnian
Table 10. Eugenol content in purified clove leaf oil

Pengkelat <i>Chelating agent</i>	Konsentrasi pengkelat <i>Concentration</i>	Lama pengadukan, menit <i>Duration of mixing, minute</i>		
		C1	C2	C3
EDTA	B1	85,65 a	86,00 a	85,80 a
	B2	86,10 a	86,10 a	85,88 a
	B3	86,00 a	85,94 a	86,10 a
Asam sitrat <i>Citric acid</i>	B1	86,10 a	85,86 a	86,00 a
	B2	85,82 a	86,10 a	86,15 a
	B3	86,06 a	86,15 a	85,98 a
Asam tartarat <i>Tartaric acid</i>	B1	85,74 a	85,88 a	86,05 a
	B2	85,80 a	86,06 a	86,18 a
	B3	86,05 a	86,20 a	85,90 a

Keterangan : Angka yang diikuti huruf yang sama tidak berbeda nyata pada taraf 5% DMRT

Note : Number followed by the same letters are not significantly different at 5% level DMRT

KESIMPULAN

Minyak nilam dan minyak daun cengkeh yang dihasilkan dengan cara penyulingan menggunakan alat terbuat dari logam Fe akan berwarna gelap dan keruh. Minyak yang demikian dapat dimurnikan dengan metoda kompleksometri menggunakan bahan pengkelat Etilen diamin tertra asetat (EDTA), asam sitrat atau asam tartarat. Parameter utama untuk menilai hasil pemurnian ditunjukkan dengan tingkat kejernihan minyak, kadar Fe dalam minyak dan kandungan komponen utama dalam minyak hasil pemurnian. Perlakuan jenis bahan pengkelat, konsentrasi pengkelat dan lama waktu pengadukan sangat berpengaruh terhadap hasil pemurnian minyak nilam maupun minyak daun cengkeh. EDTA dapat memurnikan minyak nilam dan minyak daun cengkeh lebih baik daripada asam sitrat maupun asam tartarat, sementara asam sitrat lebih baik dibanding asam tartarat. Hasil pemurnian minyak nilam dan minyak daun cengkeh terbaik dihasilkan dari perlakuan pengkelat dengan EDTA pada konsentrasi 1,50% dan pengadukan selama 90 menit. Hasil minyak nilam terbaik mempunyai tingkat kejernihan 88,86% dan

kandungan Fe 17,66 ppm. Hasil minyak daun cengkeh terbaik mempunyai tingkat kejernihan 94,46% dan kandungan Fe 27,16 ppm. Kandungan komponen utama dalam minyak nilam (patchouli alkohol) dan komponen utama minyak daun cengkeh (eugenol) tidak dipengaruhi oleh perlakuan jenis bahan pengkelat, konsentrasi pengkelat maupun lama waktu pengadukan. Kadar patchouli alkohol berkisar antara 34,15 – 34,20%. Kadar eugenol berkisar antara 85,65 – 86,20%. Karakteristik minyak nilam dan minyak daun cengkeh hasil pemurnian secara keseluruhan memenuhi persyaratan Standar Nasional Indonesia.

DAFTAR PUSTAKA

- ABRAHAMSON HB, REZVANI AB, BRUSMILLER JG. 1994. Photocemical and spectroscopic studies of complexes of iron (III) with citric acid and other carboxylic acids. *Inorg Chem Acta*. 226: p.117-127.
- BADAN STANDARISASI NASIONAL, 2003. Standar Nasional Indonesia Minyak Nilam. 14p.
- BADAN STANDARISASI NASIONAL, 2004. Standar Nasional Indonesia Minyak Daun Cengkeh. 12p.
- BIRO PUSAT STATISTIK, 2004. Ekspor Minyak Atsiri Indonesia.
- BRAHMANA HR. 1991. Pengaruh penambahan minyak kruing dan besi oksida terhadap mutu minyak nilam (*patchouly oil*). *Komunikasi Penelitian* 3(4): p.330-341.
- EOA (ESSENTIAL OIL ASSOCIATION) OF USA. 1975. EOA Specifications and Standards. New York. p.35-37.
- GUNAWAN, W. 2002. Persyaratan Mutu dan Kontribusi Minyak Atsiri dan Turunannya pada Industri Flavour dan Fragrance. *Makalah Workshop Nasional Minyak Atsiri Deperindag*. Jakarta. 12p.
- HARYADI, W. 1994. Ilmu Kimia Analitik Dasar. Gramedia. Jakarta : p.234-245.
- HIROKAWA, T. 1994. Study of isotachophoretic separation behaviour of metal cations by means of particle-induced X-ray emission VI. Selective separation of twenty metal cation using tartaric acid as a complexing agent. *J Chromatogr*. 663: p.245-254.
- KARMELITA, L.1991. Mempelajari Cara Pemucatan Minyak Daun Cengkeh dengan Asam Tartrat. Skripsi S1. Institut Pertanian Bogor. 138p.
- KETAREN, S. 1985. Pengantar Teknologi Minyak Atsiri. PN Balai Pustaka, Jakarta. 293p.
- LEUNG, ALBERT Y. 1980. Encyclopedia of Common Natural Ingredients. John Willey & Sons, New York. 408p.
- MARWATI, T. 2004. Kajian Proses Absorpsi dan Pengkelatan pada Pemucatan Minyak Daun Cengkeh. Tesis S2. Institut Pertanian Bogor. 112p.
- MASADA, Y. 1985. Analysis of Essential Oils by Gas Chromatography and Mass Spectrometry. John Willey & Sons. Inc. London. 270p.

- MOESTOFA, A. 1990. Pengaruh kepekatan larutan garam EDTA dan lama pengadukan terhadap pengikatan ion besi dalam minyak nilam. *Warta Industri Hasil Pertanian*. 7 (1): p.23-26.
- PAYNE. 1964. *Organic Coating Technology*. John Wiley & Sons. New York. 220p.
- RINA. 1998. Mempelajari Cara Pemucatan dan Pengaruh Bahan Pemucat terhadap Warna serta Sifat Fisiko Kimia Minyak Kenanga. Skripsi S1. Institut Pertanian Bogor. 125p.
- ROHAYATI, N. 1997. Penggunaan Bentonit, Arang Aktif dan Asam Sitrat untuk Meningkatkan Mutu Minyak Akar Wangi. Skripsi S1. Institut Pertanian Bogor. 115p.
- RUSLI, S. 1991. Peningkatan mutu minyak nilam dan daun cengkeh. *Prosiding Pengembangan Tanaman Atsiri di Sumatera, Bukittinggi*, 4 Agustus 1991, Bogor. Balai Penelitian Tanaman Rempah dan Obat: p.89-96.
- RUSLI, S. 2002. Diversifikasi Ragam dan Peningkatan Mutu Minyak Atsiri. *Makalah Workshop Nasional Minyak Atsiri*. Deperindag. Jakarta. 13p.
- RUSLI, S. 2003. *Teknologi Penyulingan dan Penanganan Minyak Bermutu Tinggi*. Booklet Balai Penelitian Tanaman Rempah dan Obat : 18p.
- WERNER. 1984. *Organic Complex Compound*. John Wiley & Sons, New York. 210p.

Lampiran 1. Kejernihan (%T) minyak nilam hasil pemurnian.

Appendix 1. Clearness (%T) of purified patchouly oil.

Pengkelat <i>Chelating agent</i>	Konsentrasi Pengkelat <i>Concentration</i>	Lama pengad	
		C 1	
A 1 Asam tartarat (<i>tartaric acid</i>)	B1 = 0,50%	78,0	
		78,6	
		79,1	
	B2 = 1,00%	80,5	
		81,4	
		81,0	
	B3 = 1,50%	82,4	
		82,8	
		83,0	
A 2 Asam sitrat (<i>Citric acid</i>)	B 1	82,5	
		83,5	
		83,9	
	B 2	85,4	
		85,1	
		84,9	
	B 3	86,0	
		86,0	
		85,4	
A 3 (EDTA)	B 1	82,4	
		82,1	
		82,7	
	B 2	86,0	
		85,6	
		86,2	
	B 3	88,6	
		89,5	
		89,9	

Lampiran 2. Kejernihan (%T) minyak daun cengkeh hasil pemurnian.

Appendix 2. Clearness (%T) of purified clove leaf oil

Jenis Pengkelat (Chelating agent)	Konsentrasi pengkelat (Concentration)	Lama pengkelatan Duration of mixing			Konsentrasi pengkelat Concentration of chelating agen	C
		C1	C2	C3		
A1 (EDTA)	B1	87,6	87,5	87,5	B 1	42
		87,1	86,0	88,2		43
		87,9	86,8	87,0		43
		91,5	92,2	92,6		37
	B2	91,9	Asam sitrat (Citric acid)	93,1	B 2	37
		91,1	92,2	92,2		38
		94,0	94,8	94,6		34
	B3	94,6	94,6	94,9	B 3	34
		94,6	95,0	95,0		34
A2 Asam sitrat (Citric acid)	B1	87,3	87,3	87,9	B 1	38
		87,0	87,5	88,3		38
		86,7	87,0	88,1		38
		88,4	89,3	89,0	B 2	30
	B2	88,8	Asam tartarat (Tartaric acid)	88,7		31
		89,0	88,7	89,1		30
	B3	90,5	90,4	90,7	B 3	24
		90,3	90,7	91,0		24
		89,9	90,1	90,9		24
A3 Asam tartrat (Tartaric acid)	B1	80,4	81,4	82,2	B 1	30
		81,0	81,0	81,7		30
		80,7	80,6	81,6		30
		82,6	82,9	83,1	B 2	23
	B2	82,6	Asam tartrat (Tartaric acid)	83,2		24
		82,2	82,5	82,6		24
	B3	85,2	86,3	86,0	B 3	19
		85,7	85,8	86,1		19
		85,0	86,0	85,7		20

Appendix 3. Fe content (ppm) in purified patchouly oil

Jenis Pengkelat (Chelating agent)	Konsentrasi pengkelat (Concentration)	Lama pengkelatan Duration of mixing			Konsentrasi pengkelat Concentration of chelating agen	C
		C1	C2	C3		
A1 (EDTA)	B1	87,6	87,5	87,5	B 1	42
		87,1	86,0	88,2		43
		87,9	86,8	87,0		43
		91,5	92,2	92,6		37
	B2	91,9	Asam sitrat (Citric acid)	93,1	B 2	37
		91,1	92,2	92,2		38
		94,0	94,8	94,6		34
	B3	94,6	94,6	94,9	B 3	34
		94,6	95,0	95,0		34
A2 Asam sitrat (Citric acid)	B1	87,3	87,3	87,9	B 1	38
		87,0	87,5	88,3		38
		86,7	87,0	88,1		38
		88,4	89,3	89,0	B 2	30
	B2	88,8	Asam tartarat (Tartaric acid)	88,7		31
		89,0	88,7	89,1		30
	B3	90,5	90,4	90,7	B 3	24
		90,3	90,7	91,0		24
		89,9	90,1	90,9		24
A3 Asam tartrat (Tartaric acid)	B1	80,4	81,4	82,2	B 1	30
		81,0	81,0	81,7		30
		80,7	80,6	81,6		30
		82,6	82,9	83,1	B 2	23
	B2	82,6	Asam tartrat (Tartaric acid)	83,2		24
		82,2	82,5	82,6		24
	B3	85,2	86,3	86,0	B 3	19
		85,7	85,8	86,1		19
		85,0	86,0	85,7		20

Lampiran 4. Kandungan Fe (ppm) dalam minyak daun cengkeh

Appendix 4. Fe content (ppm) in purified clove leaf oil

Pengkelat Chelating agent	Konsentrasi pengkelat Concentration	Lama Durat	
		C 1	

Lampiran 3. Kandungan Fe (ppm) dalam minyak nilam hasil pemurnian.

A 1 (EDTA)	B	38,12	37,22	37,15	Penelitian Dan Pengembangan Tanaman Perkebunan dan Tentara Pelajar no.1, Bogor.
		38,46	37,70	37,55	
		39,00	37,85	37,18	
	B 2	32,61	32,44	31,20	
		32,10	32,90	31,21	
		31,98	32,45	31,74	
	B 3	27,44	27,40	26,84	
		27,40	27,15	26,15	
		27,85	27,55	27,00	
A 2 Asam sitrat (<i>Citric acid</i>)	B 1	38,54	37,79	37,30	Berita ini sampai naskah berjudul Minyak 3N dan Minyak Daun Cengkeh Secara Kompleksitas, hasil perbaikan ke 3. Atas perhatian dan koreksinya saya ucapkan terima kasih.
		38,20	37,10	36,75	
		37,95	37,15	37,10	
	B 2	34,25	33,60	33,50	
		34,90	33,60	34,10	
		34,14	33,75	33,25	
	B 3	29,84	28,15	29,64	
		28,20	27,10	30,15	
		29,15	27,75	29,20	
A 3 Asam tartarat (<i>Tartaric acid</i>)	B 1	42,92	42,10	41,82	Penulis (Mamun)
		42,20	42,75	41,95	
		42,25	42,82	42,10	
	B 2	40,27	41,27	41,15	
		41,15	41,30	41,05	
		40,75	41,75	41,65	
	B 3	36,60	36,92	36,15	
		36,52	37,15	36,80	
		36,35	36,82	36,55	

Bogor, 3 April 2008

Industri

Kepada Yth.
Redaksi Jurnal Penelitian Tanaman

MA'MUN : *Pemurnian minyak nilam dan minyak daun cengkeh secara kompleksometri*