

Penurunan Kandungan Fe pada Minyak Nilam Menggunakan Asam Sitrat, EDTA, dan Kitosan Sebagai Zat Pengkelat

Reduction of Fe Content in Patchouli Oil Using Citric Acid, EDTA, and Chitosan as Chelating Agents

Syifa Albaqiyatush Shaliha^{1,*)}, Selly Harnesa Putri¹, dan Teguh Wijaya Hakim²

¹ Departemen Teknologi Industri Pertanian, Fakultas Teknologi Industri Pertanian, Universitas Padjadjaran, Jl. Ir. Soekarno km. 21 Jatinangor, Sumedang, Jawa Barat 45363, Indonesia

² PT. Sinkona Indonesia Lestari, Jalan Raya Ciater No. KM 171, Cisaat, Kec. Ciater, Kabupaten Subang, Jawa Barat 41281, Indonesia

*) Alamat E-mail Korespondensi: syifa20011@mail.unpad.ac.id

Informasi Artikel

Diterima: 05-10-2024

Disetujui: 30-05-2025

Terbit : 10-06-2025

Kata Kunci:

Asam sitrat; Besi (Fe);
Etilen diamin tetra asetat
(EDTA); Kitosan;
Kompleksometri; Minyak
Nilam

Keywords:

Citric acid; iron (Fe);
Ethylenediaminetetraacetic
c acid (EDTA); Chitosan;
Complexometry; Patchouli
oil

Abstrak. Minyak atsiri dari tanaman nilam, yang mengandung patchouli alcohol sebagai komponen utama, seringkali terkontaminasi logam berat, seperti besi (Fe), yang mempengaruhi kualitas dan warna minyak tersebut. Penelitian ini bertujuan untuk bahan pengkelat paling optimal dalam menurunkan kandungan Fe pada minyak nilam. Metode kompleksometri yaitu pembentukan senyawa kompleks antara besi dan bahan pengkelat dilakukan menggunakan tiga jenis pengkelat: asam sitrat, etilen diamin tetra asetat (EDTA), dan kitosan. Penelitian dilakukan dengan sampel minyak nilam yang mengandung besi awal sebesar 54,826 mg/L yang termasuk kedalam kategori tinggi atau diatas batas maksimum kandungan besi pada minyak nilam. Penelitian dilakukan dengan penambahan pengkelat, pengadukan, dan analisis kadar besi menggunakan Atomic Absorption Spectroscopy (AAS). Hasil penelitian menunjukkan bahwa penggunaan kitosan 2% secara langsung memberikan penurunan kadar besi paling signifikan, dari 54,826 mg/L menjadi 0,030 mg/L, dengan persentase penurunan sebesar 99,9%. Bahan pengkelat EDTA dan asam sitrat juga efektif, namun dengan persentase penurunan yang lebih rendah yaitu 98,2% untuk penggunaan EDTA dan 84,6% untuk penggunaan asam sitrat. Kitosan terbukti sebagai pengkelat yang paling optimal dalam menurunkan kadar besi pada minyak nilam dan memenuhi standar kualitas SNI 06-2385-2006 tentang minyak nilam. Temuan ini mengindikasikan potensi kitosan sebagai solusi efisien dan ramah lingkungan untuk mengatasi kontaminasi logam dalam industri minyak atsiri.

Abstract. Essential oil from patchouli plants, which contains patchouli alcohol as the main component, is often contaminated with heavy metals, such as iron (Fe), which affects the quality and color of the oil. This research aims to find the most optimal chelating agent in reducing Fe content in patchouli oil. The complexometric method, which involves the formation of a complex compound between iron and chelating agents, was conducted using three types of chelating agents: citric acid, ethylenediaminetetraacetic acid (EDTA), and chitosan. The study used patchouli oil samples containing an initial iron concentration of 54.826 mg/L, which falls into the high category or exceeds the maximum allowable iron content in patchouli oil. The experiment was performed by adding the chelating agents, stirring, and analyzing the iron content using Atomic Absorption Spectroscopy (AAS). The results showed that the use of 2% chitosan directly led to the most significant reduction in iron levels, from 54.826 mg/L to 0.030 mg/L, with a reduction percentage of 99.9%. EDTA and citric acid were also effective, but with lower reduction percentages of 98.2% for EDTA and 84.6% for citric acid. Chitosan proved to be the most optimal chelating agent in reducing iron levels in patchouli oil and met the quality standards of SNI 06-2385-2006 on patchouli oil. These findings indicate the potential of chitosan as an efficient and environmentally friendly solution to address metal contamination in the essential oil industry.

PENDAHULUAN

Salah satu produk yang menghasilkan minyak atsiri (*essential oil*) adalah tanaman nilam yang

dapat bersumber dari daun, bunga, kulit, batang, akar, buah dan biji dari tanaman nilam [1]. Minyak nilam memiliki kandungan utama *patchouli alcohol*

(C₁₅H₂₆) yang mampu mengikat wewangian sehingga lebih tahan lama dikarenakan kandungan *patchouli alcohol* tersebut berfungsi sebagai bahan pengikat atau fiksatif. Hal tersebut membuat minyak nilam dimanfaatkan di berbagai jenis industri seperti industri kosmetika, makanan dan farmasi. Pada industri kosmetika, minyak nilam tersebut menjadi bahan campuran pada produk seperti sabun, pasta gigi, sampo, *lotion*, dan *deodorant*. Pada industri makanan, minyak nilam digunakan sebagai penambah rasa., sedangkan pada industri farmasi, minyak nilam bermanfaat sebagai salah satu bahan pembuatan obat antiradang, antifungi, anti serangga, afrodisiak, anti-inflasi, dan sebagainya. Selain itu, minyak nilam juga dapat banyak dimanfaatkan sebagai bahan pembuatan aroma terapi, bahan baku pembuatan compound dan bahan untuk mengawetkan barang [1].

Salah satu negara yang menghasilkan minyak nilam terbesar di dunia adalah Indonesia. Indonesia dapat memenuhi kebutuhan minyak nilam dunia dengan pangsa pasar 90%. Indonesia melakukan ekspor nilam pada tahun 2004 mencapai sebanyak 2074 ton yang bernilai US\$ 27,137 juta, akan tetapi kedudukan Indonesia tersebut mulai tergeser oleh negara Cina, India, dan Vietnam pada beberapa tahun terakhir [2]. Di Indonesia, proses produksi minyak nilam umumnya dilakukan oleh petani yang masih menggunakan teknologi tradisional dan pengetahuan mengenai ekstraksi minyak nilam masih terbatas sehingga kurang memperhatikan pengawasan terhadap kualitas mutu dari minyak nilam itu sendiri. Masalah permodalan juga menjadi masalah utama bagi para petani nilam, baik selama budidaya tanaman nilam, hingga proses pengolahannya dimana sebagian besar minyak nilam yang dihasilkan melalui proses penyulingan yang menggunakan ketel penyuling yang terbuat dari logam besi.

Faktor penyebab 79% petani lebih memilih untuk menggunakan ketel drum bekas dibandingkan dengan ketel stainless steel adalah biaya investasi ketel stainlees empat kali lebih besar dan biaya operasionalnya dua kali lebih besar dibandingkan dengan penggunaan ketel drum bekas, hal tersebut menyebabkan minyak nilam yang dihasilkan menjadi berwarna keruh dan gelap [3]. Warna minyak nilam berpengaruh terhadap kualitas dan mutu minyak sehingga warna keruh dan gelap pada minyak nilam tersebut

menghasilkan minyak nilam dengan harga yang rendah karena sulit diterima di pasaran.

Penggunaan drum bekas dalam proses penyulingan minyak nilam menyebabkan kadar logam besi tinggi dibandingkan dengan penggunaan ketel berbahan *stainless* dan kaca [4]. Drum bekas yang umumnya terbuat dari besi karbon, mudah terjadi korosi saat terkena uap panas penyulingan sehingga menyebabkan kontaminasi Fe pada minyak, sedangkan pada stainless, terdapat lapisan oksida pelindung di permukaannya sehingga mencegah proses korosi dan pelepasan Fe pada minyak. Logam besi yang terkandung dalam minyak nilam tersebut menyebabkan perubahan warna pada minyak nilam menjadi coklat tua akibat proses oksidasi, sehingga menurunkan mutu minyak nilam [5].

Terdapat dua metode yang dapat memurnikan minyak atsiri berwarna gelap yaitu dengan cara penyulingan ulang atau menggunakan senyawa pengkelat [6], Namun, penggunaan bahan pengkelat dapat lebih memudahkan dan menguntungkan dibanding dengan penyulingan ulang [7]. Penggunaan bahan pengkelat disebut dengan metode kompleksometri dikarenakan terbentuknya senyawa kompleks dan terjadi pengikatan logam dengan bahan kimia [8]

Salah satu bahan pengkelat yang dapat menurunkan kandungan Fe pada minyak nilam adalah asam sitrat yang mampu menurunkan kandungan Fe dari 239,8 mg/L menjadi 23,2 mg/L [9]. Selain itu, terdapat punya bahan pengkelat EDTA yang mampu menurunkan kandungan Fe dari 400,1 mg/L menjadi 17,6 mg/L [8].

Selain bahan pengkelat asam sitrat dan EDTA, biopolimer alami yang didapatkan dari cangkang hewan seperti udang, kepiting, rajungan, dan kerang, yang memiliki sifat non-toksik, juga dapat dimanfaatkan sebagai adsorben bahan pengkelat untuk mengikat kandungan besi pada minyak nilam. Biopolimer tersebut diolah menjadi kitosan yang memiliki gugus hidroksil dan amino sepanjang rantai polimernya, sehingga kitosan mampu mengadsorpsi kation ion logam berat [10]. Kitosan memiliki karakteristik fisika kimia, stabilitas kimia, reaktifitas yang tinggi, sifat *chelation* yang tinggi, dan selektivitas yang tinggi terhadap polutan [11]. Penggunaan kitosan sisik ikan sebagai adsorben logam Fe pada minyak nilam dapat menurunkan nilai Fe yang semula 32,89 mg/kg menjadi 5,83

mg/kg setelah dilakukan proses adsorpsi. Penelitian ini dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui variasi pengelat paling optimal untuk menurunkan kandungan Fe pada minyak nilam. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui bahan pengelat paling optimal dalam menurunkan kandungan Fe pada minyak nilam.

METODE

Alat dan Bahan

Alat dan Bahan Alat yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya adalah neraca analitik, magnetic stirrer, dan Atomic Absorption Spectroscopy (AAS). Bahan utama yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya adalah minyak nilam dengan kandungan Fe tinggi yang didapatkan dari PT. Sinkona Indonesia Lestari, kitosan kulit udang teknis, asam sitrat teknis, EDTA teknis, kertas saring dan aquades. Bahan yang digunakan untuk pengujian diantaranya adalah larutan standar Fe, asam klorida, dan asam nitrat.

Prosedur Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Research and Development PT. Sinkona Indonesia Lestari dan Laboratorium Kimia, Teknologi Bioproses, dan Teknologi Proses Agroindustri Universitas Padjadjaran. Penelitian bersifat eksperimental yang terdiri dari tiga variabel percobaan:

1. Sampel minyak nilam (N) dengan pemberian variasi pengelat asam sitrat (A), EDTA (E), dan kitosan (K) sebesar 2%.
2. Sampel minyak nilam (N) dengan pemberian variasi pengelat sebesar 2% dari minyak yang diberi perlakuan tambahan yaitu melarutkan pengelat menggunakan aquades hingga 100 mL, diantaranya adalah larutan asam sitrat (LA) 0,208 M, larutan EDTA (LE) 0,137 M, dan larutan kitosan (LK) 0,00028 M.
3. Sampel minyak nilam yang telah diberi perlakuan penurunan bilangan asam (NB) dengan pemberian zat pengelat yang paling optimal berdasarkan variabel percobaan 1 dan 2, sebesar 2%.

Pengadukan dilakukan menggunakan magnetic stirrer selama 60 menit, kemudian dilakukan penyaringan untuk memisahkan bahan pengelat dari minyak nilam. Pengujian kandungan Fe pada minyak nilam dilakukan menggunakan instrumen Atomic Absorption Spectroscopy (AAS) dengan

preparasi sampel melalui metode destruksi basah menggunakan asam klorida dan asam sitrat.

Selanjutnya, pada hasil uji penurunan kandungan Fe dilakukan analisis data statistik dengan uji perbandingan t (*t-test*).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Kandungan besi yang terdapat pada minyak nilam disebabkan oleh terjadinya proses oksidasi saat dilakukan penyulingan menggunakan ketel penyuling yang berbahan dasar logam besi. Sifat wadah yang terbuat dari logam besi adalah mudah terdegradasi sehingga terjadi kontaminasi pada minyak nilam. Kandungan besi pada stok minyak nilam yang dimiliki oleh PT. Sinkona Indonesia Lestari adalah sebesar 54,826 mg/L. Nilai kandungan besi tersebut belum memenuhi standar SNI-06-2385-2006 yaitu maksimal sebesar 25 mg/L.

Kandungan penyusun utama minyak nilam yaitu *patchouli alcohol* memiliki gugus >C=C< [13], sehingga dapat mengikat logam dan membentuk senyawa kompleks berwarna, sehingga dapat diketahui bahwa logam berikatan dengan gugus OH pada *patchouli alcohol* yang merupakan penyusun utama minyak nilam. Percobaan penurunan kandungan Fe pada minyak nilam dengan metode kompleksometri didapatkan hasil pada Tabel 1.

Tabel 1. Kandungan Fe pada Minyak Nilam

Jenis sampel Minyak	Pengelat	Nilai Fe (Mg/L)		Percentase penurunan (%)
		Sebelum	Setelah	
N	A	54,826	8,419	84,6%
N	E	54,826	1,001	98,2%
N	K	54,826	0,030	99,9%
N	LA	54,826	31,776	42%
N	LE	54,826	2,646	95,2%
N	LK	54,826	-76,75	-
NB	RE	149,064	49,488	66,8%
NB	RK	149,064	32,931	77,9%
NB	RPE	149,064	15,525	89,6%

Pada sampel NA, minyak nilam yang semula memiliki kadar besi 54,826 mg/L menjadi 8,419 mg/L dengan persentase penurunan sebesar

84,64%. Penurunan kadar besi pada minyak nilam yang diberi asam sitrat terjadi karena penggunaan elektron bersama antara asam sitrat dan logam pada *patchouli alcohol*. Asam sitrat memiliki beberapa gugus fungsional yang dapat bertindak sebagai ligan ketika membentuk senyawa kompleks dengan ion logam. Gugus-gugus asam karboksilat (-COOH) dan gugus hidroksil (-OH) pada asam sitrat dapat berperan sebagai ligan dalam ikatan kompleks.

Pada sampel NE, minyak nilam yang semula memiliki kadar besi 54,826 mg/L menjadi 1,001 mg/L dengan persentase penurunan sebesar 98,17%. Penurunan kadar Fe pada minyak nilam yang diberi EDTA terjadi karena penggunaan elektron bersama antara EDTA dan *patchouli alcohol*. EDTA adalah bahan pengkelat dengan ligan heksadentat yang mempunyai 6 pasang elektron bebas yaitu di keempat gugus karboksilat dan dua atom nitrogennya. Tiap ion EDTA dapat mengikat ion logam pada enam situs berbeda, empat untuk tiap ion asetat dan dua atom nitrogen sehingga memiliki tiga pasang elektron valensi yang dapat dipakai untuk pembentukan ikatan koordinat [14].

Pada sampel ALB K, yaitu sampel minyak nilam tanpa perlakuan dengan bahan pengkelat kitosan udang tanpa perlakuan, menghasilkan minyak nilam yang semula memiliki kadar besi 54,826 mg/L menjadi 0,030 mg/L dengan persentase penurunan sebesar 99,9%.

Kitosan adalah polisakarida yang diperoleh dari kitin, yang merupakan polimer polisakarida kedua yang paling umum di alam setelah selulosa. Kitosan memiliki gugus fungsional amina (-NH₂) yang dapat berperan sebagai ligan dalam ikatan kompleks dengan ion logam. Gugus amina pada kitosan berpotensi untuk berkoordinasi dengan ion logam melalui ikatan koordinasi. Oleh karena itu, kitosan dapat berfungsi sebagai ligan dalam membentuk senyawa kompleks dengan ion logam tertentu. Interaksi ini dapat memberikan sifat-sifat khusus pada senyawa kompleks yang terbentuk. Faktor yang mempengaruhi jumlah gugus amina pada kitosan diantaranya adalah derajat deasetilasi, proses produksi, sumber kitin, ukuran partikel, dan kondisi reaksi [15].

Pada sampel NLA, NLE, dan NLK, persentase penurunan kadar besi masing-masing sebesar 42%;

95,2%; dan hasil negatif yang menunjukkan bahwa tidak adanya kandungan besi yang terbaca. Penggunaan aquades sebagai pelarut bahan pengkelat tidak berpengaruh pada proses terjadinya kompleksometri dikarenakan aquades merupakan ligan monodentat yang hanya terdapat satu atom donor dari ligan, sehingga tidak berpengaruh terhadap pengikatan ion logam pada minyak nilam.

Pada sampel NBE, NBK, dan NBLE, yaitu sampel minyak nilam yang telah diberi perlakuan penurunan bilangan asam dan diberi bahan pengkelat paling optimal berdasarkan hasil uji sampel sebelumnya. Proses penurunan bilangan asam pada sampel minyak nilam, meningkatkan kadar besinya. Hal tersebut dapat terjadi akibat proses penurunan bilangan asam yang dilakukan kurang steril dan sampel dapat terkontaminasi oleh kandungan besi pada alat yang digunakan seperti air keran yang masih ada pada alat. Persentase penurunan kadar besi pada sampel tersebut berturut-turut diantaranya adalah 66,8%; 77,9%; dan 89,58%.

KESIMPULAN

Metode kompleksometri menggunakan bahan pengkelat asam sitrat, EDTA, dan kitosan mampu menurunkan kandungan besi pada minyak nilam dan memenuhi faktor keberhasilan yang ditetapkan oleh SNI dan permintaan dari beberapa perusahaan. Senyawa pengkelat yang paling optimal dalam menurunkan kandungan besi pada minyak nilam yang dilakukan pada percobaan kali ini adalah senyawa pengkelat kitosan yang dilakukan dengan perlakuan pencampuran secara langsung. Kandungan besi semula pada minyak nilam adalah bernilai 54,826 mg/L setelah diberi perlakuan kompleksometri menggunakan senyawa pengkelat kitosan dengan perlakuan pencampuran secara langsung, kandungan besi pada minyak nilam berkurang menjadi 0,030 mg/L.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] R. Ari, L. Panga, I. W. Puguh, H. Hastian, H. Amin, and S. Suhardin, “Analisis Mutu Pengolahan Nilam Rakyat Di Kecamatan Tirawuta Kabupaten Kolaka Timur,” *Jurnal Sultra Sains*, vol. 4, no. 1, pp. 19–30, 2022. doi: 10.54297/sultrasains.v4i1.312.
- [2] A. Idris, M. Ramajura, and I. Said, “Analisis Kualitas Minyak Nilam (Pogostemon cablin Benth) Produksi Kabupaten Buol,” *Jurnal*

- Akademika Kimia*, vol. 3, no. 2, pp. 79–85, 2014.
- [3] T. Mukhtar, H. P. Widayat, and Y. Abubakar, “Analisis Kualitas Minyak Nilam dan Faktor yang Mempengaruhi Keputusan Petani Dalam Memilih Ketel Penyulingnya,” *Jurnal Teknologi Dan Industri Pertanian Indonesia*, vol. 12, no. 2, pp. 78–85, 2020. doi: 10.17969/jtipi.v12i2.17187.
- [4] Alfian, “Pengaruh Penggunaan Drum Bekas dalam Penyulingan Minyak Nilam terhadap Kadar Logam Besi,” *Jurnal Pengolahan Minyak Atsiri*, vol. 12, no. 3, pp. 145–152, 2003.
- [5] Zuliansyah, “Analisis Kadar Logam Besi (Fe) dari Minyak Nilam yang Diperoleh dari Penyulingan Menggunakan Wadah Kaca, Stainless Steel, dan Drum Bekas Secara Spektrofotometri Serapan Atom,” *Jurnal Sains Kimia*, vol. 7, no. 2, pp. 55–58, 2013.
- [6] S. Ketaren, *Minyak Atsiri: Sumber, Teknologi, dan Pengolahan*. Jakarta: Penerbit Balai Pustaka, 1985.
- [7] Rusli, “Pemurnian Minyak Atsiri: Penggunaan Metode Penyulingan dan Senyawa Pengkelat,” *Jurnal Teknologi dan Industri Pertanian*, vol. 5, no. 1, pp. 1-10, 2003.
- [8] M. MA’MUN, “Pemurnian Minyak Nilam Dan Minyak Daun Cengkeh Secara Kompleksometri,” *Jurnal Penelitian Tanaman Industri*, vol. 14, no. 1, pp. 36, 2020. doi: 10.21082/jlitri.v14n1.2008.36-42.
- [9] Fatiha, “Pengaruh Waktu Pengadukan dan Konsentrasi Asam Sitrat ($C_6H_8O_7$) Terhadap Kadar Besi (Fe) Dalam Minyak Nilam,” *Sisformik.Atim.Ac.Id*, 2020.
- [10] R. Pratiwi, “Biopolimer Kitosan sebagai Adsorben untuk Menurunkan Kadar Logam Berat pada Limbah,” *Jurnal Kimia*, vol. 3, no. 1, pp. 12-19, 2014.
- [11] R. Sukma, A. Zulfanetti, T. I. Lasmana, D. Rahmadani, D. Susanti, M. Iqbal, and R. Silaban, “Pemanfaatan Kitosan Cangkang Bekicot Sebagai Adsorben Logam Tembaga (Cu) Pencemaran Lingkungan,” *Khazanah Intelektual*, vol. 5, no. 2, pp. 1131-1132, 2018.
- [12] R. A. Manalu, A. Patria, and S. Rohaya, “Peningkatan Mutu Minyak Nilam (Pogostemon cablin) dalam Proses Pemurnian Minyak Nilam Aceh Jaya dan Aceh Selatan dengan Metode Kompleksometri,” *Jurnal Ilmiah Mahasiswa Pertanian*, vol. 4, no. 4, pp. 310–318, 2019. doi: 10.17969/jimfp.v4i4.12768.
- [13] Y. Aisyah, D. Maulina, and A. Asmawati, “Enkapsulasi Minyak Nilam (*Pogostemon cablin Benth*), Pala (*Myristica fragrans*) dan Sereh Wangi (*Cymbopogon nardus*) Menggunakan Kitosan dengan Metode Gelas Ionik,” *Jurnal Teknologi Pertanian Andalas*, vol. 26, no. 2, pp. 151, 2022. doi: 10.25077/jtpa.26.2.151-162.2022.
- [14] F. Saputri, “Kajian Penggunaan Pengkelat untuk Menurunkan Kandungan Besi dalam Minyak Daun Cengkeh,” *Online Journal of Natural Science*, vol. 3, no. 2, pp. 57-61, 2014. ISSN: 2338-0950.
- [15] P. Rahayu and Khabibi, “Adsorpsi Ion Logam Nikel(II) oleh Kitosan Termodifikasi Tripolifosfat,” *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*, vol. 19, no. 1, pp. 21–26, 2016.