

Kajian Pengaruh Kecepatan Pengadukan terhadap Rendemen dan Mutu Kristal *Patchouli Alcohol* dengan Metode *Cooling Crystallization*

Lita Fitriyani Khairunisa¹⁾, Asri Widyasanti²⁾, dan Sarifah Nurjanah²⁾

¹⁾Alumnus Departemen Teknik Pertanian dan Biosistem, Universitas Padjadjaran

²⁾Staff Departemen Teknik Pertanian dan Biosistem, Universitas Padjadjaran
Jl. Raya Bandung Sumedang KM 21, Jatinangor 40600
E-mail :litafitriyani9@gmail.com

ABSTRAK

Minyak nilam merupakan salah satu komoditas minyak atsiri yang bernilai ekonomi tinggi. Komponen utama penentu aroma, mutu, sekaligus harga jual minyak nilam adalah *patchouli alcohol* (PA). Kandungan PA dalam minyak nilam dapat ditingkatkan melalui kombinasi metode distilasi fraksinasi dan kristalisasi sehingga dapat menghasilkan kadar PA yang lebih murni. Pengadukan dapat digunakan perlakuan untuk meningkatkan mutu minyak nilam. Tujuan dari penelitian ini yaitu untuk mengetahui pengaruh kecepatan pengadukan terhadap rendemen dan mutu kristal PA yang didapat. Metode penelitian yang digunakan adalah metode deskriptif dengan analisis korelasi-regresi. Penelitian ini dilakukan dengan lima variasi kecepatan pengadukan yaitu 20, 40, 60, 80, dan 100 RPM serta satu perlakuan sebagai kontrol dengan masing-masing perlakuan dilakukan pengulangan sebanyak 3 kali. Parameter yang diukur meliputi warna, *melting point*, dan densitas. Selain itu dilakukan pula pengukuran parameter penunjang yaitu rendemen minyak, laju pembentukan kristal, laju filtrasi, rendemen kristal dan *yield*. Perlakuan terbaik ditinjau dari kedua pengujian yang dilakukan adalah perlakuan kecepatan pengadukan 100 RPM. Perolehan nilai terbaik dari *melting point* dan densitas (*bulk density* dan *particle density*) secara berturut-turut adalah 56,4°C, dan 0,4405 g/mL; 1,0019 g/mL. Sementara perolehan nilai untuk rendemen kristal dan *yield* PA secara berturut-turut adalah 49,9918%, dan 83,2736%.

Kata kunci : kristalisasi, minyak nilam, *patchouli alcohol*, pengadukan

Study on Effect of String Speed to Yield and Quality of Crystal Patchouli Alcohol with Cooling Crystallization Method

ABSTRACT

Patchouli oil is one of the essential oil commodities with high economic value. The main component that determines aroma, quality, and the selling price is patchouli alcohol (PA). The content of PA in patchouli oil can be increased through the combination of fractionation distillation method and crystallization so as to produce purer levels of PA. Stirring can be used as a treatment to improve the quality of patchouli oil. The objective of this study was to determine the effect of stirring speed on the yield and quality of PA crystals obtained. The research method used was descriptive method with correlation-regression analysis. This study was conducted with five variations of stirring speed, namely 20, 40, 60, 80, and 100 RPM and one treatment as a control with each treatment was repeated three times. Parameters measured include color, melting point, and density. Furthermore, measurements of supporting parameters were also carried out, namely oil yield, crystal formation rate, filtration rate, crystal yield and yield. The best treatment in terms of the two tests carried out was the stirring speed of 100 RPM. The best value obtained from melting point and density (bulk density and true density) consecutively were 56,4°C, and 0,4405 g/mL; 1,0019 g/mL. While the acquisition value of crystal yield and PA yield consecutively were 49,9918%, and 83,2736%.

Keywords: crystallization, patchouli oil, patchouli alcohol, stirring

PENDAHULUAN

Minyak nilam (*patchouli oil*) merupakan salah satu komoditas minyak atsiri andalan Indonesia sebagai komoditi ekspor sekaligus sebagai penyumbang devisa negara. Setiap tahunnya Indonesia mampu memenuhi sekitar 90% kebutuhan minyak nilam dunia (Yudistira dkk., 2009). Sifat minyak nilam yang dapat mengikat bau wangi dalam membentuk bau/aroma yang harmonis pada suatu campuran, menjadikan minyak ini banyak digunakan dalam industri parfum, kosmetika, farmasi, dan pemberi aroma pada produk-produk rumah tangga (Harunyah, 2011).

Dalam industri pembuatan parfum, minyak nilam merupakan bahan dasar utama dalam proses pembuatannya, termasuk juga parfum terbaik dunia seperti Arpege, Tabu, Miss Dior, Opium, dll. Dalam produk rumah tangga, minyak nilam dapat digunakan untuk pewangi kain, pengharum ruangan, serta produk-produk yang biasa digunakan sehari-hari seperti sabun, *shampoo*, pasta gigi, *tissue*, *lotion*, dll. Minyak nilam secara luas juga sudah digunakan sebagai penyedap rasa dalam industri makanan dan minuman, termasuk minuman beralkohol dan non alkohol. Selain pada industri wewangian dan bahan penyedap, beberapa penelitian menunjukkan bahwa minyak nilam memiliki potensi untuk digunakan dalam industri farmasi sebagai bahan anti radang, antiseptic, antidepresan, aphrodisiac (zat untuk meningkatkan libido), astringent (larutan untuk mengecilkan pori-pori pada kulit), cicatrisant (membantu menghilangkan bekas luka), cytophylactic (zat untuk membantu regenerasi sel dalam tubuh), *deodorant*, diuretic (obat untuk meningkatkan laju aliran urin), febrifuge (obat penurun panas), fungisida, insektisida, sedative (obat penenang), dan tonic (obat penguat, misalnya pada rambut) (Ramya *et al.*, 2013).

Patchouli alcohol (PA) merupakan senyawa utama yang terkandung dalam minyak nilam sekaligus sebagai penentu aroma, mutu dan harga minyak (Aisyah dkk., 2008). Rata-rata kandungan *patchouli alcohol* minyak nilam Indonesia berkisar antara 27-34% tergantung dari daerah asal dan metode penyulingan yang digunakan, salah satunya minyak nilam yang berasal dari Palembang yang hanya mengandung kadar *patchouli alcohol* sebesar 23,69% (Nurjanah dkk., 2017). Padahal kandungan *patchouli alcohol* dalam minyak nilam dapat dimaksimalkan hingga 40-50% (Isfaroiny dan Mitarlis, 2005). Langkah konkret yang dapat dilakukan untuk mengatasi rendahnya kadar *patchouli alcohol* tersebut yaitu dengan meningkatkan kualitas produk serta melakukan inovasi sehingga diperoleh komponen turunan atau derivat minyak nilam dengan kemurnian yang tinggi, yang dapat meningkatkan nilai jual dari minyak tersebut. Salah satu produk hilir minyak nilam yaitu minyak nilam dalam bentuk kristal.

Kombinasi proses distilasi fraksinasi dengan proses kristalisasi dengan pendinginan (*cooling crystallization*) mampu menghasilkan kristal PA dengan tingkat kemurnian yang tinggi (Su *et al.*, 2014). Menurut Amrullah dkk. (2017), kondisi distilasi fraksinasi yang sesuai dapat mengubah karakteristik fisiko-kimia antara minyak nilam pada setiap fraksi (*cut*) yang dihasilkan. Proses distilasi fraksinasi dilakukan untuk meningkatkan kadar PA dalam minyak nilam dan kristalisasi merupakan proses pemurnian PA minyak nilam (Gotama dan Mahfud, 2014).

Kristalisasi merupakan suatu proses pemurnian dan pembentukan partikel dalam bentuk padatan yang dihasilkan melalui fasa homogen (Fachry dkk., 2008). Salah satu penentu keberhasilan dari proses kristalisasi ini yaitu tercapainya kondisi supersaturasi. Ketika kondisi supersaturasi telah tercapai, banyak inti kristal baru (nukleus) yang akan terbentuk dan kemudian nukleus tersebut akan tumbuh menjadi kristal baru (*crystal growth*). Kondisi supersaturasi dapat diciptakan melalui metode pendinginan (*cooling crystallization*) (Gotama dan Mahfud, 2015).

Variabel yang mempengaruhi laju pembentukan kristal adalah suhu, viskositas, kecepatan pengadukan/agitasi, kecepatan pendinginan, adanya bahan tambahan dan pengotor, serta tekanan antar permukaan antara pelarut dan zat terlarut (Dewi, 2012; Nurjanah dkk., 2017). Agitasi sering digunakan dalam proses kristalisasi untuk menghasilkan kristal (Mullin, 2001). Menurut Fitriyani

dkk. (2013), dengan dilakukannya pengadukan, bentuk dan ukuran kristal yang dihasilkan cenderung homogen, sedangkan kristal yang dihasilkan tanpa pengadukan cenderung memiliki bentuk dan ukuran kristal yang heterogen.

Kondisi suhu dan kecepatan pengadukan yang digunakan sangat mempengaruhi proses pembentukan kristal. Penurunan suhu akan menginduksi pembentukan kristal secara cepat sehingga dapat menghasilkan kemurnian dan *yield* kristal yang semakin tinggi, sedangkan kecepatan pengadukan dapat meningkatkan laju pertumbuhan kristal dan hasil kristal yang didapat memiliki ukuran yang relatif seragam (Dewi, 2012; Mullin 2001). Penelitian yang telah dilakukan oleh Widyanto dan Nugroho (2010), semakin tinggi kecepatan pengadukan yang digunakan maka semakin tinggi pula kemurnian dan *yield* kristal yang dihasilkan. Sementara penelitian yang dilakukan oleh Mujaddid dan Channifah (2015), semakin tinggi suhu yang digunakan maka laju penurunan *yield* kristal dan laju penurunan kemurnian *patchouli alcohol* semakin cepat menurun. Berdasarkan hal tersebut, metode penelitian yang digunakan dalam penelitian ini yaitu metode *cooling crystallization*.

Penelitian mengenai peningkatan kemurnian *patchouli alcohol* pada proses kristalisasi minyak nilam di Indonesia belum terlalu banyak. Dari penelitian-penelitian terdahulu belum ditemukan kondisi operasi yang paling optimal khususnya yang mengkaji pengaruh kecepatan agitasi (pengadukan) dalam memperoleh kristal *patchouli alcohol* dengan rendemen dan mutu kristal yang tinggi. Oleh karena itu diperlukan penelitian mengenai pengaruh kecepatan pengadukan pada proses kristalisasi terhadap rendemen dan mutu kristal yang didapat. Tujuan dari penelitian ini yaitu untuk mengetahui pengaruh kecepatan pengadukan dalam proses kristalisasi minyak nilam sehingga didapat kristal PA dengan rendemen dan mutu yang baik.

METODE PENELITIAN

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Pasca Panen dan Teknologi Proses FTIP Universitas Padjadjaran, Laboratorium Sentral Universitas Padjadjaran, dan Laboratorium Kimia Fakultas Pendidikan Ilmu Matematika dan IPA Universitas Pendidikan Indonesia. Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah metode deskriptif dengan analisis korelasi-regresi. Proses kristalisasi PA dilakukan menggunakan metode *cooling crystallization* dengan lima variasi kecepatan pengadukan yaitu 20, 40, 60, 80, dan 100 RPM serta satu perlakuan kontrol.

Bahan dan Alat

Bahan baku yang digunakan dalam penelitian ini yaitu minyak nilam yang berasal dari Garut. Adapun bahan kimia yang digunakan yaitu toluene dan dietil eter. Alat yang digunakan dalam proses distilasi fraksinasi minyak nilam adalah *B/R Instrument-Spinning Band Distillation System Model 36-100* yang telah terintegrasi dengan komputer. Sedangkan alat yang digunakan untuk proses kristalisasi dan pengujian mutu antara lain ruang pendingin, *magnetic hot plate stirrer*, *beaker glass*, botol kaca, gelas ukur, seperangkat alat filtrasi vakum lengkap dengan corong *Buchner*, dan kertas saring.

Tahapan Penelitian

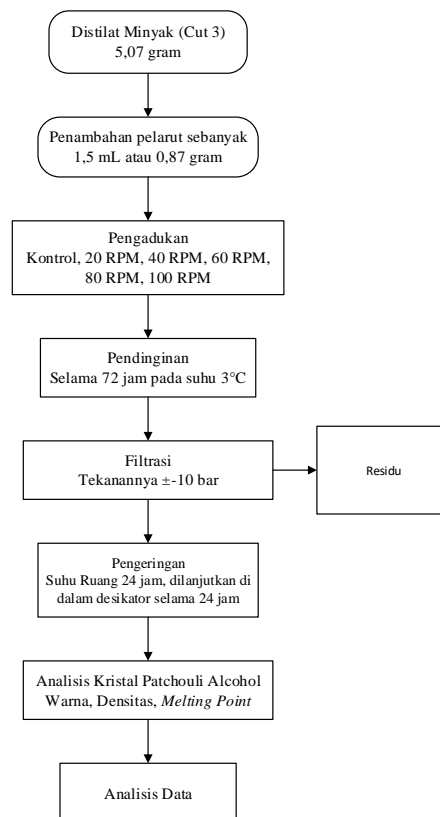
Proses Distilasi Fraksinasi

Minyak nilam kasar hasil penyulingan petani dilakukan proses distilasi fraksinasi untuk mendapatkan kadar *patchouli alcohol* yang tinggi. Pada proses ini digunakan alat distilasi fraksinasi jenis *B/R Instrument-Spinning Band Distillation System Model 36-100*. Jumlah sampel minyak nilam yang digunakan dalam satu kali proses yaitu sebanyak 150 mL. Pada program distilasi fraksinasi rentang suhu yang digunakan diatur untuk menghasilkan tiga fraksi (*cut*), dimana bahan

yang digunakan untuk proses kristalisasi yaitu hanya *cut* 3 saja. Kondisi proses yang digunakan dalam distilasi fraksinasi disajikan pada Tabel 1.

Tabel 1. Kondisi proses distilasi frasinasi

Variabel Proses	Kondisi yang digunakan	Satuan
<i>Run Pressure</i>	10	mmHg
<i>Initial Heat</i>	20	%
<i>Equilibration Time</i>	15	Menit
<i>Refluks Ratio</i>	20 : 1	
<i>Heat Rate</i>	17	%
<i>Condenser Temp.</i>	35	°C
<i>Max Pot Temp.</i>	300	°C
<i>Cut 1</i>	230-283	°C
<i>Cut 2</i>	283-290	°C
<i>Cut 3</i>	290-300	°C
<i>Column Length</i>	90	cm



Gambar 1. Tahapan Proses Kristalisasi

Proses Kristalisasi

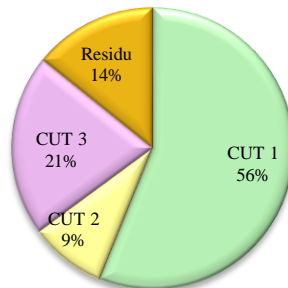
Minyak nilam (distilat) yang baik hasil distilasi fraksinasi ditandai dengan tampilan fisik minyak berwarna kuning muda hingga cokelat kemerahan. Distilat yang digunakan yaitu fraksi (*cut*) 3 dengan kadar *patchouli alcohol* sebesar 60,04%. Metode yang digunakan dalam proses

kristalisasi ini yaitu metode *cooling crystallization* dengan penambahan perlakuan pengadukan. Kecepatan pengadukan yang digunakan dijadikan variabel bebas untuk menentukan karakteristik kristal *patchouli alcohol* yang dihasilkan. Tahapan proses kristalisasi dapat dilihat pada Gambar 1.

HASIL DAN PEMBAHASAN

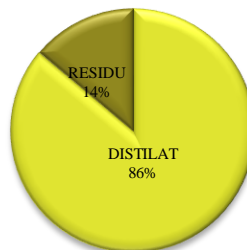
Rendemen Minyak Nilam Hasil Distilasi Fraksinasi

Rendemen yang dihasilkan dari proses distilasi fraksinasi terdiri dari rendemen tiap *cut* dan rendemen total. Pada Gambar 2, dapat dilihat bahwa rendemen tertinggi berada pada *cut* 1 yaitu 56,15%. Hal ini karena pada *cut* 1 masih terdiri dari berbagai komponen, umumnya komponen dengan titik didih yang rendah pada rentang suhu 230°C-283°C. Sementara rendemen terendah berada pada *cut* 2 yaitu 8,76%. Salah satu faktor yang mempengaruhi rendahnya nilai rendemen pada *cut* 2 adalah rentang suhu yang digunakan cukup kecil sehingga hanya komponen-komponen yang berada pada suhu tersebut saja yang masuk kedalam *cut* 2.



Gambar 2. Rendemen Tiap *Cut* pada Proses Distilasi Fraksinasi Minyak Nilam

Gambar 3 menunjukkan rendemen total yang dihasilkan dari proses distilasi fraksinasi, dimana minyak nilam yang dihasilkan tidak seluruhnya terdistilasi. Minyak nilam yang sudah tidak dapat dipisahkan lagi berdasarkan suhu yang telah ditetapkan, bahkan dengan suhu yang tinggi sekali pun akan tertinggal di dalam labu didih yang disebut sebagai residu.

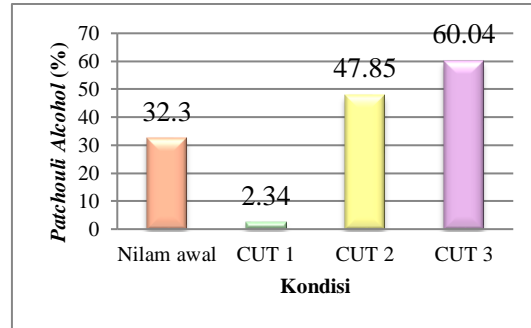


Gambar 3. Rendemen Total pada Proses Distilasi Fraksinasi Minyak Nilam

Kadar *Patchouli Alcohol*

Kadar *patchouli alcohol* merupakan parameter utama dalam menentukan mutu minyak nilam. Minyak nilam yang digunakan berasal dari Garut dengan kadar *patchouli alcohol* sebesar 32,3%. Dari proses distilasi fraksinasi yang dilakukan, diketahui fraksi yang memiliki kadar *patchouli alcohol* tertinggi berdasarkan hasil pengujian GC-MS berada pada *cut* 3. Hal ini didukung oleh pembacaan suhu uap pada mesin distilasi fraksinasi yang konstan yaitu sekitar 290°C-291°C sehingga terjadi pemisahan komponen dengan suhu yang seragam yang diduga merupakan pemisahan komponen *patchouli alcohol*. Selain itu, berdasarkan hasil uji GC-MS pada *cut* 2 komponen terbesar adalah *patchouli alcohol*. Hal ini disebabkan oleh rentang suhu yang digunakan

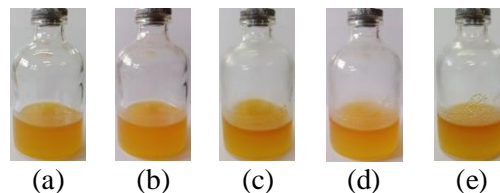
pada *cut* 2 (283°C-290°C) merupakan kisaran suhu titik didih *patchouli alcohol* yaitu berkisar antara 287°C-288°C. Namun jika dibandingkan dari kedua fraksi tersebut, kadar *patchouli alcohol* pada *cut* 3 lebih tinggi yang ditunjukkan pada Gambar 4. Dari hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa semakin tinggi suhu distilasi fraksinasi yang digunakan maka semakin banyak komponen *patchouli alcohol* yang terpisah. Selanjutnya minyak nilam yang akan digunakan untuk tahap berikutnya, yaitu proses kristalisasi minyak nilam, akan digunakan *cut* 3 sebagai bahan baku.



Gambar 4. Kadar *Patchouli Alcohol* Minyak Nilam Hasil Distilasi Fraksinasi

Pengaruh Kecepatan Pengadukan terhadap Laju Pembentukan Kristal

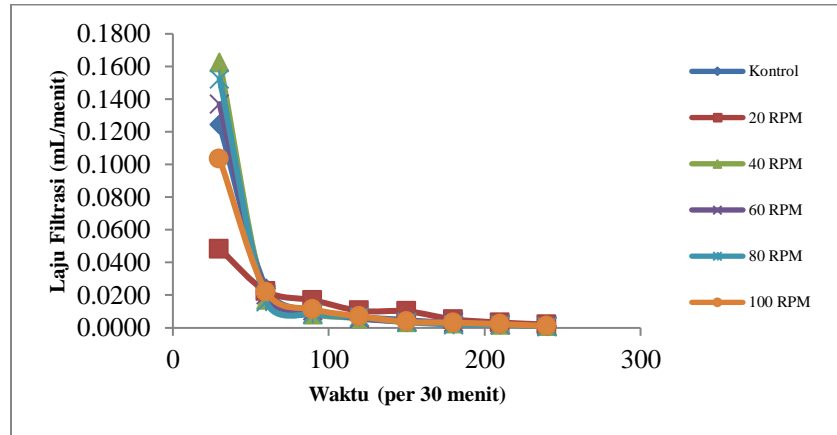
Laju pembentukan kristal merupakan sejumlah kristal yang dihasilkan dalam satuan waktu. Berdasarkan pengamatan yang dilakukan pada keenam perlakuan, endapan kristal mulai terbentuk pada saat bahan telah disimpan di dalam lemari pendingin selama 30 menit, walaupun endapan yang dihasilkan belum seluruhnya sempurna. Perubahan yang cukup signifikan terjadi pada proses pendinginan selama 24 jam. Hasil yang ditunjukkan berupa endapan yang sempurna. Selain terbentuknya endapan yang sempurna, dapat terlihat adanya cairan berwarna *orange* di bagian permukaan endapan. Hal ini menunjukkan bahwa larutan tersebut telah mencapai kondisi lewat jenuh, dimana larutan yang mengandung kristal akan mengendap sementara larutan yang tidak mengandung kristal akan tetap cair. Pengamatan selanjutnya pada pendinginan 48 jam, pemisahan antara endapan dengan cairan *orange* semakin terlihat jelas perbedaannya serta tekstur cairan *orange* lebih cair. Demikian pula pada pengamatan 72 jam, dimana endapan kristal semakin stabil dan tekstur cairan *orange* sangat cair. Berdasarkan hasil pengamatan yang telah dilakukan, pada proses pendinginan 30 menit, 24 jam, 48 jam, dan 72 jam dengan variasi kecepatan pengadukan 20, 40, 60, 80, dan 100 RPM serta satu perlakuan kontrol diperoleh laju pembentukan kristal yang menunjukkan tidak adanya perbedaan yang signifikan. Berdasarkan hasil tersebut, dapat diambil kesimpulan bahwa kecepatan pengadukan tidak berpengaruh terhadap laju pembentukan kristal. Laju pembentukan kristal pada saat dilakukan pendinginan disajikan pada Gambar 5.



Gambar 5. Laju Pembentukan Kristal (a)Sampel setelah dilakukan pengadukan (b)Pendinginan 30 menit (c)Pendinginan 24 jam (d)Pendinginan 48 jam (e)Pendinginan 72 jam
Keterangan : Contoh sampel diambil dari perlakuan kecepatan pengadukan 60 RPM

Pengaruh Kecepatan Pengadukan terhadap Laju Filtrasi

Laju filtrasi merupakan waktu yang dibutuhkan untuk mengumpulkan sejumlah filtrat yang dihasilkan. Besarnya laju filtrasi untuk setiap 30 menit disajikan pada Gambar 6. Berdasarkan hasil pengukuran yang telah dilakukan, diketahui bahwa laju filtrasi tertinggi terjadi pada 30 menit pertama dan mengalami penurunan yang signifikan pada 30 menit selanjutnya. Penurunan tersebut terjadi karena pada awal proses filtrasi bahan masih banyak mengandung cairan sehingga ketika dilakukan filtrasi vakum tetesan pada 30 menit pertama sangat cepat. Pada 30 menit selanjutnya tetesan menjadi lambat dan semakin lambat seiring dengan lamanya waktu filtrasi.



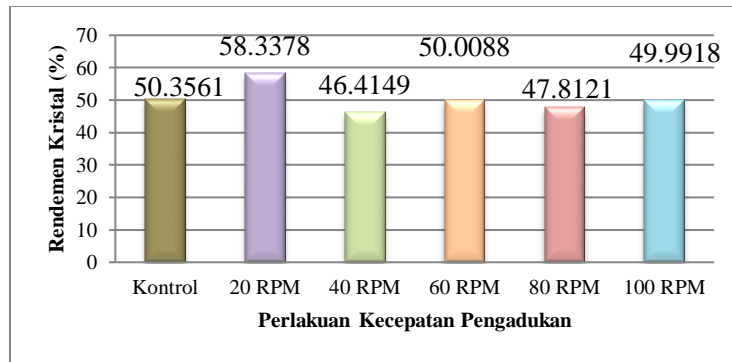
Gambar 6. Laju Filtrasi per 30 Menit

Berdasarkan nilai *R-square*, didapat nilai koefisien korelasi (*r*) dari kelima variasi kecepatan putaran pengadukan yaitu sebesar 0,9860 – 0,9941. Sementara untuk perlakuan kontrol nilai koefisien korelasi nya lebih tinggi yaitu sebesar 0,9963. Perolehan nilai *r* tersebut masuk kedalam kategori keeratan sangat kuat sekali, dimana semua nilai (*r*) dari setiap perlakuan berada pada rentang 0,91-0,99. Keeratan sangat kuat sekali dapat diartikan bahwa semakin lama waktu filtrasi maka laju filtrasi yang dihasilkan semakin rendah karena volume filtrat yang didapat semakin sedikit. Dari hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa variasi kecepatan pengadukan tidak berpengaruh secara nyata terhadap laju filtrasi per 30 menit, hal ini dapat dilihat dengan membandingkan perlakuan kontrol pada kelima perlakuan putaran pengadukan.

Pengaruh Kecepatan Pengadukan terhadap Rendemen Kristal

Rendemen kristal merupakan rendemen yang dihasilkan dari minyak nilam hasil distilasi fraksinasi *cut* 3 hingga terbentuknya kristal nilam. Pada Gambar 7 ditunjukkan bahwa rendemen kristal tertinggi terdapat pada perlakuan kecepatan 20 RPM. Sementara untuk perlakuan kontrol, kecepatan pengadukan 60 RPM dan kecepatan pengadukan 100 RPM memiliki nilai yang tidak jauh berbeda nyata, rata-rata nilai rendemen yang dihasilkan sebesar 50,1189%, sedangkan untuk hasil terendah terdapat pada kecepatan pengadukan 80 RPM dan 40 RPM.

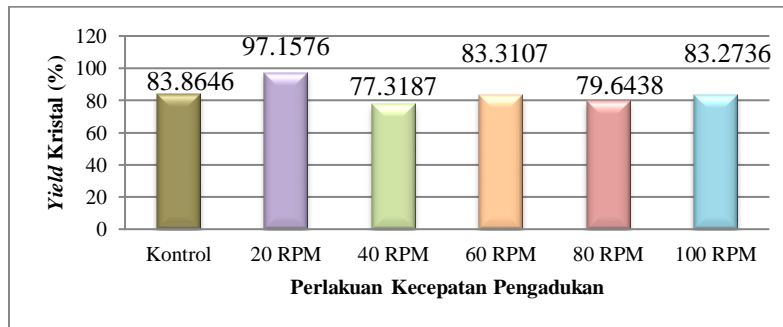
Berdasarkan grafik yang dihasilkan, kecepatan pengadukan tidak berpengaruh secara nyata terhadap rendemen dan mutu kristal nilam. Besarnya nilai rendemen yang dihasilkan dapat dipengaruhi oleh laju filtrasi. Semakin rendah laju filtrasi yang dihasilkan maka rendemen kristal yang dihasilkan semakin tinggi, begitu juga sebaliknya. Hal ini dikarenakan semakin sedikit filtrat yang dihasilkan maka kristal yang didapat memiliki massa yang lebih besar, tekstur yang menggumpal, sedikit basah, dan warna kristal lebih kuning. Kondisi tersebut merupakan indikasi bahwa masih ada cairan induk yang belum terpisah dari kristal.



Gambar 7. Grafik Hasil Pengukuran Rendemen Kristal

Pengaruh Kecepatan Pengadukan terhadap Yield Patchouli Alcohol

Yield berbeda dengan rendemen. Jika rendemen merupakan nilai bahan *ouput* dibagi dengan bahan *input*, maka *yield* merupakan nilai per kontainnya. Dari Gambar 8 ditunjukkan hasil *yield* tertinggi terdapat pada perlakuan kecepatan pengadukan 20 RPM. Nilai *yield* yang semakin tinggi ini dipengaruhi oleh kecepatan pengadukan yang digunakan. Dengan adanya pengadukan maka menimbulkan kontak antara molekul dietil eter sebagai pelarut dan *patchouli alcohol* sehingga *patchouli alcohol* larut dalam dietil eter dan jika dilakukan pendinginan maka *patchouli alcohol* tersebut akan membentuk kristal. Selain itu dengan adanya pengadukan, proses pemisahan cairan induk (*mother liquor*) dari dalam kristal semakin baik dan menghasilkan kristal yang lebih murni.



Gambar 8. Grafik Hasil Pengukuran Yield Patchouli Alcohol

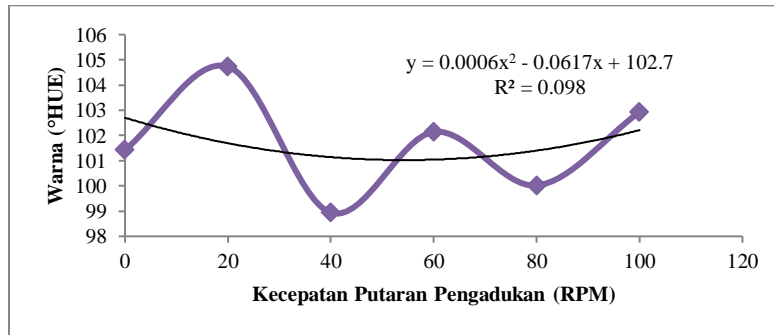
Pada Gambar 9 dapat dilihat bahwa semakin tinggi kecepatan pengadukan, *yield* yang didapat cenderung konstan, namun ukuran kristal yang dihasilkan semakin kecil. Hal ini dapat terjadi karena dengan semakin tingginya kecepatan pengadukan akan menyebabkan inti-inti kristal yang telah terbentuk akan menyebar dan tidak akan saling bergabung membentuk kristal dengan ukuran yang lebih besar. Inti-inti kristal yang tersebar cenderung untuk melarut kembali dalam dietil eter daripada membentuk inti kristal.

Pengaruh Kecepatan Pengadukan terhadap Warna

Menurut Guenther (1949), *patchouli alcohol* dalam bentuk kristal memiliki warna putih, maka semakin putih warna kristal nilam menandakan kandungan *patchouli alcohol* yang semakin tinggi. Berdasarkan hasil uji derajat warna, menunjukkan nilai °HUE kristal nilam berada pada rentang 98,94°-104,73° dengan warna kromatis *Yellow*.

Pada Gambar 9 ditunjukkan bahwa nilai °HUE tertinggi terdapat pada perlakuan kecepatan pengadukan 20 RPM, sedangkan nilai °HUE terendah terdapat pada perlakuan kecepatan pengadukan 40 RPM. Hasil ini sesuai dengan laju filtrasi yang dihasilkan, dimana perlakuan

kecepatan 20 RPM memiliki laju filtrasi terendah dengan kristal yang dihasilkan berwarna agak kuning dibandingkan perlakuan lainnya sehingga nilai warna kromatiknya tinggi. Sebaliknya, perlakuan kecepatan pengadukan 40 RPM memiliki nilai °HUE terendah. Hal ini terlihat pada laju filtrasi yang tinggi, yang menandakan pemisahan cairan induk dengan kristal berlangsung dengan baik.



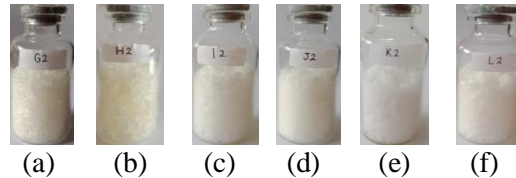
Gambar 9. Grafik Hasil Pengukuran Warna Kristal Nilam

Nilai L^* yang semakin besar menunjukkan warna bahan tersebut semakin cerah. Secara keseluruhan perlakuan kecepatan pengadukan 80 RPM memiliki tingkat kecerahan yang paling tinggi. Sementara berdasarkan nilai b^* , menunjukkan perbedaan warna antara biru jika nilai yang dihasilkan minus ($-b^*$) dan kuning jika nilai yang dihasilkan positif (b^*). Berdasarkan hasil uji warna yang didapat, nilai b^* untuk semua perlakuan memiliki nilai positif. Nilai b^* yang semakin besar menandakan bahwa kristal nilam yang dihasilkan warnanya semakin kuning. Pada Tabel 2, dapat dilihat bahwa perlakuan kecepatan pengadukan 80 RPM memiliki nilai b^* terendah dan warna yang paling cerah.

Tabel 2. Warna Kromatis Kristal Nilam

Sampel		L^*	a^*	b^*	HUE
Kont-rol (G)	G1	69,74	-1,43	6,33	102,71
	G2	69,71	-1,43	5,66	104,21
	G3	73,08	-0,80	6,22	97,37
20 RPM (H)	H1	65,62	-1,61	6,30	104,35
	H2	46,12	-2,15	7,92	105,19
	H3	55,62	-2,15	8,24	104,64
40 RPM (I)	I1	76,40	-0,72	4,32	99,45
	I2	75,65	-0,88	4,95	100,10
	I3	70,74	-0,84	6,56	97,27
60 RPM (J)	J1	79,94	-0,70	3,28	102,01
	J2	77,98	-1,20	4,22	105,84
	J3	71,18	-1,21	8,00	98,58
80 RPM (K)	K1	76,23	-1,09	5,02	102,26
	K2	74,05	-0,57	6,11	95,35
	K3	81,89	-0,70	3,19	102,44
100 RPM (L)	L1	74,15	-1,54	7,61	101,41
	L2	76,30	-1,25	5,00	103,98
	L3	69,66	-2,15	9,00	103,41

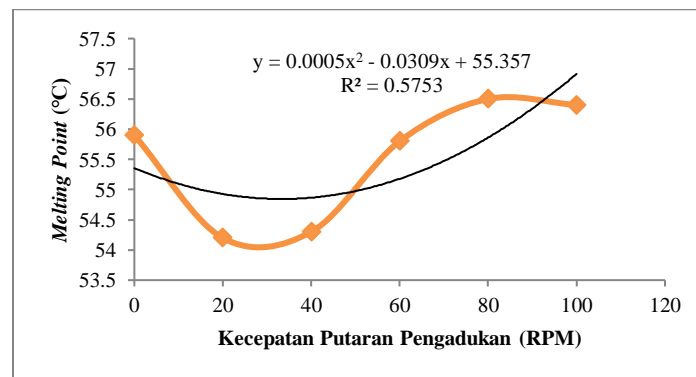
Nilai koefisien korelasi diperoleh nilai r sebesar 0,3130 dan masuk kedalam kategori 0,21-0,40 dengan koefisien korelasi yang memiliki sifat keamatan lemah. Keamatan lemah menunjukkan bahwa kecepatan pengadukan memiliki hubungan yang tidak terlalu mempengaruhi warna kristal yang dihasilkan. Hal ini diperkuat pula oleh hasil yang didapat, dimana hasil uji kromatisitas warna pada variasi kecepatan putaran pengadukan tidak jauh berbeda dengan perlakuan kontrol. Hasil kristal nilam ditunjukkan pada Gambar 10.



Gambar 10. Hasil Kristal Akhir (a) Kontrol, (b) 20 RPM, (c) 40 RPM, (d) 60 RPM, (e) 80 RPM, dan (f) 100 RPM

Pengaruh Kecepatan Pengadukan terhadap *Melting Point*

Melting point atau titik leleh merupakan temperatur dimana suatu zat padat dalam pipa kapiler mengalami perubahan wujud menjadi zat cair. Suhu titik leleh akan semakin tinggi seiring berat molekul bahan yang semakin berat. Gambar 11 dapat dilihat bahwa perlakuan kecepatan pengadukan 80 RPM memiliki titik leleh tertinggi yaitu sebesar 56,5°C. Hal ini sesuai dengan pernyataan Guenther (1949) dimana kristal nilam memiliki titik leleh 56°C. Penentuan indikator kemurnian suatu zat dapat dilihat dari perbandingan hasil uji suhu titik leleh yang dilakukan dengan suhu titik leleh menurut literatur, dimana perbedaan suhu titik leleh tersebut tidak terlalu besar (Radisa dkk., 2016). Berdasarkan suhu titik leleh yang dihasilkan dari uji *melting point* dapat diambil kesimpulan bahwa perlakuan kecepatan pengadukan 60, 80, dan 100 RPM memiliki tingkat kemurnian yang baik, namun dari semuanya perlakuan kecepatan pengadukan 100 RPM menjadi perlakuan terbaik sebab memiliki nilai suhu terdekat dengan literatur.

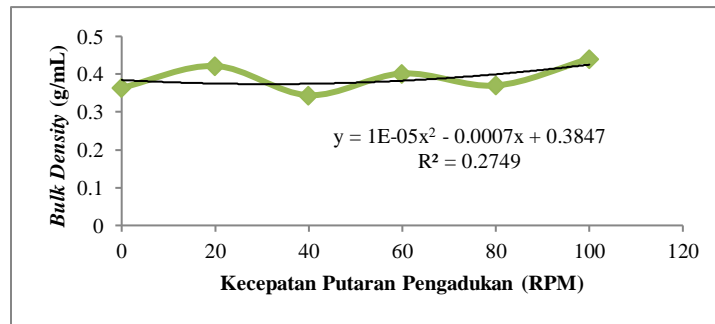


Gambar 11. Grafik Hasil Pengukuran *Melting Point* Kristal Nilam

Dilihat dari nilai koefisien korelasi (r) diperoleh nilai sebesar 0,7585. Nilai tersebut berada pada rentan 0,71-0,90 dengan sifat keamatan yang kuat sekali. Hubungan yang dihasilkan menunjukkan bahwa kecepatan pengadukan cukup mempengaruhi *melting point* kristal yang dihasilkan. Penggunaan pengadukan dapat membantu memisahkan komponen kristal dengan cairan induk sehingga kristal yang dihasilkan diduga memiliki berat komponen yang tinggi. Selain itu, dengan dilakukannya pengadukan dapat meningkatkan titik leleh kristal nilam. Pada perlakuan kontrol suhu titik leleh yang didapat sebesar 55,9 °C, sementara dengan dilakukan pengadukan maka suhu titik leleh yang dihasilkan semakin tinggi dan semakin mendekati suhu literatur.

Pengaruh Kecepatan Pengadukan terhadap Densitas

Densitas yaitu massa bahan per total volume yang ditempati bahan dalam suatu wadah, termasuk juga ruang antar bahan. Hasil pengukuran densitas pada Gambar 12, menunjukkan bahwa nilai densitas tertinggi yaitu pada perlakuan kecepatan pengadukan 100 RPM sebesar 0,4405 g/mL. Menurut Gotama dan Mahfud (2014), semakin besar nilai densitas yang dihasilkan maka kadar *patchouli alcohol* nya pun semakin meningkat. Hasil ini dinilai cukup kecil, karena nilai yang dihasilkan jauh lebih kecil daripada densitas minyak nilam sendiri yaitu sebesar 1,047 g/mL. Padahal seperti yang diketahui bahwa nilam dalam bentuk kristal memiliki tingkat kemurnian yang lebih baik dibandingkan nilam dalam bentuk minyak. Dilihat dari variasi kecepatan pengadukan, tidak terjadi perbedaan nilai densitas yang signifikan antara perlakuan kontrol dengan perlakuan variasi kecepatan pengadukan. Salah satu faktor yang dapat mempengaruhi hasil uji densitas ini yaitu adanya celah antar partikel. Pada saat dilakukan uji densitas *bulk density*, bahan yang dimasukkan ke dalam gelas ukur meskipun sudah ditepuk-tepuk tetap saja memiliki celah yang akhirnya terhitung sebagai volume bahan. Selain celah antar partikel, kemungkinan struktur bagian dalam kristal sendiri ada yang tidak padat (bolong) sehingga semakin memperbesar kemungkinan terjadinya volume bahan yang ikut terhitung. Pengukuran *bulk density* ini berguna dalam perencanaan volume daya tampung atau volume kemasan.



Gambar 12. Grafik Hasil Pengukuran Densitas Kristal Nilam

Nilai koefisien korelasi (r) yang diperoleh sebesar 0,5243. Nilai tersebut masuk kedalam kategori keamatan kuat dengan rentan nilai antara 0,41-0,70. Hal ini menunjukkan bahwa variasi kecepatan pengadukan cukup berpengaruh terhadap densitas suatu bahan.

KESIMPULAN

Proses kristalisasi minyak nilam dapat meningkatkan kemurnian *patchouli alcohol* yang dihasilkan. Namun, penambahan perlakuan pengadukan pada proses kristalisasi tidak berpengaruh secara nyata terhadap mutu kristal nilam. Perlakuan kecepatan pengadukan 100 RPM dinilai yang paling baik karena memiliki suhu *melting point* dan densitas yang lebih tinggi dibandingkan perlakuan lainnya.

DAFTAR PUSTAKA

- Aisyah, Y., P. Hastuti., H. Sastrohamidjojo., dan C. Hidayat. 2008. *Komposisi Kimia dan Sifat Antibakteri Minyak Nilam (Pogostemon cablin)*. Majalah Farmasi Indonesia, 19(3) : 151-156.
- Amrullah, R., S. Nurjanah, A. Widyasanti, dan M. Muhaemin. 2017. *Kajian Pengaruh Rasio Refluks Terhadap Karakteristik Minyak Nilam Hasil Distilasi Fraksinasi*. Jurnal Teknotan, 11 (2) : 77-88.

- Dewi, S. R. 2012. *Kristalisasi*. Terdapat pada http://shintarosalia.lecture.ub.ac.id/files/2012/05/srd_kristalisasi.pdf. Diakses pada 5 Januari 2018 pukul 22.15 WIB.
- Fachry, A. R., J. Tumanggor, dan N. P. E. Yuni. 2008. *Pengaruh Waktu Kristalisasi Dengan Proses Pendinginan Terhadap Pertumbuhan Kristal Amonium Sulfat Dari Larutannya*. Jurnal Teknik Kimia, 15 (2) : 9-16.
- Fitrony, R. Fauzi, L. Qadariyah, dan Mahfud. 2013. *Pembuatan Kristal Tembaga Sulfat Pentahidrat ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) dari Tembaga Bekas Kumparan*. Jurnal Teknik Pomits, 2 (1) : 121-125..
- Gotama, B. dan Mahfud. 2014. *Studi Peningkatan Nilai Tambah Produk Minyak Nilam*. Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia. Fakultas Teknologi Industri. Institut Teknologi Sepuluh Nopember. Surabaya.
- Gotama, B. dan Mahfud. 2015. *Pengaruh Teknik Seeding terhadap Yield Kristal pada Kristalisasi Patchouli Alcohol dari Minyak Nilam*. Seminar Nasional Teknologi (SENATEK) 2015. Fakultas Teknologi Industri. Institut Teknologi Sepuluh Nopember. Surabaya.
- Guenther, E. 1949. *The Essential oils Volume II*. New York: D. Van Nostrand Company, Inc.
- Harunsyah. 2011. *Peningkatan Mutu Minyak Nilam Rakyat Melalui Proses Pemurnian*. Jurnal Tekhnologi, 11(1) : 1-7.
- Isfaroiny, R. dan Mitarlis. 2005. *Peningkatan Kadar Patchouli Alcohol Pada Minyak Nilam (*Pogostemon cablin Benth*) dengan Metode Distilasi Fraksinasi Vakum*. Berk. Penel. Hayati : 10 (123-127).
- Mujaddid, F. dan Chanifah. 2015. *Kristalisasi Patchouli Alcohol (Minyak Nilam) Dengan Metode Cooling Crystallization*. Fakultas Teknologi Indusri. Institut Teknologi Sepuluh Nopember. Surabaya. Skripsi.
- Mullin, J. W. 2001. *Crystallization, 4 ed*. Emeritus Professor of Chemical Engineering : University of London.
- Nurjanah, S., M. Muhaemin, dan A. Widyasanti. 2017. *Laporan Akhir Tahun :Rekayasa Produksi Nilam Kristal Guna Meningkatkan Ekspor Komoditi Hilir Minyak Atsiri*. Universitas Padjadjaran. Jatinangor.
- Ramya, H. G., Palanimuthu V., dan S. Rachna. 2013. *An Introduction to Patchouli (*Pogostemon cablin Benth*) – A Medical and Aromatic Plant : It's Importance to Mankind*. Agricultural Engineering International. CIGR Journal, 15 (2) : 243-250.
- Su, Z. Q., X. L. Wu, M. J. Bao, C. W. Li, S. Z. Kong, Z. R. Su, X. P. Lai, Y. C. Li, dan J. N. Chen. 2014. *Isolation of (-)-Patchouli Alcohol from Patchouli Oil by Fractional Distillation and Crystallization*. Tropical Journal of Pharmaceutical Research, 13 (3) : 359-363.
- Yudistira, A., dan N. Sufianti. 2009. *Kristalisasi Minyak Nilam Melalui Peningkatan Kadar Patchouli Alcohol Dengan Metode Distilasi Vakum, Distilasi Uap, dan Destilasi Dengan Metode Aerasi*. Fakultas Teknologi Industri. Institut Teknologi Sepuluh Nopember. Surabaya. Skripsi.
- Widyanto, D. dan Nugroho, S. P. 2010. *Pengaruh Kecepatan Pengadukan dan Volume Pelarut Pada Kristalisasi Patchouli Alcohol Dengan Metode Distilasi Vakum*. Fakultas Teknologi Industri. Institut Teknologi Sepuluh Nopember. Surabaya. Skripsi.