

## PEMBUATAN KAFEIN BENZOAT SECARA SEMISINTETIS DARI SERBUK TEH KAYU ARO

Fitra Fauziah<sup>1)</sup>, Zulharmita<sup>1)</sup>, Wahyu Ningsih<sup>1)</sup>

<sup>1)</sup>. Sekolah Tinggi Ilmu Farmasi (STIFARM) Padang.

Email: [Ningsihwahyu852@yahoo.co.id](mailto:Ningsihwahyu852@yahoo.co.id)

### ABSTRACT

Caffeine benzoate semisynthetics had been created from tea powder which was produced by PTP Nusantara VI Kayu Aro, District of Kerinci, Province of Jambi. Caffeine was isolated from 25 grams of tea powder by fractionated and crystallized to obtain 102 mg of caffeine crystals. Caffeine crystals isolated as much as 50 mg reacted with 32 mg of benzoic acid the result was 30 mg of caffeine benzoate. Caffeine benzoate was characterized which organoleptic form was fine powder, greenish-white color, bitter taste, and distinctive odor. Melting point was 196 °C. Infrared spectrum showed group O-H at wave number 2700-2500 cm<sup>-1</sup>, which it did not show on spectrum caffeine crystals. The maximum absorption wavelength was obtained 273.5 nm. Profile of thin-layer chromatography which stationary phase silika gel 60 F<sub>254</sub> and mobile phase chloroform : ethanol (99:1) was obtained Rf value 0.35.

**Keywords:** Caffeine Benzoate, Semisynthetics, Tea Powder Kayu Aro.

### ABSTRAK

Kafein benzoat telah dibuat secara semisintetis dari serbuk teh yang diproduksi oleh PTP Nusantara VI Kayu Aro yang terletak di Kecamatan Kayu Aro, Kabupaten Kerinci, Propinsi Jambi. Kafein diisolasi dari 25 gram sampel serbuk teh dengan cara difraksinasi dan dikristalisasi sehingga diperoleh 102 mg kristal kafein. Kristal kafein hasil isolasi sebanyak 50 mg direaksikan dengan 32 mg asam benzoat hasilnya adalah 30 mg kafein benzoat. Kafein benzoat dikarakterisasi dengan organoleptis yaitu bentuk serbuk halus, warna putih kehijauan, rasa pahit, bau khas. Titik leleh yaitu 196 °C. Spektrum inframerah menunjukkan adanya gugus O-H asam pada bilangan gelombang 2700-2500 cm<sup>-1</sup>, dimana gugus fungsi ini tidak ada pada spektrum kristal kafein. Panjang gelombang serapan maksimum diperoleh 273,5 nm. Profil kromatografi lapis tipis dengan fase diam silika gel 60 F<sub>254</sub> dan fase gerak kloroform : etanol (99:1) menunjukkan nilai Rf 0,35.

**Kata Kunci:** Kafein Benzoat, Semisintetis, Serbuk Teh Kayu Aro.

---

### PENDAHULUAN

Teh (*Camellia sp*) merupakan tanaman yang sering dikonsumsi sebagai minuman yang diperoleh dari seduhan serbuk teh. Serbuk teh diperoleh dari daun teh yang telah mengalami pengolahan. Daun teh diolah melalui proses pelayuan, penggilingan, fermentasi dan pengeringan sehingga menghasilkan serbuk teh hitam. Teh memiliki aroma yang khas dan rasa yang agak sepat. Selain itu, teh juga memiliki kandungan senyawa-senyawa bermanfaat seperti polifenol, teofillin, tanin, vitamin C dan E, serta katekin, sehingga teh memiliki berbagai manfaat yang baik bagi tubuh, seperti sebagai antioksidan, memperbaiki sel-sel yang rusak, menghaluskan kulit, melangsingkan tubuh, mencegah kanker, mencegah

penyakit jantung, mengurangi kolesterol dalam darah, dan melancarkan sirkulasi darah (Soraya, 2007).

Teh juga mengandung kafein dalam dosis kecil dapat meningkatkan kewaspadaan, menghilangkan kantuk, mengurangi kelelahan dan sebagai diuretik (Smith, 2002). Efek samping dari kafein berhubungan dengan stimulan susunan saraf pusat seperti pusing, meningkatkan detak jantung, kecemasan, tremor dan insomnia, serta juga dapat menyebabkan iritasi saluran gastrointestinal, diare, mual dan muntah (Nawrot *et al.*, 2003).

Efek rangsangan teh disebabkan oleh adanya kafein yang berkaitan dengan tanin yang juga terkandung dalam daun teh. Karena kafein mudah larut dalam air panas, maka kafein yang terkandung dalam

daun teh akan ikut terbawa dalam suasana panas (Fulder, 2004).

Bagian yang paling banyak mengandung kafein pada tanaman teh adalah daunnya. Kadar kafein yang terkandung dalam daun teh yaitu sebesar 1-5 % (Atomssa & Gholap, 2010). Kafein merupakan alkaloid turunan xantin, yaitu 1,3,7-trimetilxantin bersifat basa lemah dan garamnya mudah terurai dalam air. Isolasi kafein dalam teh dapat dilakukan dengan cara kristalisasi (Pavia *et al.*, 1988).

Isolasi adalah proses pengambilan atau pemisahan suatu zat dari suatu bahan alam dengan menggunakan suatu pelarut yang sesuai. Kelarutan suatu zat didalam pelarut tergantung dari ikatannya apakah polar atau nonpolar. Bahan-bahan organik tidak selalu larut dalam air, oleh karena itu dapat dipisahkan dengan menggunakan corong pemisah (Djamal, 2010).

Kristalisasi adalah suatu teknik pemurnian. Kristalisasi dapat didefinisikan sebagai tahap perubahan dimana produk yang berupa kristal diperoleh dari suatu larutan multi komponen yang membentuk fase tunggal homogen. Syarat suatu larutan agar dapat mengkristalisasi adalah larutan telah mencapai lewat jenuh. Cara yang dapat dilakukan untuk mencapai kondisi lewat jenuh tersebut diantaranya dengan perubahan temperatur dan penguapan pelarut (Myerson, 2007).

Beberapa penelitian tentang isolasi kafein telah dilakukan seperti penelitian tentang karakterisasi kafein yang diisolasi dari daun *Camellia sinensis* dari wilayah Himalaya. Karakterisasi yang diperoleh dari senyawa kafein hasil isolasi adalah sama dengan kafein standar (Verma, 2010). Penelitian tentang isolasi kafein dari daun teh sehingga diperoleh kafein dalam bentuk kristal kafein. Setelah itu direaksikan dengan asam salisilat sehingga diperoleh derivat kafein dalam bentuk kafein salisilat (Pavia *et al.*, 1988). Penelitian lainnya yaitu tentang analisis kuantitatif natrium benzoat dan kafein dalam campuran biner menggunakan orde

pertama derivatif spektrofotometri. Hasil yang diperoleh dari penelitian ini, antara natrium benzoat dan kafein memiliki panjang gelombang yang berbeda (Hadkar, 2014).

Berdasarkan hal tersebut, maka dilakukan penelitian tentang pembuatan kafein benzoat secara semisintetis dari serbuk teh Kayu Aro. Semisintetis disini artinya senyawa obat yang bahan dasarnya berasal dari alam yang dibuat secara sintetis (Siswandono & Soekardjo, 1995). Pembuatan kafein benzoat diawali dengan isolasi senyawa kafein dari serbuk teh Kayu Aro dengan menggunakan metode kristalisasi, kemudian hasil kristal kafein yang diperoleh direaksikan dengan asam benzoat sehingga diperoleh kafein benzoat.

Kafein dan natrium benzoat biasanya dibuat dalam suatu injeksi yang jernih dan non pirogen. Natrium benzoat ditambahkan untuk meningkatkan kelarutan kafein. Injeksi ini digunakan secara intramuskular dan intravena untuk penanganan efek depresi pernafasan oleh over dosis obat depresan susunan saraf pusat (Sowmya *et al.*, 2011). Kafein benzoat yang dibuat secara semisintetis ini diharapkan dapat digunakan sebagai stimulan sistem saraf pusat serta mampu mengurangi efek over dosis pada orang yang mengkonsumsi alkohol. Setelah itu kafein benzoat yang dihasilkan dikarakterisasi dengan uji organoleptik, pengujian titik leleh, pemeriksaan spektrum inframerah dan penentuan panjang gelombang maksimum serta pemeriksaan kemurnian dengan kromatografi lapis tipis (KLT).

## METODE PENELITIAN

### Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah Spektrofotometer inframerah (*Perkin Elmer*), Spektrofotometer UV-Vis (*Shimadzu UV mini-1240*), Spektrofotometer UV doublebeam (*Shimadzu UV-1800*), timbangan analitik (*Precisa XB 220A*), kertas saring, *melting point apparatus* (*Stuart*), *rotary*

*evaporator (IKA RV 10)*, plat KLT (silika gel 60 F<sub>254</sub>) (Merck) dan alat-alat gelas yang menunjang penelitian seperti: Erlenmeyer (Iwaki), batang pengaduk, pipet tetes, corong (Iwaki), gelas ukur (Iwaki), corong pisah (Iwaki), labu ukur (Iwaki), gelas piala (Iwaki), pipet ukur (Iwaki), chamber (Camag) dan pipet gondok (Iwaki).

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sampel dari serbuk teh Kayu Aro (PTP Nusantara VI Kayu Aro), kafein murni (Kimia Farma), aquadest (Brataco), kalsium karbonat (CaCO<sub>3</sub>) (Merck), metilen klorida (CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>) (Merck), magnesium sulfat (MgSO<sub>4</sub>) anhidrat (Merck), kloroform (CHCl<sub>3</sub>) (Merck), etanol (CH<sub>3</sub>OH) (Merck), petreoleum eter (Brataco), asam benzoat (C<sub>7</sub>H<sub>6</sub>O<sub>2</sub>) (Merck), toluen (C<sub>7</sub>H<sub>8</sub>) (Merck), asam klorida (HCl) (Merck), kalium klorat (KClO<sub>3</sub>) (Merck), ammonium hidroksida (NH<sub>4</sub>OH) (Merck), natrium hidroksida (NaOH) (Merck) dan aseton (C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O) (Merck).

## Prosedur

### Pengambilan Sampel

Sampel yang digunakan adalah serbuk teh Kayu Aro yang diproduksi oleh PTP Nusantara VI Kayu Aro, *Exp. Date* Oktober 2017.

### Persiapan Sampel

Timbang serbuk teh sebanyak 25 gram, dimasukkan ke dalam gelas piala, ditambahkan aquadest 250 mL. Masukkan CaCO<sub>3</sub> 10 gram dan dipanaskan hingga mendidih. Setelah mendidih dilanjutkan pemanasan selama lebih kurang 20 menit sambil diaduk, kemudian disaring selagi panas, filtrat didinginkan (Pavia *et al.*, 1988).

### Isolasi Kafein

Filtrat dimasukan ke dalam corong pisah seterusnya diekstrak dengan 50 mL CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>. Kocok perlahan, selanjutnya diamkan sampai memisah menjadi dua lapisan, lapisan bawah masukan dalam

erlenmeyer, sisa yang masih tinggal di dalam corong pisah dibilas dengan 50 mL CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> kocok lebih kurang selama 5 menit kemudian didiamkan, ambil kembali lapisan bawahnya, gabungkan dengan masa pertama pada erlenmeyer (Pavia *et al.*, 1988).

Tambahkan larutan dengan 10 gram MgSO<sub>4</sub> anhidrat kocok perlahan kemudian didiamkan, pisahkan dengan hati-hati, masukkan ke dalam erlenmeyer. Ulang kembali dengan penambahan MgSO<sub>4</sub> anhidrat sisa yang tinggal tadi kemudian saring gabungkan dengan massa pertama. Selanjutnya diuapkan dengan *rotary evaporator* hingga diperoleh ekstrak berwarna coklat (Pavia *et al.*, 1988).

### Kristalisasi Kafein

Ekstrak yang terbentuk didalam labu *rotary* ditambahkan 10 mL CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>, sisa ekstrak yang tertinggal ditambah dengan 5 mL CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> campurkan, masukkan dalam cawan penguap dan panaskan dengan penangas air sampai kering sehingga didapat ekstrak kering. Tambahkan 5 mL aseton, panaskan sampai larut. Selanjutnya pada larutan aseton ditambah petroleum eter tetes demi tetes sampai larutan menjadi keruh. Dinginkan dan saring hingga didapat kristal. Uapkan kembali sisa dari filtrat kemudian saring dan gabungkan hasil kristal yang didapat. Kristal yang didapat merupakan kafein kasar, lalu timbang (Pavia *et al.*, 1988).

### Identifikasi Kafein

#### 1. Uji organoleptik

Meliputi: bentuk, warna, bau dan rasa.

#### 2. Pemeriksaan titik leleh

Ambil sedikit kafein hasil kristalisasi ditotolkan kedalam pipa kapiler tempatkan pada alat *Melting Point Apparatus*, lalu amati suhu leleh.

#### 3. Reaksi kimia

Dengan reaksi Murexid, larutkan kurang lebih 5 mg kafein hasil kristalisasi dalam 1 mL HCl pekat dalam cawan penguap, tambahkan 50 mg KClO<sub>3</sub>, uapkan diatas tangas air hingga kering. Balikkan cawan diatas bejana berisi

beberapa tetes  $\text{NH}_4\text{OH}$  6 N hingga berwarna merah violet yang hilang dengan penambahan larutan alkali kuat ( $\text{NaOH}$ ).

**4. Pemeriksaan spektrum dengan spektrofotometer inframerah**

Ambil sedikit kafein hasil kristalisasi tambahkan dengan KBr dalam lumpang, gerus sampai homogen, kemudian buat pelet yang tipis dengan bantuan alat penekan kemudian amati spektrumnya.

**5. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum dengan Spektrofotometer UV**

**a. Pembuatan Larutan Induk kafein**

Ditimbang sebanyak 50 mg kafein, dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL. Kemudian cukupkan dengan kloroform hingga tanda batas dan dihomogenkan, didapat konsentrasi 1000  $\mu\text{g}/\text{mL}$ . Buat larutan kafein dengan konsentrasi 100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ . Pipet larutan induk kafein konsentrasi 1000  $\mu\text{g}/\text{mL}$  sebanyak 2,5 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL dan kemudian cukupkan dengan kloroform hingga tanda batas (Maramis *et al.*, 2013).

**b. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kafein**

Dibuat larutan kafein dengan konsentrasi 6  $\mu\text{g}/\text{mL}$ . Pipet larutan kafein 100  $\mu\text{g}/\text{mL}$  sebanyak 0,6 mL, masukkan kedalam labu ukur 10 mL dan cukupkan dengan kloroform sampai tanda batas lalu dihomogenkan. Ukur panjang gelombang maksimum kafein, dengan spektrofotometer UV pada rentang panjang gelombang 200-400 nm (Maramis *et al.*, 2013).

**Pembuatan Kafein Benzoat Secara Semisintetis**

Timbang 50 mg kafein, 32 mg asam benzoat lalu masukkan kedalam cawan penguap, ditambah 4 mL toluen. Panaskan diatas penangas air pada suhu (60 – 90 °C) sambil diaduk-aduk, lalu tambahkan petroleum eter tetes demi tetes kemudian

dinginkan hingga terbentuk kristal. Setelah didapat kristal tadi maka dilakukan pemisahan dengan filtrasi vacum. Hasil yang didapat masukkan kedalam vial (Pavia *et al.*, 1988).

**Karakterisasi Kafein Benzoat**

**1. Uji organoleptik**

Meliputi: bentuk, warna, bau dan rasa.

**2. Pemeriksaan titik leleh**

Ambil sedikit kafein benzoat hasil kristalisasi ditotolkan kedalam pipa kapiler tempatkan pada alat *Melting Point Apparatus*, lalu amati suhu leleh.

**3. Pemeriksaan spektrum dengan spektrofotometer inframerah**

Ambil sedikit kafein benzoat hasil kristalisasi tambahkan dengan KBr dalam lumpang, gerus sampai homogen, kemudian buat pelet yang tipis dengan bantuan alat penekan kemudian amati spektrumnya.

**4. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum dengan Spektrofotometer UV**

**a. Pembuatan Larutan Induk Kafein Benzoat**

Ditimbang sebanyak 10 mg kafein benzoat, dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL. Kemudian cukupkan dengan kloroform hingga tanda batas dan dihomogenkan, didapat konsentrasi 1000  $\mu\text{g}/\text{mL}$ . Buat larutan kafein benzoat dengan konsentrasi 100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ . Pipet larutan induk kafein benzoat konsentrasi 1000  $\mu\text{g}/\text{mL}$  sebanyak 2,5 mL, dimasukkan kedalam labu ukur 25 mL dan kemudian cukupkan dengan kloroform hingga tanda batas.

**b. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kafein Benzoat**

Dibuat larutan kafein benzoat dengan konsentrasi 6  $\mu\text{g}/\text{mL}$ . Pipet larutan kafein benzoat 100  $\mu\text{g}/\text{mL}$  sebanyak 0,6 mL, masukkan kedalam labu ukur 10 mL, dan cukupkan dengan kloroform sampai tanda batas lalu dihomogenkan. Ukur panjang gelombang maksimum

- kafein benzoat, dengan spektrofotometer UV pada rentang panjang gelombang 200-400 nm.
5. Pemeriksaan kemurnian dengan plat KLT silika gel 60 F<sub>254</sub>  
 Siapkan larutan kafein pembanding 1000 µg/mL dan kafein hasil kristalisasi serta kafein benzoat diambil hasil kristal yang telah diencerkan dalam 25 mL. Kemudian siapkan plat KLT 10 x 8 cm, buat masing-masing garis penotolan 1 cm dari tepi atas dan 1 cm dari tepi bawah. Larutan kafein pembanding 1000 µg/mL dan kafein hasil kristalisasi serta kafein benzoat diambil hasil kristal yang diencerkan dalam 25 mL yang telah disiapkan, ditotolkan pada plat KLT, lalu dimasukkan ke dalam chamber yang telah dijenuhkan dengan fase gerak kloroforom : etanol (99:1). Tutup chamber dan biarkan sampai fase gerak mencapai garis atas pada plat. Chamber dibuka, plat KLT diambil dan dikering anginkan. Kemudian diamati di bawah lampu UV 254 nm (Stahl, 1985).

## HASIL DAN PEMBAHASAN

1. Hasil isolasi kafein dari 25 gram sampel serbuk teh Kayu Aro menghasilkan kristal kafein sebanyak 102 mg dan kemudian kafein hasil kristalisasi sebanyak 50 mg direaksikan dengan 32 mg asam benzoat menghasilkan kafein benzoat sebanyak 30 mg. Gambar kafein murni, kafein hasil kristalisasi dan kafein benzoat dapat dilihat pada Gambar 1, 2, dan 3.



**Gambar 1.** Kafein murni

Dari uji identifikasi yang telah dilakukan terhadap kafein murni, kafein hasil kristalisasi dan kafein benzoat secara organoleptis meliputi bentuk, warna, bau dan rasa, terlihat bahwa warna dari kafein murni dan kafein hasil kristalisasi berbeda, ini dikarenakan mungkin masih ada zat klorofil dan kotoran yang terbawa pada saat proses kristalisasi. Untuk bentuk, bau, dan rasa adalah sama, sedangkan karakterisasi untuk kafein benzoat dengan uji organoleptis memiliki bentuk, warna dan rasa yang sama, kecuali bau berbeda. Kafein benzoat berbau khas sedangkan kafein hasil kristalisasi tidak berbau, artinya kafein benzoat memiliki karakterisasi yang berbeda dengan kafein hasil kristalisasi.

Reaksi spesifik untuk alkaloid turunan xantin yaitu reaksi murexid yang berwarna merah violet bila diberikan uap amonia dengan penambahan alkali kuat, timbulnya warna ini karena adanya pemecahan oksidatif strukur purin. Dari hasil uji yang telah dilakukan untuk kafein murni dan kafein hasil kristalisasi memperoleh hasil yang positif, yaitu warna lembayung yang hilang dengan penambahan alkali kuat.

Untuk pengujian titik lelehnya titik leleh kafein murni dan kafein hasil kristalisasi adalah 234-236 °C dan 234 °C. Sedangkan titik leleh kafein benzoat adalah 196 °C.



**Gambar 2.** Kafein hasil kristalisasi

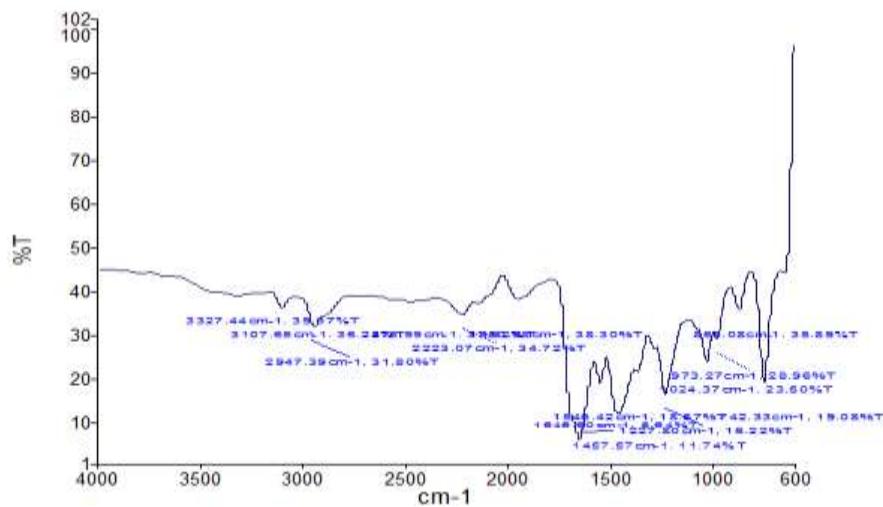


**Gambar 3.** Kafein benzoat

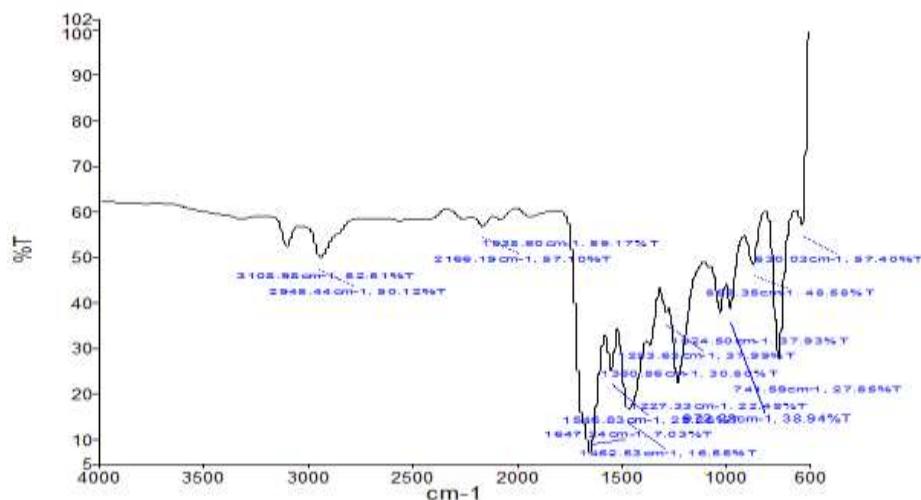
Kemudian dilakukan pemeriksaan spektrum inframerah yang bertujuan untuk melihat daerah sidik jari dan gugus fungsinya dan penentuan panjang gelombang untuk melihat daerah serapan maksimumnya.

Dari hasil pemeriksaan pemeriksaan spektrum dengan spektrofotometer inframerah kafein murni dan kafein hasil kristalisasi terlihat bahwa daerah sidik jari dan gugus fungsi dari keduanya hampir sama dan menghasilkan jenis ikatan yang hampir sama pula.

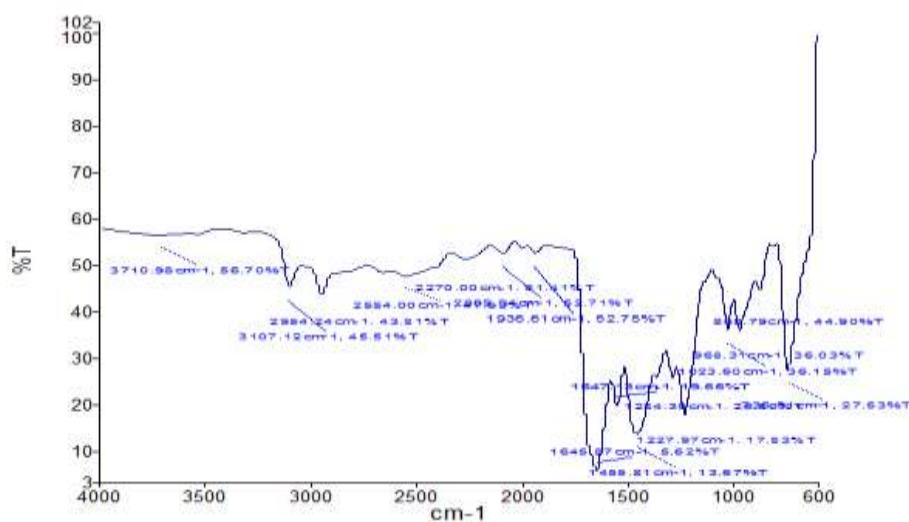
Pada daerah bilangan gelombang  $3000\text{-}2850\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya gugus C-H, gugus C=O pada daerah  $1725\text{-}1675\text{ cm}^{-1}$ , ikatan C=C pada daerah  $1680\text{-}1600\text{ cm}^{-1}$ , dan gugus C=N pada daerah  $1675\text{-}1500\text{ cm}^{-1}$  serta pada daerah sidik jari  $1450\text{-}1375\text{ cm}^{-1}$  adanya ikatan CH<sub>3</sub>, sedangkan spektrum inframerah kafein benzoat terlihat adanya perbedaan pada bilangan gelombang dan gugus fungsinya. Pada bilangan gelombang  $2700\text{-}2500\text{ cm}^{-1}$  terlihat adanya gugus O-H asam sedangkan pada kafein hasil kristalisasi tidak ada.



Gambar 4. Spektrum FT-IR Kafein Murni



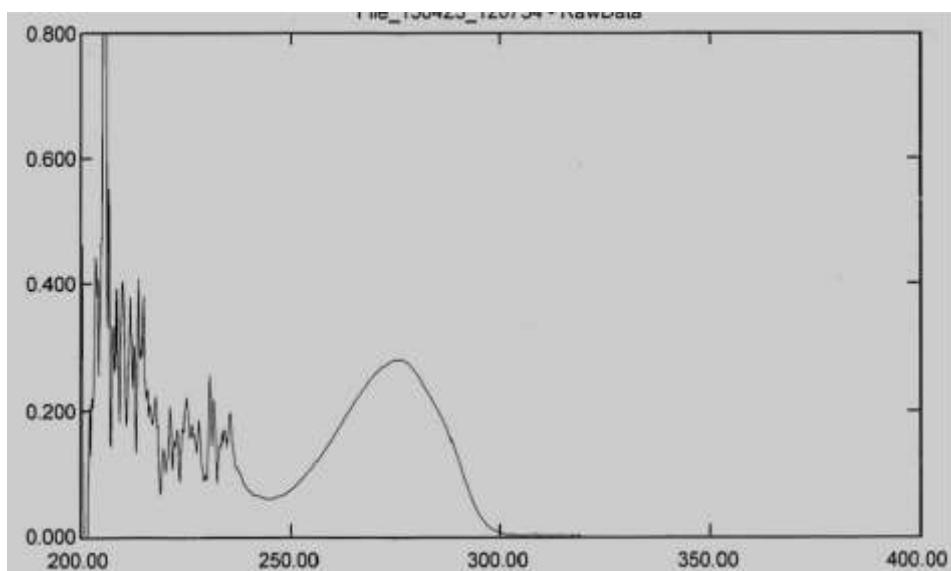
Gambar 5. Spektrum FT-IR Kafein Hasil Kristalisasi



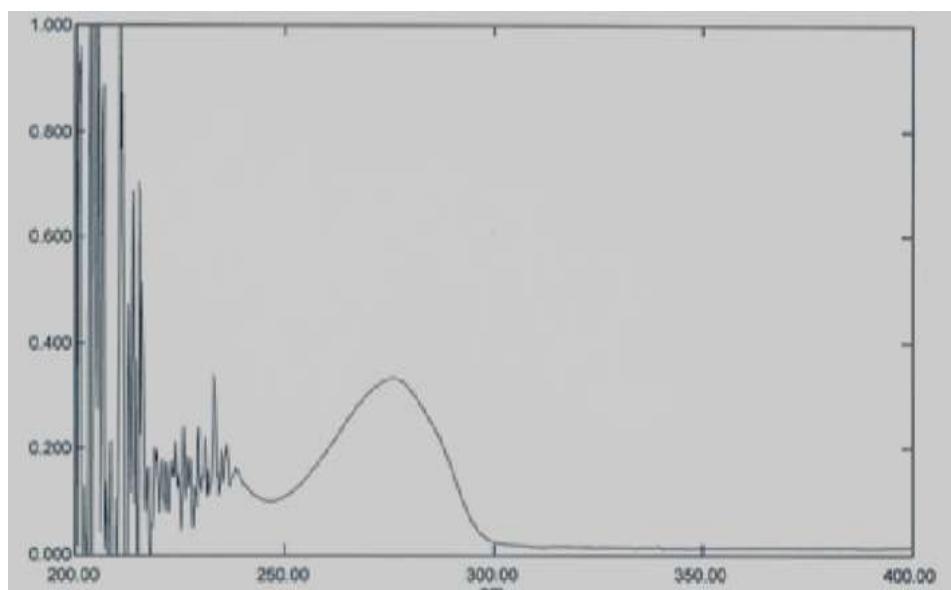
Gambar 6. Spektrum FT-IR Kafein Benzoat

Kemudian penentuan panjang gelombang serapan maksimum untuk kafein murni, kafein hasil kristalisasi dan kafein benzoat dalam pelarut kloroform pada konsentrasi 6  $\mu\text{g/mL}$ . Pengukuran dilakukan pada panjang gelombang 200-400 nm. Hasil pengamatan panjang gelombang serapan maksimum kafein murni, kafein hasil kristalisasi, dan kafein benzoat dapat dilihat pada Gambar 7, 8, dan 9.

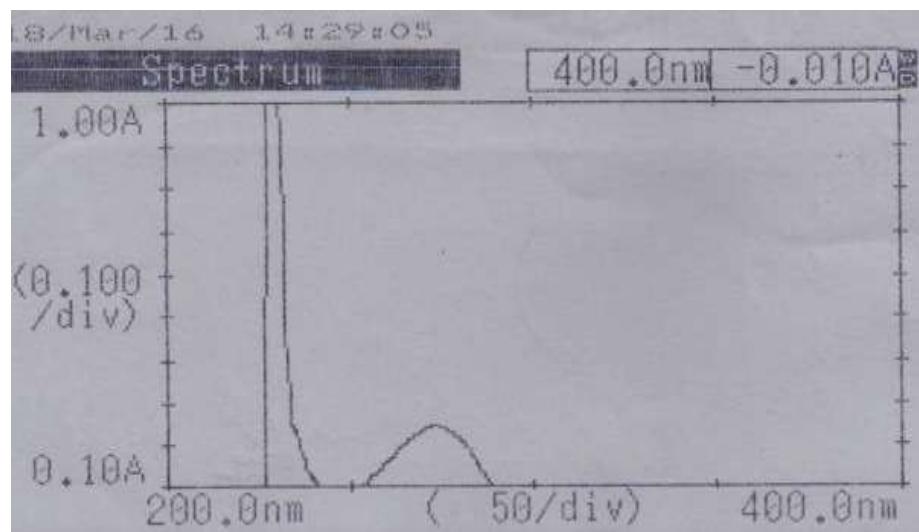
Hasil dari penentuan panjang gelombang serapan maksimum larutan kafein murni dan kafein hasil kristalisasi dalam pelarut kloroform konsentrasi 6  $\mu\text{g/mL}$  memiliki panjang gelombang maksimum dan daerah serapan yang tidak jauh berbeda yaitu panjang gelombang maksimum kafein murni adalah 275 nm, absorban 0,333, sedangkan panjang gelombang maksimum kafein hasil kristalisasi 276 nm, absorban 0,278.



**Gambar 7.** Panjang gelombang serapan maksimum kafein murni.



**Gambar 8.** Panjang gelombang serapan maksimum kafein hasil kristalisasi

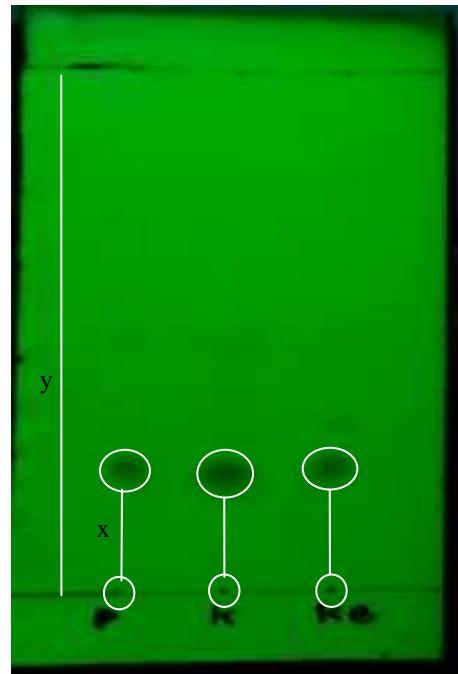


**Gambar 9.** Panjang gelombang serapan maksimum kafein benzoat.

Jadi dapat dikatakan kafein hasil kristalisasi telah berhasil diidentifikasi dan memperoleh hasil yang sama dengan kafein pembanding.

Karakterisasi kafein benzoat dengan penentuan panjang gelombang serapan maksimumnya dalam konsentrasi dan pelarut yang sama yaitu dalam pelarut kloroform dengan konsentrasi 6  $\mu\text{g/mL}$  memiliki panjang gelombang serapan maksimum yang berbeda dengan panjang gelombang serapan maksimum kafein hasil kristalisasi yaitu 273,5 nm, absorban 0,247. Pergeseran ini disebut dengan pergeseran hipsokromik yaitu pergeseran absorban ke daerah panjang gelombang yang lebih pendek karena adanya substitusi atau efek pelarut (Dachriyanus, 2004).

Pemeriksaan kemurnian juga dilakukan dengan Kromatografi Lapis Tipis (KLT). Menggunakan silika gel 60  $\text{F}_{254}$  sebagai penjerap fase diam dan kloroform dan etanol sebagai fase gerak dengan perbandingan 99:1. Pengamatan jarak tempuh noda diamati dibawah lampu UV 254 nm. Hasil pengamatan pemeriksaan kemurnian dengan kromatografi lapis tipis dapat dilihat pada Gambar 10.



**Gambar 10.** Profil Kromatografi Lapis Tipis (KLT).

Keterangan :

- 1) Fase diam : Silika gel 60  $\text{F}_{254}$
  - 2) Fase gerak : Kloroform - etanol (99:1)
  - 3) Deteksi noda : Lampu UV ( $\lambda$  254 nm)
- P : Pembanding  
 K : Kafein hasil kristalisasi  
 KB : Kafein benzoat  
 x : Jarak yang ditempuh noda  
 y : Jarak yang ditempuh fase gerak

$$R_f = \frac{x}{y}$$

Perhitungan nilai  $R_f$

1) Rf kafein pembanding

$$\begin{aligned} &= \frac{\text{Jarak yang ditempuh noda (x)}}{\text{jarak yang ditempuh fase gerak (y)}} \\ &= \frac{2,6}{8} \\ &= 0,325 \end{aligned}$$

2) Rf kafein hasil kristalisasi

$$\begin{aligned} &= \frac{\text{Jarak yang ditempuh noda (x)}}{\text{jarak yang ditempuh fase gerak (y)}} \\ &= \frac{2,6}{8} \\ &= 0,325 \end{aligned}$$

3) Rf kafein benzoat

$$\begin{aligned} &= \frac{\text{Jarak yang ditempuh noda (x)}}{\text{jarak yang ditempuh fase gerak (y)}} \\ &= \frac{2,8}{8} \\ &= 0,35 \end{aligned}$$

Hasil pengamatan yang telah dilakukan terlihat perbedaan jarak tempuh noda antara kafein murni dengan kafein hasil kristalisasi memiliki nilai  $R_f$  yang sama yaitu 0,325 sedangkan kafein benzoat memiliki nilai  $R_f$  0,35. Jadi dari penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa kafein benzoat memiliki karakterisasi yang berbeda dengan kafein hasil kristalisasi dan kafein benzoat telah berhasil dikarakterisasi.

## KESIMPULAN

Pada penelitian ini didapatkan kristal kafein yang diisolasi dari serbuk teh Kayu Aro dengan metode kristalisasi diperoleh sebanyak 102 mg. Kemudian dibuat kafein benzoat secara semisintetis sehingga diperoleh kafein benzoat sebanyak 30 mg.

Karakterisasi kafein benzoat yang terdiri dari uji organoleptik berbentuk serbuk halus, warna putih kehijauan, rasa pahit, bau khas. Titik leleh 196 °C, pemeriksaan spektrumnya terlihat perbedaan pada bilangan gelombang 2700-2500 cm<sup>-1</sup> terlihat adanya gugus O-H asam dan pada bilangan gelombang 1725-1700

cm<sup>-1</sup> adanya gugus C=O sedangkan pada kafein hasil kristalisasi tidak ada, panjang gelombang serapan maksimum 273,5 nm, absorban 0,247, dan pemeriksaan kemurnian dengan Kromatografi Lapis Tipis (KLT) diperoleh nilai  $R_f$  untuk kafein murni dan kafein hasil kristalisasi adalah 0,325, sedangkan nilai  $R_f$  untuk kafein benzoat adalah 0,35.

## DAFTAR PUSTAKA

Atomssa, T., & Gholap, A.V. (2010). Characterization of caffeine and determination of caffeine in tea leaves using UV-Visible spectrometer. *African Journal of Pure and Applied Chemistry* 5(1), 1-8.

Dachriyanus. (2004). *Analisa struktur senyawa organik secara spektroskopi*. Padang: Penerbit Andalas University Press.

Djamal, R. (2010). *Kimia bahan alam: prinsip-prinsip dasar isolasi dan identifikasi*. Padang: Universitas Baiturrahmah.

Fulder, S. (2004). *Khasiat teh hijau*. Jakarta: Prestasi Pustaka.

Hadkar, U. B. (2014). Quantitatif estimation of sodium benzoate and caffeine in the binary mixture using first order derivative spectrophotometry. *International Journal of Research in Advent Technology* 2(5), 251-255.

Maramis, K. R., Citraningtyas, G., & Wehantouw, F. (2013). Analisis kafein dalam kopi bubuk di kota Manado menggunakan spektrofotometri UV-Vis. *Pharmacon Jurnal Ilmiah Farmasi-UNSRAT*, 2 (04), 122-128.

Myerson, S. (2007). *Handbook of industrial crystallization*. Chicago: Departemen of Chemical Engineering Illionis Institute of technology.

Nawrot, P. S., Jordan, J., Easwood, J., Rotstein, A., & Hugenholtz, M. (2003). Effects of caffeine on human health. *Journal Food Additives and Contaminants*, 20(1), 1-30.

Pavia, L., Lampman, G. M., & Kriz, E. (1988). *Introduction to organic laboratory techniques a contemporary approach*, (Third edition). Saunders: Collage Publish.

Siswandono & Soekardjo, B. (1995). *Kimia medisinal*. Surabaya: Airlangga University Press.

Smith, A. (2002). Effects of caffeine on human behavior. *Journal Food and Chemical Toxicology* 40(1), 1243-1255.

Sowmya, K. V., Ravishankar, K., Basha, D. P., & Kiranmayi, G. V. N. (2011). Estimation of caffeine and sodium benzoate in caffeine and sodium benzoate injection by isoabsorption method (isobestic method). *International Journal of Pharmaceutical, Chemical and Biological Sciences* 1(1), 26-31.

Soraya, N. (2007). *Sehat dan cantik berkat teh hijau*. Jakarta: Penebar Swadaya.

Stahl, E. (1985). *Analisis obat secara kromatografi dan mikroskopi*. Bandung: Penerbit ITB.

Verma, R & Kumar, L. (2010). Characterization of caffeine isolated from *Camellia sinensis* leaves of sikkim Himalayan region. *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research* 2(4), 194-198.