

## DETERMINASI KADAR KAFEIN PRODUK TEH HITAM INDONESIA DENGAN MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETER *FOURIER TRANSFORM INFRARED*

Melvia Sundalian<sup>1</sup>, Ilma Nugrahani<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Sekolah Tinggi Farmasi Indonesia, <sup>2</sup>Sekolah Farmasi Institut Teknologi Bandung

---

### Abstrak

Teh hitam merupakan salah satu bahan minuman yang sangat diminati di Indonesia. Pada umumnya, penilaian kualitas produk teh hitam dilakukan oleh *tea taster* menggunakan metode organoleptis. Variabilitas komposisi kandungan kimia merupakan faktor penting yang menentukan rasa, aroma, dan manfaat terhadap kesehatan. Kafein merupakan senyawa alkaloid golongan metilxantin menjadi perhatian khusus, mengingat kandungannya yang cukup tinggi dan berperan pada penentuan kualitas teh hitam. Pada penelitian ini telah dilakukan analisis kadar kafein pada produk teh hitam dengan Spektrofotometer FTIR (*Fourier Transform Infrared*). Sampel teh hitam yang diuji berasal dari 12 produk teh hitam yang beredar di Indonesia. Hasil analisis menunjukkan metode ini dapat memberikan hasil analisis yang baik dengan nilai koefisien korelasi ( $R^2$ ) sebesar 0,997, *Relatif Standar Deviation* (RSD) sebesar 1,2743 %, serta nilai persentase rekoveri dengan rentang 97 - 102 %. Selain itu, hasil analisis kadar kafein teh hitam menunjukkan bahwa kadar kafein berada pada rentang 1 – 5%. Sampel BBT\_GOL memiliki kadar kafein terendah dengan persentase sebesar 1,56 %, sedangkan sampel BBT\_QUA memiliki kadar kafein tertinggi, dengan persentase kadar sebesar 4,44%.

**Kata kunci:** Teh Hitam, *Fourier Transform Infrared*, Kafein

### Abstract

*Black tea is one of the most popular beverage ingredients in Indonesia. Generally, tea quality assessment is done by tea taster using organoleptic method. The variability of chemical composition is an important factor that determines taste, flavor, and health benefits. Caffeine is a type of methylxanthin alkaloid compound of particular concern, given its high content and a role in determining the quality of black tea. The analysis of caffeine content has been done in black tea product with FTIR (Fourier Transform Infrared) Spectrophotometer. The sample of black tea tested from 12 black tea products marketing in Indonesia. The result of the analysis shows that this method can give good analysis result with correlation coefficient value ( $R^2$ ) equal to 0.997, Relative Standard Deviation (RSD) equal to 1.2743%, and value of recovery percentage with range 97 - 102%. The results showed that black tea analysis for caffeine content in range 1 - 5%. In Sample BBT\_GOL caffeine content averages at 1.56% (lowest), while in sample BBT\_QUA caffeine content averages at 4.44% (highest).*

**Keywords:** Black Tea, *Fourier Transform Infrared*, Caffeine

---

### PENDAHULUAN

Teh hitam dibuat dari proses fermentasi daun teh (*Camellia Sinensis* L.), yang dikenal sebagai jenis minuman yang paling diminati di dunia (Ren dkk., 2013).

Teh jenis ini sangat digemari karena memiliki cita rasa dan aroma yang khas. Kandungan kimianya, seperti: kafein, teobromin, teofilin, tanin, adenin, minyak atsiri, polisakarida, asam amino, lipid,

vitamin (seperti vitamin C), kuersetin, naringenin, dan polifenol (Scoparo dkk., 2016). Teh hitam bermanfaat terhadap karena memiliki metabolit sekunder yang memberikan aktivitas seperti diabetes, antioksidan, kanker paru, kanker prostat, kanker payudara, anti ulser, dan gangguan pernapasan. Selain itu, simplisia ini memiliki aktivitas antioksidan (Sharangi, 2009).

Konsumsi teh hitam di Indonesia adalah sebesar 0,61 kg/kapita/tahun, yang beredar dalam berbagai merk (Direktorat Jenderal Perkebunan, 2015). Adanya merk-merk tersebut memungkinkan terdapat perbedaan kualitas, yang dapat dipengaruhi variabilitas komposisi kandungan kimia. Komposisi kandungan kimia pada teh tergantung pada tempat tumbuh, tanah, ketinggian penanaman, pemetikan, sortasi, pengolahan, ekstraksi, pengeringan, dan penyimpanan (Pelillo dkk., 2002; Le Gall dkk., 2002; Adnan dkk., 2012). Terdapat beberapa senyawa metabolit sekunder pada teh hitam yang menjadi perhatian khusus, mengingat kandungannya cukup tinggi, salah satunya adalah kafein (Scoparo dkk., 2016). Kafein merupakan senyawa alkaloid golongan metilxantin dengan kadar rata-rata pada teh hitam sekitar 1,5 - 5 % (Engelhardt., 2010).

Beberapa metode analisis kadar kafein teh hitam yang sering digunakan adalah Kromatografi Cair Kinerja Tinggi, Kromatografi Ion, Elektroforesis Kapiler, dan Kromatografi Lapis Tipis Kinerja

Tinggi (Ferruzzi, 2005 ; Muhtadi dkk, 1990 ; Hurst dan Martin,1993 ; Garrigues dkk, 2000). Namun metode-metode tersebut membutuhkan biaya cukup mahal dan waktu analisis yang relatif lama. Salah satu metode alternatif lain adalah menggunakan Spektrofotometer FTIR. Selain cepat, metode ini dapat mengurangi risiko kontaminasi karena proses kerja yang panjang, dan meminimalisir penggunaan pelarut dalam analisis. Sebelumnya analisis kadar kafein dengan menggunakan FTIR telah uji pada daun teh, kopi, dan minuman soda (Singh dkk, 1998 ; Paradkar dan Irudayaraj, 2002 ; Ohnsmann dkk, 2002). Berdasarkan kajian diatas dapat suatu hipotesa bahwa analisis kadar kafein pada produk teh hitam dianalisis menggunakan spektrofotometer FTIR.

## METODOLOGI

### Alat

Pada penelitian ini alat-alat yang akan digunakan antara lain cawan penguap, labu ukur, mikropipet, *beaker glass*, erlenmeyer, termometer, batang pengaduk, spatel, kertas perkamen, kertas saring whatman, penangas air, serta gelas ukur. Adapun instrument yang digunakan antara lain spektrofotometer FTIR (Thermo Scientific® Nicolet iS5 dengan detektor DGTS (*Deuterated Triglycine Sulfate*), *Holder ZnSe iD3 ATR (Attenuated Total Reflectance)*). Pengukuran FTIR dilakukan pada resolusi 8 cm<sup>-1</sup>, dengan 16 kali pemindaian.

## **Bahan**

Sampel teh hitam yang digunakan adalah 12 produk teh hitam yang beredar di Bandung, Jawa Barat, Indonesia. Selain itu, bahan-bahan pendukung digunakan seperti aquadest, etanol (Merck), kloroform (Smartlab), kafein (CSPC).

## **Kurva Baku, Pengujian Akurasi dan Presisi**

Larutan standar kafein dibuat dengan konsentrasi 5% (b/v) menggunakan pelarut kloroform (Ohnsmann dkk, 2002 ; Paradkar dan Irudayaraj, 2002). Larutan standar tersebut diencerkan dengan variasi konsentrasi 0,15%; 0,30%; 0,45%; 0,60%; 0,75%; 0,90%; dan 1,05% (b/v). Masing-masing larutan baku dipipet 100  $\mu$ L dan diteteskan pada permukaan *holder* FTIR ZnSe ATR untuk diukur serapan pada bilangan gelombang 1658  $\text{cm}^{-1}$ . Pengukuran dilakukan sebanyak tiga kali pengulangan. Pada pengujian konsentrasi presisi, larutan standar dengan konsentrasi 0,60% dilakukan pengukuran FTIR sebanyak 6 kali pengulangan. Untuk pengujian Akurasi dibuat sebanyak 6 larutan standar kafein konsentrasi 0,60 %, selanjutnya setiap larutan sampel tersebut diukur menggunakan spektrofotometer FTIR.

## **Analisis Kuantitatif Kafein pada Teh Hitam Menggunakan FTIR**

Teh hitam ditimbang sebanyak 10 gram, ditambahkan sebanyak 100 mL aquadest panas, didiamkan selama 15 menit

kemudian disaring (Ohnsmann dkk, 2002 ; Hashimoto dkk, 2009 ; Paradkar dan Irudayaraj, 2002). Filtrat teh hasil penyaringan diambil sebanyak 25 mL. lalu dilakukan ekstraksi cair-cair dengan menggunakan kloroform sebanyak 25 mL, dengan dua kali menggunakan cawan penguap didalam lemari asap pada suhu ruang. Selanjutnya, *crude* kafein hasil penguapan dilarutkan dalam labu ukur 10 mL menggunakan kloroform. Cairan sampel dipipet 100  $\mu$ L dan diteteskan pada permukaan *holder* FTIR ZnSe ATR untuk diukur serapan pada bilangan gelombang 1658  $\text{cm}^{-1}$ . Pengukuran dilakukan sebanyak tiga kali pengulangan.

## **HASIL DAN PEMBAHASAN**

Pada spektrum FTIR 12 sampel produk teh hitam menunjukkan adanya puncak dengan intensitas kuat dan tajam pada rentang daerah 1600-1760  $\text{cm}^{-1}$ . Puncak yang muncul pada daerah tersebut dapat menunjukkan adanya vibrasi ulur ikatan C=O (karbonil) dari senyawa flavonoid, terfenoid, alkaloid, polifenol, dan katekin (Sim dkk, 2002; Ohnsmann dkk, 2002; Senthilkumar dkk, 2017). Intensitas puncak di daerah 1600-1760  $\text{cm}^{-1}$  spektrum FTIR dapat dipengaruhi senyawa yang bervibrasi pada daerah tersebut. Salah satu senyawa dapat memberikan pengaruh terhadap intensitas puncak pada daerah 1600-1760  $\text{cm}^{-1}$  adalah kafein. Selain itu, memiliki kandungan kafein yang relatif tinggi, sehingga memungkinkan dapat

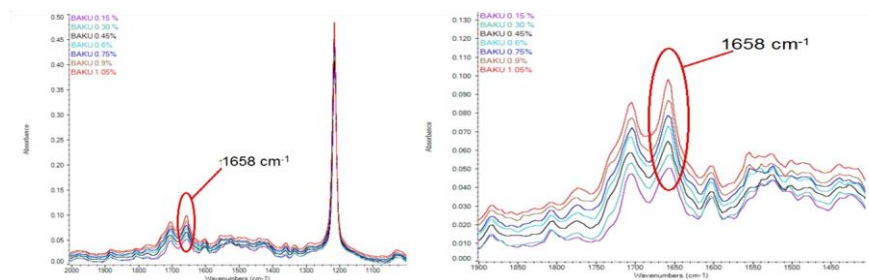
terukur menggunakan FTIR. Spektrum FTIR kafein menunjukkan dua pita karakteristik pada daerah 1658 dan 1704  $\text{cm}^{-1}$  (Ohnsmann dkk , 2002).

**Kurva Baku, Presisi, dan Akurasi**

Larutan baku standar kafein dilarutkan dengan kloroform. Kloroform digunakan sebagai pelarut karena tidak memiliki interferensi puncak pada daerah 1600-1700  $\text{cm}^{-1}$  (Singh dkk, 1998). Tetapi pada pita serapan di daerah 1658  $\text{cm}^{-1}$  menghasilkan intensitas yang relatif kuat (Ohnsmann, 2002). Kurva baku digunakan pada penentuan kadar kafein pada sampel teh hitam. Spektrum FTIR dari standar kafein pada konsentrasi 0,15%, 0,30%, 0,45%, 0.60%, 0,75%, 0,90%, dan 1,05% (b/v) dapat dilihat pada Gambar 1. Hasil pengukuran larutan standar kafein

menunjukkan serapan dari masing-masing konsentrasi. Nilai serapan (absorbansi) rata-rata dari tiap konsentrasi larutan standar dapat dilihat pada Tabel 1.

Hasil kurva baku standar kafein didapatkan persamaan  $y = 0,050x + 0,042$  dengan nilai koefisien korelasi ( $R^2$ ) sebesar 0,997. Kurva baku standar kafein dapat dilihat pada Gambar 2. Hasil pengukuran presisi pada konsentrasi 0,6% (b/v) dengan 6 kali pengulangan dapat dilihat pada Tabel 2. Pengukuran presisi terhadap standar kafein dengan konsentrasi 0,6% menghasilkan nilai standar deviasi 0,0075 atau memiliki % *Relatif Standar Deviation* (%RSD) 1,2743. Hasil pengukuran ini memenuhi persyaratan nilai %RSD yang dipersyaratkan < 2% sehingga dapat dinyatakan bahwa metode ini memiliki presisi yang baik.



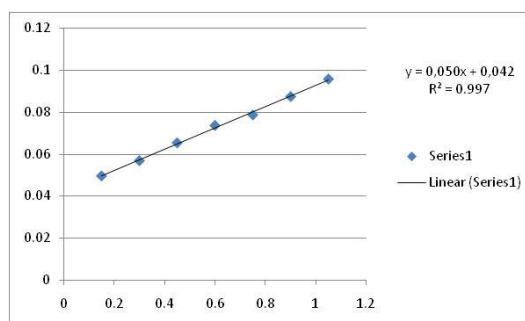
**Gambar 1. Spektrum FTIR 7 Variasi Konsentrasi Standar Kafein**

**Tabel 1. Hasil Pengukuran Larutan Standar Kafein**

Konsentrasi (%)	Serapan rata-rata (A)
0.15	0.0496
0.30	0.0569
0.45	0.0653
0.60	0.0736
0.75	0.0785
0.90	0.0872
1.05	0.0955

Hasil pengukuran akurasi dengan konsentrasi standar kafein 0,6 % (b/v) dapat dilihat pada Tabel 3. Pengukuran akurasi terhadap standar kafein pada konsentrasi standar 0,6% menghasilkan nilai persen *recovery* dengan rentang 97-102 %.

Hasil pengukuran menunjukkan bahwa metode ini memiliki akurasi yang baik. Nilai akurasi yang dipersyaratkan untuk analit dengan kadar 0,1-1,0% adalah 95-105% (Harmita,2004).



Gambar 2. Kurva Baku Standar Kafein

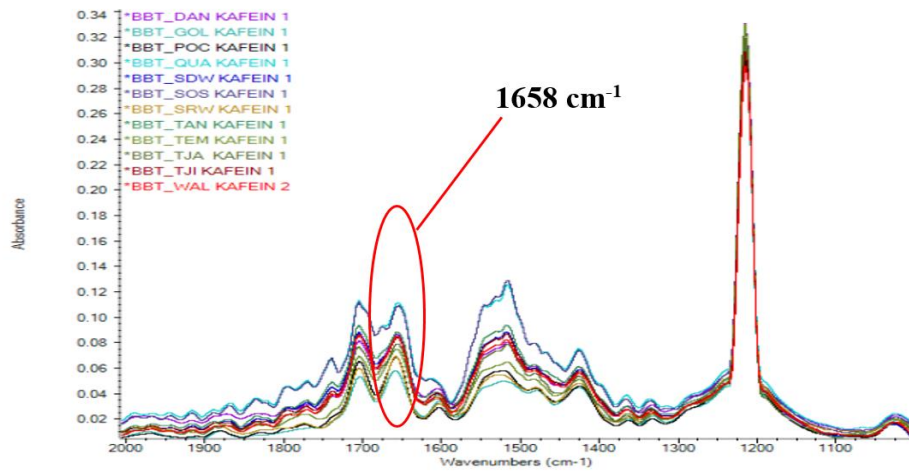
Tabel 2. Hasil Pengukuran Presisi

Pengukuran	Konsentrasi (%)
1	0,6016
2	0,5832
3	0,5871
4	0,5943
5	0,5881
6	0,5814
<b>Rata-Rata (%)</b>	<b>0,5893</b>
<b>SD</b>	<b>0,0075</b>
<b>%RSD</b>	<b>1,2743</b>

Tabel 3. Hasil Pengukuran Akurasi

Pengukuran	Absorbansi (A)	Konsentrasi (%)	% Recovery
1	0,0728	0,6155	102,59
2	0,0711	0,5827	97,12
3	0,0717	0,5943	99,05
4	0,0727	0,6134	102,24
5	0,0719	0,5987	99,78
6	0,0729	0,6176	102,93

**Analisis Kadar Kafein Sampel Teh Hitam**



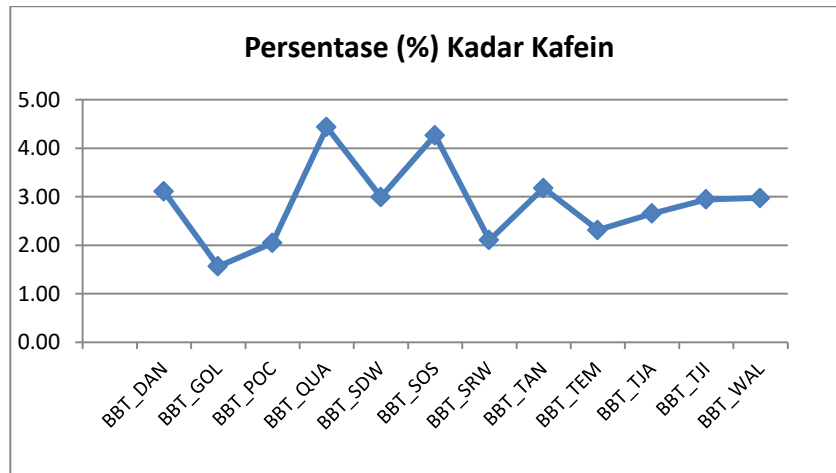
**Gambar 3.** Spektrum FTIR Pengukuran Kadar Kafein Sampel

Spektrum FTIR pada gambar 3 menunjukkan hasil pengukuran 12 sampel teh hitam. Pada puncak di daerah  $1658\text{ cm}^{-1}$  terlihat terdapat perbedaan intensitas serapan pada setiap sampel. Hasil absorbansi rata-rata dan persentase kadar dari pengukuran setiap sampel dapat dilihat pada Tabel 4. Persentase kadar kafein 12 sampel teh hitam digambarkan pada gambar 4. Sumbu X menunjukkan sampel teh

hitam, sedangkan sumbu Y menunjukkan persentase kadar kafein. Hasil analisis kadar kafein sampel teh hitam dapat menunjukkan kadar kafein berada pada rentang 1-5 %. Sampel BBT\_GOL memiliki kadar kafein terendah persentase sebesar 1,56 %, sedangkan sampel BBT\_QUA memiliki kadar kafein tertinggi persentase sebesar 4,44%.

**Tabel 4.** Hasil Pengukuran Kadar Kafein

No.	Sampel	Kadar (g)	Persentase (%)
1	BBT_DAN	0.3112	3.11
2	BBT_GOL	0.1563	1.56
3	BBT_POC	0.2047	2.05
4	BBT_QUA	0.4435	4.44
5	BBT_SDW	0.2993	2.99
6	BBT_SOS	0.4267	4.27
7	BBT_SRW	0.2106	2.11
8	BBT_TAN	0.3177	3.18
9	BBT_TEM	0.2313	2.31
10	BBT_TJA	0.2653	2.65
11	BBT_TJI	0.2942	2.94
12	BBT_WAL	0.2972	2.97



Gambar 4. Grafik Persentase Kadar Kafein 12 Sampel Teh Hitam

## SIMPULAN

Determinasi kadar kafein teh hitam menggunakan FTIR memberikan hasil analisis yang baik dengan nilai koefisien korelasi ( $R^2$ ) sebesar 0,997, *Relatif Standar Deviation* (RSD) sebesar 1,2743 %, serta nilai persen *recovery* dengan rentang 97 - 102 %. Hasil analisis kadar kafein dalam sampel teh hitam yang menunjukkan bahwa setiap sampel memiliki kadar kafein yang bervariasi pada rentang 1–5 %. Sampel BBT\_GOL memiliki kadar kafein terendah dengan persentase kadar sebesar 1,56%, sedangkan BBT\_QUA kadar kafein tertinggi dengan persentase kadar sebesar 4,44%.

## DAFTAR PUSTAKA

- Adnan, M., Ahmad, A., Ahmed, A., Khalid, N., Hayat, I., dan Ahmed. I., 2002. "Chemical Composition And Sensory Evaluation of Tea (*Camellia Sinensis*) Commercialized In Pakistan." *Pak. J. Bot.* **45(3)**. 901-907
- Banerjee, B., 1993. *Tea Production and Processing*. Oxford & IBH: New Delhi.
- Christian, G.D., (1986): *Analytical Chemistry*. Edisi 4. New York. J. Wiley.
- Daghbouche Y., Garrigues S., Vidal M.T., dan de la Guardia M. 1997. "Flow Injection Fourier Transform Infrared Determination of Caffeine in Soft Drinks." *Anal Chem*, **69**. 1086–1091
- Direktorat Jenderal Perkebunan 2015.** *Statistik Perkebunan Indonesia Komoditas Teh 2013 – 2015.* Jakarta.
- Engelhardt, Ulrich H., 2010. [Chemistry of Tea](#), *Comprehensive Natural Products II*. **3**. 999-1032.

- Garrigues J.M., Bouhsain, Z., Garrigues, S., dan de la Guardia M. 2000. "Fourier transform infrared determination of caffeine in roasted coffee samples." *Fresenius J Anal Chem.* **366**. 319–322.
- Griffiths, P. R., Haseth, J.A.D., dan Winefordner, J. D. 2007. *Fourier Transform Infrared Spectrometry*. Edisi ke 2. J. Wiley : New York.
- Harmita, 2004. *Review Artikel. Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan CaraPerhitungannya.Jurnal Majalah. Ilmu. Kefarmasian, Departemen Farmasi: FMIPA UI, Vol. 1, No. 3.*
- Hashimoto, A., Mori, H., Kanou, M., Yamanaka, A., dan Kameoka, T. 2009. Mid-Infrared Spectroscopic Analysis on Brewed Coffee Characteristics. *Journal of the IEJ*. Volume 93 (2009) 8A issue. 501 - 509.
- Hartoyo, Arif. 2003. *Teh dan Khasiatnya bagi Kesehatan*. Kanisius: Yogyakarta.
- Hollas J.M. 2004. *Modern Spectroscopy*, Edisi . J. Wiley: New York.
- Modder, W.W.D., dan Amarakoon, A.M.T. 2002. *Tea and Health*. Tea Research Institute: Talawakelle. Sri Lanka, 1–179.
- Muhtadi, F. J., El-Hawary, S. S., Hifnawy, M. S., 1990. "Comparative HPLC and GLC Determination of Caffeine in Different Food Products." *J. Liq. Chrom.* **13**. 1013–1028
- Nicolet Thermo. 2001. *Introduction to Fourier Transform Infrared Spectrometry*. Nicolet Thermo Corporation.
- Ohnsmann, J., Quintás, G., Garrigues, S., dan de la Guardia, M. 2002. "Determination of caffeine in tea samples by Fourier transform infrared spectrometry." *Anal Bioanal Chem.* **374**. Hal 561–565.
- Paradkar, M.M., dan Irudayaraj J. 2002. "Rapid determination of caffeine content in soft drinks using FTIR–ATR spectroscopy." *Food Chemistry.* **78**. 261–266.
- Ren, G., Wang, S., Ning, J., Xu, R., Wang, Y., Xing, Z., Wan, X., dan Zhang, Z., 2013. "Quantitative analysis and geographical traceability of black tea using Fourier transform near-infrared spectroscopy (FT-NIRS)." *Food Res. Int.* **53**. 822-826.
- Scoparo, Camila T., Rattmann, Yanna D., Kiatkoski, Elaine C., Dartora, N., dan Iacomini, M. 2016. "The protective effect of green and black teas (*Camellia sinensis*) and their identified compounds against murine sepsis." *J. Food Research International*. Accepted Manuscript.
- Senthilkumar, S.R., Sivakumar1, T., Arulmozhi, K.T., dan Mythili, N. 2017. "FT-IR analysis and



- correlation studies on the antioxidant activity, total phenolics and total flavonoids of Indian commercial teas (*Camellia sinensis* L.) - A novel approach.” *Int. Res. J. Biological Sci.* 6(3). 1-7.
- Sharangi, A.B., 2009. “Medicinal and therapeutic potentialities of tea (*Camellia sinensis* L.) - A review.” *Food Res. Int.* **42**. 529-535.
- Sim, C.O., Hamdani, M.R., Ismail, Z., dan Ahmad, M.N. (2002): *Assessment of Herbal Medicines by Chemometrics – Assisted Interpretation of FTIR Spectra*. Universiti Sains Malaysia, Penang, Malaysia.
- Singh, B. R., Wechter M. A., Hu, Y., dan Lafontaine, C. 1998. “Determination of caffeine content in coffee using fourier transform infra-red spectroscopy in combination with attenuated total reflectance technique: a Bioanalytical Chemistry Experiment for Biochemists.” *Biochemical Education.* **26**. 243-247.
- Skoog D.A., Holler, F.J., dan Crouch, S.R. 2007. *Principles of instrumental Analysis sixth edition*. Thomson Brooks/Cole: Canada.
- Smith, B.C. 2011. *Fundamentals of Fourier Transform Infrared Spectroscopy*. Edisi 2, Taylor and Francis Group: USA.
- Stuart, B., 2004. *Infrared Spectroscopy Fundamental and Application*. Jhon Wiley and Sons Ltd : New York.