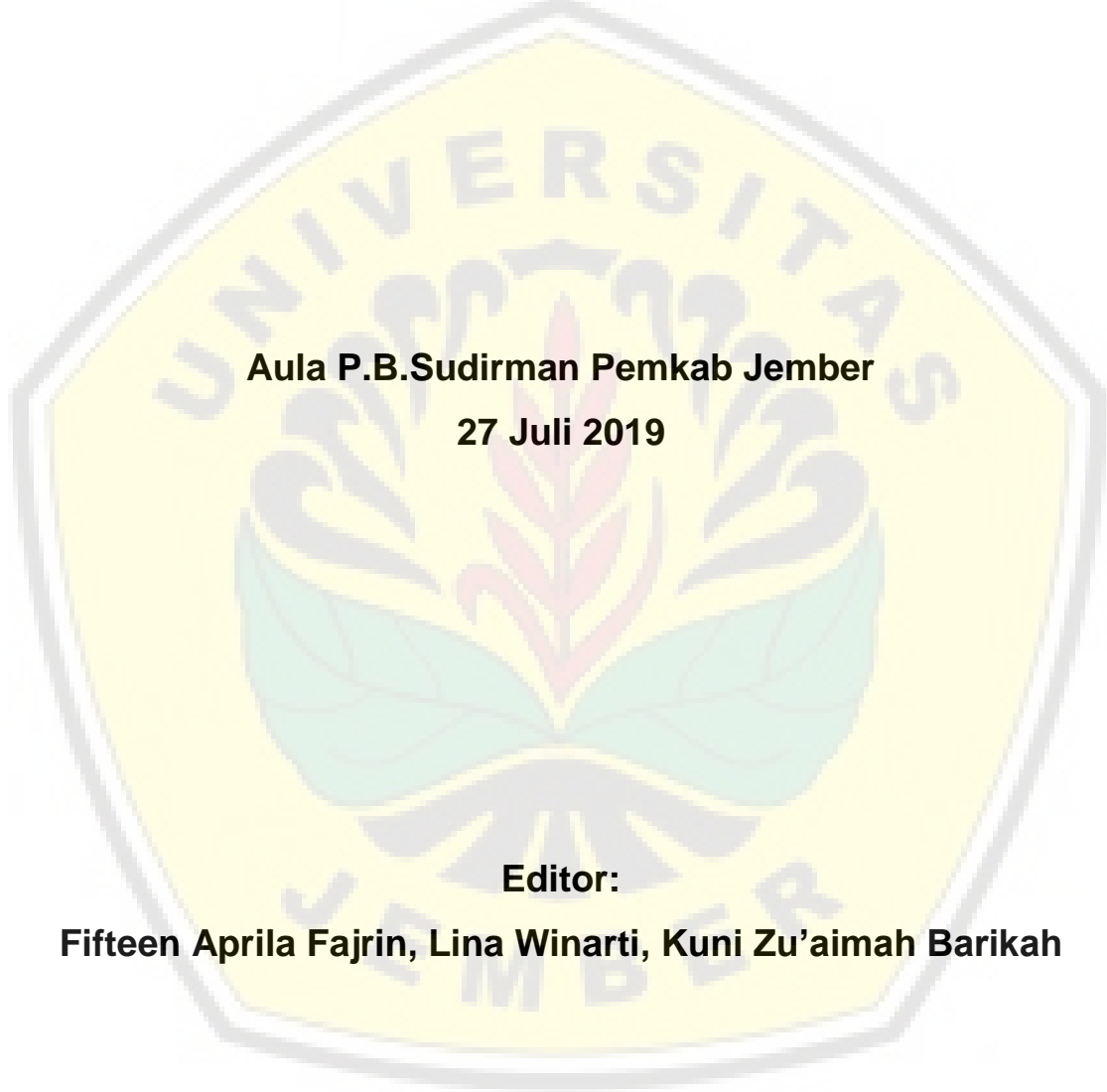


PROSIDING

**RAKERDA, SEMINAR, PRESENTASI ILMIAH/POSTER DAN
PELATIHAN 2019**

**“Peningkatan Profesionalisme dalam Menjalankan Praktik
Kefarmasian di Era 4.0”**



Aula P.B.Sudirman Pemkab Jember

27 Juli 2019

Editor:

Fifteen Aprila Fajrin, Lina Winarti, Kuni Zu'aimah Barikah

**UPT PENERBITAN
UNIVERSITAS JEMBER**



PROSIDING

**RAKERDA, SEMINAR, PRESENTASI ILMIAH/POSTER DAN
PELATIHAN 2019**

**“Peningkatan Profesionalisme dalam Menjalankan Praktik
Kefarmasian di Era 4.0”**

Editor:

Fifteen Aprila Fajrin, Lina Winarti, Kuni Zu'aimah Barikah

ISBN:

Layout dan Desain Sampul :

Muhammad Qusairi

Penerbit : UPT Penerbitan Universitas Jember

Alamat Penerbit:

Jalan Kalimantan 37

Jember 68121

Telp. 0331-330224, Voip.0319

e-mail: upt-penerbitan@unej.ac.id

Distributor:

Jember University Press

Jalan Kalimantan No.37 Jember

Telp. 0331-330224, Voip.0319

e-mail: upt-penerbitan@unej.ac.id

Hak Cipta dilindungi Undang-Undang. Dilarang memperbanyak tanpa ijin tertulis dari penerbit, sebagian atau seluruhnya dalam bentuk apapun, baik cetak, *photoprint*, maupun *microfilm*.

PANITIA PENYELENGGARA

Penanggung Jawab : Lestyo Wulandari, S.Si., Apt., M.Farm.

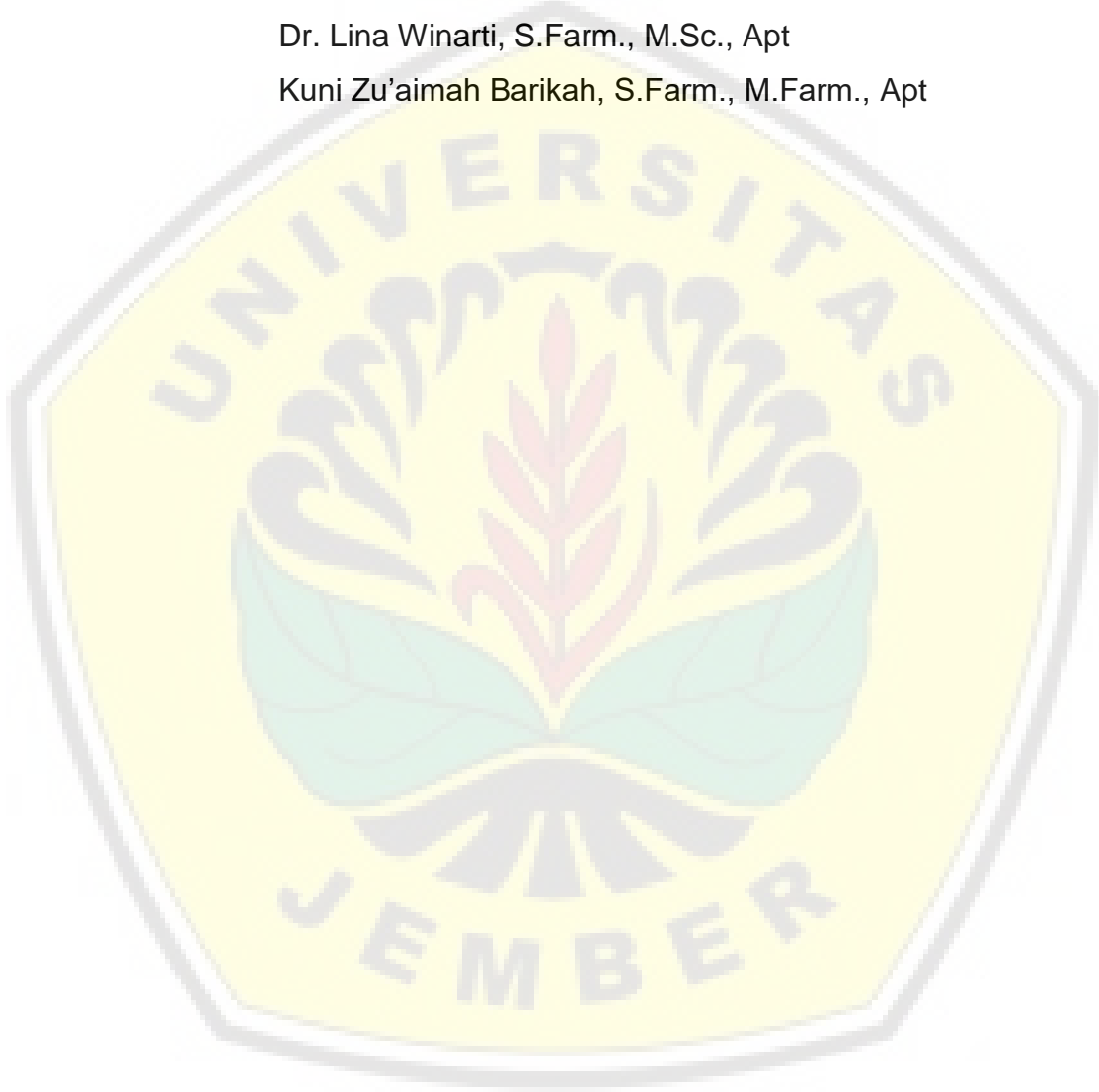
Ketua : Diana Holiday, S.F., M.Farm., Apt.

Sekretaris : Nia Kristringrum, S.Farm., M.Farm., Apt.

Anggota : Dr. Fifteen Aprila Fajrin, S.Farm., M.Farm., Apt

Dr. Lina Winarti, S.Farm., M.Sc., Apt

Kuni Zu'aimah Barikah, S.Farm., M.Farm., Apt



SUSUNAN ACARA

Waktu	Susunan Acara
07.00-08.00	Registrasi Peserta
08.00-09.00	<ol style="list-style-type: none"> 1. Menyanyikan Lagu Indonesia Raya 2. Menyanyikan Hymne IAI 3. Pembukaan 4. Sambutan Ketua PC IAI Jember 5. Sambutan Dekan Fakultas Farmasi Universitas Jember 6. Sambutan Ketua PD IAI Jawa Timur
09.00-10.00	Pembukaan Kegiatan dan Keynote Speaker oleh Bupati Jember (dr. Faida, MMR)
10.00-10.15	Promosi Sponsor oleh PT.Menarini INdria Laboratories
10.15-12.00	Seminar Sesi 1 (Diskusi Panel 3 Pembicara) <ol style="list-style-type: none"> 1. Danang Tjandra Atmadja, MM., Apt. (Business Area Manager Kimia Farma Apotek Jember) Topik : Tantangan Praktik Kefarmasian di Era 4.0 2. Drs. Muhammad Yahya, Sp.FRS., Apt. (Apoteker Praktisi RSUD dr. Soetomo Surabaya) 3. Dr. Sugiyartono, M.S., Apt (Ketua MEDAI Daerah IAI Jawa Timur) Topik : Etik Sebagai Pengendali Praktik Kefarmasian di Era 4.0
12.00-13.00	ISHOMA dan Presentasi Poster
13.00-15.00	Seminar Sesi 2 Dra. Tritunggal Hariyanti, Apt., MBA (Manager Kosmetik PT.Kimia Farma) dan dr. Lula Kamar., M.Sc Topik : Cara Memilih Produk Kosmetik yang Aman untuk Kulit dan <i>Defeating Aging for a Healthy Beauty Skin</i>
15.00-15.30	Presentasi Poster
15.30-selesai	Penutupan

SAMBUTAN DEKAN FAKULTAS FARMASI UNIVERSITAS JEMBER

Assalamu'alaikum Wr.Wb

Selamat pagi dan salam sejahtera bagi kita semua

Yang kami hormati

- Bupati Kabupaten Jember Ibu dokter Farida Magister Manajemen Rumah Sakit
- Ketua PD IAI Jawa Timur Bpk Doktor Abdul Rahem Apt
- Yang kami hormati Para pemateri, Bapak Sugiyarto, Bapak Danang Tjandra, Bapak Muhammad Yahya, Ibu Tritunggal Hariyani, dan juga dokter lula kamal
- Ketua PC IAI Jember Bapak Andar Rajito, Sfarm Apt

Serta Bapak dan Ibu peserta seminar yang berbahagia

Pertama-tama marilah kita panjatkan puji syukur kehadirat Allah SWT karena berkat rahmat dan hidayah-Nya, pada hari ini kita dapat berkumpul di sini untuk bersama-sama mengikuti acara Rakerda PD IAI Jawa Timur dan Seminar Nasional dengan tema: "Peningkatan profesionalisme Apoteker dalam Menjalankan Praktek Kefarmasian di Era 4.0".

Rakerda PD IAI Jawa Timur dan Seminar Nasional ini merupakan kolaborasi IAI PD Jatim dengan Fakultas Farmasi Universitas Jember untuk menggabungkan kegiatan rakerda dengan seminar nasional kefarmasian. Kalau biasanya fakultas farmasi berkolaborasi dengan PC IAI kali ini dengan PD IAI. Terima kasih atas kerjasamanya.

Bapak, Ibu dan hadirin yang berbahagia

Seperti yang telah kita ketahui kemajuan dan perkembangan dalam bidang teknologi informasi, menjadi tantangan dalam pelayanan dunia kesehatan. Tantangan yang akan dihadapi di era revolusi industri 4.0 memerlukan persiapan pribadi dan profesionalitas para apoteker. Inovasi teknologi harus dapat kita manfaatkan untuk mengatasi problematika yang dihadapi di bidang kesehatan khususnya bidang kefarmasian. Oleh karena itu, dengan diadakannya Seminar Nasional ini kami harapkan akan dapat dijadikan sebagai wahana bagi para apoteker dalam bertukar pikiran dan berdiskusi dengan para pemateri yang mumpuni dibidangnya tentang bagaimana meningkatkan profesionalisme Apoteker dalam Menjalankan Praktek Kefarmasian di Era 4.0.

Tujuan kedua dari kegiatan ini adalah menjalin silaturahmi sejawat apoteker. Pada kegiatan seminar dan rakerda IAI seperti ini umumnya menjadi ajang temu kangen/reuni teman ataupun sahabat lama. Semoga kegiatan ini dapat meningkatkan silaturahmi sejawat apoteker yang dapat memepererat kebersamaan para apoteker.

Terima kasih kami sampaikan kepada para pemateri yang sudah berkenan berbagi wawasan dan pengalaman di seminar ini.

Terima kasih kasih juga kami sampaikan kepada Bupati Jember Ibu Faida yang sudah memfasilitasi kami untuk dapat menggunakan aula pemda Jember untuk kegiatan ini. Fakultas Farmasi Universitas Jember juga banyak disuport oleh pemda khususnya oleh RSUD DR Subandi dan Puskesmas di Jember serta Intalasi Farmasi Kabupaten dalam pembelajaran di profesi apoteker. Terima kasih dukungan dan bantuannya, Kalau boleh usul kalau bisa apoteker di puskesmasnya di tambah karena kita kesulitan mencari puskesmas di Jember yang ada apotekernya untuk dijadikan tempat magang. Kami berharap di Jember bisa seperti di Surabaya atau di Sidoarjo yang hampir semua puskesmasnya ada apoteker nya. Semoga kedepan apoteker di puskesmas di Jember bisa bertambah.

Terima kasih juga kami sampaikan kepada panitia rakerda dan seminar yang telah bekerja keras menyiapkan kegiatan ini

Terima kasih juga kami sampaikan pada para sponsor yang mendukung kegiatan ini

Sebelum menutup sambutan ini, kami menyampaikan permohonan maaf apabila dalam penyelenggaraan rakerda dan seminar nasional ini ada kekurangan ataupun ada hal-hal yang kurang menyenangkan.

Akhir kata, selamat mengikuti seminar nasional dan rangkaian kegiatan rakerda PD IAI

Semoga apa yang kita lakukan dalam kegiatan ini bermanfaat bagi kemajuan profesi apoteker di masa mendatang. Amin ya rabbal 'alamin

Terima kasih atas perhatiannya, wabillahitaufik walhidayah.

Wassalamu'alaikum Wr.Wb

KATA PENGANTAR

Puji syukur kami panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa atas terselenggaranya RAKERDA, SEMINAR, PRESENTASI ILMIAH/POSTER DAN PELATIHAN 2019 pada hari Sabtu, 27 Juli 2019 di Aula PB. Sudirman Pemkab Jember. Seminar ini diselenggarakan atas kerja sama antara Fakultas Farmasi Universitas Jember dan Ikatan Apoteker Indonesia Cabang Jember.

Seminar ini mengusung tema “Peningkatan Profesionalisme dalam Menjalankan Praktik Kefarmasian di Era 4.0” dengan tujuan untuk meningkatkan kualitas praktek kefarmasian di tengah perubahan jaman yang semakin pesat.

Semoga acara yang Kami adakan dapat bermanfaat bagi semua pihak dan kami ucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada semua pihak yang telah berperan dalam suksesnya acara seminar ini.

Jember, Agustus 2019

Panitia

DAFTAR ISI

Halaman Depan	i
Panitia Penyelenggara	iii
Susunan Acara	iv
Sambutan Dekan	v
Kata Pengantar	vii
Daftar Isi	viii
Daftar Poster	ix



DAFTAR NAMA POSTER

Kode Poster	Judul	Halaman
SN-IAIUJ-01	Identifikasi <i>Medication Error</i> Obat Hipertensi Saat Masuk Rumah Sakit dengan Rekonsiliasi pada Pasien Hipertensi. Shinta Mayasari, Suharjono, Sugeng Budi Rahardjo, Prihwanto Budi	1-16
SN-IAIUJ-02	Pengaruh Pemberian Perasan Buah Strawberry (<i>Fragaria virginiana Duchesne</i>) Terhadap Perubahan Kadar Asam Urat Penderita Hiperurisemia. Zora Olivia, Oktalina Dwiki Aryanti	17-23
SN-IAIUJ-03	Pengembangan Obat Antihiperurisemia dari Ekstrak Daun Jamblang (<i>Syzygium cumini L.</i>) yang Tumbuh di Taman Nasional Meru Betiri Jember. Dewi Dianasari, Siti Muslichah	24-33
SN-IAIUJ-04	Optimasi Kecepatan dan Lama Pengadukan dalam Preparasi Hollow Microspheres Ranitidin Hidroklorida Lusia Oktora Ruma Kumala Sari, Eka Deddy Irawan, Riska Fauriyah	34-48
SN-IAIUJ-05	Optimasi Jumlah Etil Selulosa dan Kecepatan Pengadukan dalam Preparasi Hollow Microspheres Kaptopril Eka Deddy Irawan, Taffana Windy Hananta, Dwi Nurahmanto	49-65
SN-IAIUJ-06	Pengaruh Propilen Glikol dan Menthol sebagai Enhancer Terhadap Sifat Fisik Serta Indeks Iritasi Kulit dalam Sediaan Emulgel Meloksikam Asa Falahi, Dewi Riskha N	66-70
SN-IAIUJ-09	Evaluasi Piktogram Kefarmasian Pada Pasien TBC Di Rumah Sakit Paru : Tinjauan Terhadap Aturan Minum Obat Diyan A.R, Nur H.F	71-77
SN-IAIUJ-10	Formulasi Nutraseutikal Sediaan Gummy Candies Ekstrak Buah Naga (<i>Hylocereus polyrhizus</i>) dengan Variasi Konsentrasi Gelatin sebagai Gelling Agent Dewi Rashati Mikhania C.E	78-84
SN-IAIUJ-12	Desain Gen Penyandi Secretory Leukocyte Protease Inhibitor untuk Ekspresi Tinggi pada <i>E. coli</i> Secara <i>in Silico</i> Evi Umayah Ulfa, Elly Munadziroh, Ni Nyoman Tri	85-93

	Puspaningsih	
SN-IAIUJ-13	Aktivitas Antioksidan dan Kadar Fenol Total Daun Benalu (<i>Scurrula ferruginea</i> (Jack.) Dans.) pada Inang Apel Manalagi (<i>Malus sylvestris</i> (L.) Mill.) Nia Kristiningrum, Nur Laily Khomsiah, Endah Puspitasari	94-102
SN-IAIUJ-15	Pengaruh Vitamin C Dan Paparan Sinar UV Terhadap Efektivitas In Vitro Lotion Tabir Surya <i>Benzophenone-3</i> Dan <i>Octyl Methoxycinnamate</i> Dengan Kombinasi Vitamin E Sebagai Fotoprotektor Lidya Ameliana, Novia Kristanti, Lusia Oktora Ruma Kumala Sari	103-113
SN-IAIUJ-16	Penentuan Aktivitas Antioksidan dan Antidiabetes Ekstrak Daun Trenggulun (<i>Protium javanicum</i> Burm.F) Secara In Vitro Lestyo Wulandari, Ainun Nihayah, Ari Satia Nugraha	114-121
SN-IAIUJ-17	Penentuan Kandungan Kafein dalam Teh Komersial Menggunakan KLT-Densitometri dan Validasi Metode Lestyo Wulandari, Yuni Retnaningtyas, Galuh Okta Trianto, Yoshinta Debby	122-131
SN-IAIUJ-18	Uji Aktivitas Antidiabetes Ekstrak Kayu Secang (<i>Caesalpinia sappan</i> L.) pada Tikus yang Diinduksi Aloksan Diana Holiday, Ika Puspita Dewi, Nur Huda, Noer Sidqi Muhammadiy	132-140
SN-IAIUJ-19	Uji Aktivitas Ekstrak Daun Maja (<i>Aegle Marmelos</i> L.) Terhadap Kadar Glukosa Darah Dan Profil Lipid Tikus Diabetes Akibat Induksi Aloksan Diana Holiday, Fifteen Aprila Fajrin, Siti Muslichah	141-148
SN-IAIUJ-21	Eksplorasi Pengetahuan Suku Tengger Kecamatan Tosari, Kabupaten Pasuruan tentang Tumbuhan Obat untuk Pengobatan Demam Balita Indah Yulia Ningsih, Putri Sakinah, Antonius N. W. Pratama	149-161
SN-IAIUJ-22	Penambangan Molekul Antihiperlipidemia dari Tumbuhan di Indonesia Indah Purnama Sary, Lilla Nur Firli, Muhammad Habiburrohman, Bawon Triatmoko, Antonius Nugraha Widhi Pratama, Dwi Koko Pratoko, Ari Satia Nugraha	162-166
SN-IAIUJ-23	Optimasi Kecepatan Dan Lama Pengadukan Dalam Preparasi Mucoadhesive Microspheres Amoksisilin Trihidrat	167-179

	Lina Winarti, Nurul Aini Damayanti, Lusya Oktora Ruma Kumala Sari	
SN-IAIUJ-24	Perbandingan Biaya Riil Terhadap Tarif INA-CBG's Tindakan Hemodialisis Pasien Gagal Ginjal Kronis Rawat Jalan di RSUD Dr. Abdoer Rahem Situbondo Emas Rachmawati, Rosyida Fatimatuz Zahra, Ika Norcahyanti	180-190
SN-IAIUJ-25	Toksitas Akut Kombinasi Ekstrak Daun Jati Belanda Dan Kelopak Bunga Rosella Nuri, Putu Argianti Meyta Sari, Endah Puspitasari, Indah Yulia Ningsih	191-197
SN-IAIUJ-26	Evaluasi Penggunaan Antibiotik pada Pasien Anak Rawat Inap di RSUD Ngudi Waluyo Wlingi Blitar dengan Metode ATC/DDD Ika Norcahyanti, Sinta Rachmawati, Hilma Imaniar	198-211
SN-IAIUJ-28	Identifikasi Kandungan Metabolit Sekunder Pada Herba Apu-Apu (<i>Pistia Stratiotes</i>) Yang Tumbuh Di Kabupaten Jember Dewi Dianasari, Maulidya Barikatul Iftitah	212-219
SN-IAIUJ-30	Optimasi Kombinasi Surfaktan Tween 80 Dan Span 80 Pada Sediaan Transdermal Nanoemulsi Ibuprofen Dengan <i>Design Factorial</i> Dwi Nurahmanto, Ni Made Ayu Kartini Dewi, Lina Winarti	220-231
SN-IAIUJ-32	Kepuasan Pasien Terhadap Pelayanan Resep di Instalasi Farmasi Rawat Jalan RSUD dr. R. Koesma Tuban Sinta Rachmawati, Cathleya Restu Pramesti Prasadriani, Emas Rachmawati	232-243
SN-IAIUJ-35	Formulasi Dan Uji Aktivitas Tabir Surya Sediaan <i>Cream</i> Ekstrak Batang Pohon Pisang Kepok (<i>Mussa paradisiaca</i> L.) Desy Dwi Jayanti, Iswandi, Andri Priyoherianto, Cikra Ikhda N.H.S.	244-250

Penentuan Kandungan Kafein dalam Teh Komersial Menggunakan KLT-Densitometri dan Validasi Metode

Lestyowulandari^{1*}, Yuni Retnaningtyas¹, Galuh Okta Trianto¹, Yoshinta Debby¹

¹Fakultas Farmasi, Universitas Jember, Indonesia

*Email : lestyowulandari@unej.ac.id

ABSTRAK

Kafein adalah alkaloid xantin yang berfungsi sebagai stimulan psikoaktif dan dapat mempercepat produksi urin. Satu minuman yang mengandung kafein adalah teh. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk menentukan kadar kafein dalam teh komersial menggunakan KLT densitometri. Setelah mengoptimalkan kondisi analisis dan persiapan sampel, larutan teh ditempatkan pada lempeng KLT dan dielusi menggunakan aseton dan benzena (7: 3) dan memindai absorbansi pada 277 nm. Hasil penelitian menunjukkan bahwa preparasi sampel optimal menggunakan pelarut metanol dalam volume 25 mL dan diekstraksi selama 1 hari (24 jam). Metode KLT densitometri untuk menentukan kadar kafein dalam teh menunjukkan korelasi linear dengan koefisien korelasi = 0,993. Batas deteksi sebesar 32,7 ppm, batas kuantitasi 97,9 ppm, dengan RSD = 1,22% dan persen rekoverti 100,8% ± 1,74. Analisis kualitatif dan kuantitatif sampel teh hijau dipasaran menunjukkan kadar kafein dalam teh hijau antara 0,773% (b / b) sampai dengan 1,68% (b / b), sedangkan untuk sampel teh hitam adalah 1,31% (b / b) sampai dengan 1,98% (b / b).

Kata Kunci : *KLT densitometri, Kafein, Teh*

ABSTRACT

Caffeine is a xanthine alkaloid which functions as a psychoactive stimulant and can accelerated urine production. One drink that contain caffeine is tea. The purpose of this research was to determine caffeine levels in commercial tea using TLC densitometry. After optimized the analysis conditions and sample preparation, the tea solution was spot on TLC plate and develope using acetone and benzene (7: 3) for eluent, and scanned the absorbance at 277 nm. The results showed that the optimum sample preparation is using methanol solvent in volume 25 mL and extracted for 1 day (24 h). The TLC densitometry method for determination caffeine levels in tea result linearity (correlation coefficient = 0.993), limit of detection (LOD) 32.7 ppm, limit of quantitation (LOQ) 97.9 ppm, RSD = 1.22% and recovery percent 100.8% ± 1.74. Qualitative and quantitative analysis for green tea samples containing caffeine levels between 0.773% (b/b) up to 1.68% (b/b), while for black tea samples were 1.31% (b/b) up to 1.98% (b/b).

Keyword : *TLC-Densitometry, Caffeine, Tea*

PENDAHULUAN

Teh adalah minuman yang dapat diminum oleh semua orang di seluruh dunia. Teh memiliki banyak jenis dan rasa. Dalam studi ini, kami menggunakan

teh hitam yang diproduksi hampir lebih dari 75% negara di seluruh dunia dan teh hijau yang hanya diproduksi oleh 22% negara di seluruh dunia. Teh memiliki manfaat sebagai agen pencegahan pada kesehatan manusia (Kodagoda, *et.al.*, 2017). Manfaat dan kerugian teh bagi kesehatan dipengaruhi oleh kadar kafein yang terkandung di dalamnya. Kandungan kafein dalam teh bervariasi tergantung pada jenis teh, diperkirakan 14-61 mg setiap cangkir (Chin *et. al.*, 2008). Konsumsi kafein dibatasi hingga 400 mg per hari untuk orang dewasa karena dapat menyebabkan ketergantungan jika lebih dari level itu (Verster *et.al.*, 2018). Beberapa metode analitik untuk menentukan kadar kafein adalah densitometri TLC (Palacios *et. al.*, 2017), spektrofotometri UV Vis dan HPLC (Kromatografi Cair Kinerja Tinggi) (Chun *et.al.*, 2013). Dalam penelitian ini kami menggunakan metode densitometri TLC untuk menentukan kadar kafein untuk sampel teh.

BAHAN DAN ALAT

Bahan

Tiga merek berbeda komersial (A, B, dan C) untuk sampel teh hijau dan lima merek berbeda komersial (D, E, F, G dan H) untuk teh hitam. Semua sampel dikumpulkan dari pasar di sekitar Jember. Sampel diekstraksi menggunakan metanol.

Optimasi Eluen

Komposisi eluen yang digunakan adalah benzena: aseton (3: 7); methanol:kloroform (1: 9) (Mofat *et.al.*, 2003); metanol: kloroform (2: 8); methanol:kloroform (0.5: 9.5); metanol: kloroform: etanol (1: 8: 1). Penilaian eluen yang paling optimal didasarkan pada parameter efisiensi kromatogram, yang merupakan nilai terbesar dari pelat teoritis (N), nilai HETP terkecil, dan nilai resolusi lebih dari 1,5.

Optimasi Panjang Gelombang

Optimalisasi panjang gelombang didasarkan dengan memindai titik TLC analit pada pemindai Camag TLC 3 dan program perangkat lunak WinCats. Panjang gelombang optimal dipilih dengan melihat spektrum analit yang dibaca pada panjang maksimum di mana tidak ada spektrum komponen pengotor yang mengganggu spektrum kafein.

Optimasi Volume Pelarut untuk Ekstraksi

Serbuk teh (1 gram) dilarutkan dalam 10 mL, 15 mL, 25 mL, 35 mL, dan 50 mL metanol. Volume pelarut optimal yang dipilih oleh pengamatan visual (warna larutan teh) juga menentukan kadar kafein yang paling diekstraksi dalam teh. Langkah ini direplikasi 3 kali.

Optimasi Waktu Ekstraksi

Serbuk Teh (1 gram) dilarutkan dalam 25 mL metanol dan diekstraksi selama 1 jam, 6 jam, 12 jam, 18 jam, 24 jam (1 hari), 2 hari, 3 hari. Waktu ekstraksi optimal yang dipilih oleh pengamatan visual (warna larutan teh) juga menentukan kadar kafein yang paling diekstraksi dalam teh. Langkah ini direplikasi tiga kali.

Validasi Metode Analisis

Metode validasi yang dilakukan dalam penelitian ini adalah spesifisitas dan selektivitas, linearitas, LOD, LOQ, presisi dan akurasi (Indrayanto, 2011), (Yuwono *et.al.*, 2005). Kriteria penerimaan yang ditulis dalam diskusi berasal dari referensi (Harmita, 2004), (Huber, 2017). Spesifisitas dan selektivitas diuji dengan membandingkan resolusi puncak standar kafein dan solusi sampel untuk puncak yang tidak diketahui. Diperlakukan seperti menentukan kadar kafein kemudian memindai tempat menggunakan densitometri untuk mengevaluasi identitas dan kemurnian tempat. Linearitas yang diuji menggunakan rentang standar kafein 10; 20; 40; 50; 60; 80; 90 ppm. Diperlakukan seperti menentukan kadar kafein. Memindai titik TLC dengan densitometri dan menghitung koefisien korelasi (r). Limit of Detection (LOD) dan Limit of Quantitation (LOQ) diuji dengan membuat beberapa standar kafein yang 10, 20; 40; 50; 60; 80; 90 ppm. Diperlakukan seperti menentukan kadar kafein. Memindai titik TLC dengan densitometri dan menghitung LOD dan LOQ. Presisi diuji dengan membuat beberapa standar kafein yaitu 500; 600; 800; 900 ppm dan larutan sampel. Diperlakukan seperti menentukan kadar kafein (enam replikasi). Memindai titik TLC dengan densitometri dan SD yang dihitung (Deviasi Standar) dan RSD (Deviasi Standar Relatif). Tes presisi dilakukan 3 kali pada hari yang berbeda. Akurasi diuji menggunakan larutan sampel tambahan (30%, 45%, 60%). Penambahan sampel diencerkan dalam pelarut yang dielusikan dan memindai titik TLC dengan densitometri dan menghitung persentase pemulihan.

Determinasi Level Kafein dalam Teh

Langkah pertama adalah membuat larutan standar kafein dalam konsentrasi 500 ppm, 700 ppm, 900 ppm, dan 1100 ppm. 1 gram sampel teh ditimbang kemudian dimasukkan ke dalam labu volumetrik 25 ml kemudian diencerkan dalam metanol sampai tanda dan biarkan selama 24 jam (1 hari). Setiap sampel direplikasi 2 kali. Semua larutan standar dan larutan sampel terlihat 2 μL pada pelat TLC (Silica Gel F254) dan kemudian dielusi dengan aseton: benzena (7: 3) eluen. Setelah eluasi selesai, angkat piring dan keringkan, kemudian bintik-bintik TLC dipindai dengan densitometer dan periksa kemurnian berdasarkan spektra yang diperoleh, diikuti dengan menghitung kadar kafein dalam sampel teh.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini dilakukan dengan empat langkah. Langkah pertama adalah mengoptimalkan kondisi analisis (eluen dan panjang gelombang), kemudian mengoptimalkan persiapan sampel (volume pelarut untuk waktu ekstraksi dan ekstraksi). Setelah semua kondisi optimal, maka validasi metode analitis sebelum penentuan kadar kafein dalam teh dengan densitometri TLC.



Gambar 1 Struktur kafein

Optimalisasi eluen dilakukan untuk mendapatkan kromatogram yang efisien. kromatogram yang efisien didasarkan pada pelat teoritis tertinggi (nilai N), Ekuivalen Tinggi terkecil ke Lempeng Teoritik (nilai HETP), dan nilai Resolusi (R_s) lebih dari 1,5. Selain ketiga parameter efisiensi kromatogram ini, penilaian eluen optimal juga didasarkan pada R_f , nilai R_f yang baik antara 0,30 hingga 0,70. Data lengkap tentang pengukuran optimasi eluen ditunjukkan pada Tabel 1 di bawah ini:

Dapat dilihat bahwa aseton eluen: benzena (7:3) menghasilkan kromatogram yang efisien, eluen memenuhi syarat parameter efisiensi kromatogram yang kita inginkan. Optimisasi panjang gelombang dilakukan dengan menggunakan larutan standar kafein dalam metanol kemudian memindai

spektrum pada panjang gelombang 200 nm hingga 700 nm. Kromatogram larutan kafein standar dan dalam sampel teh menghasilkan panjang gelombang maksimum (λ) pada 277 nm.

Tabel 1 Perbandingan Parameter Efisiensi Kromatogram pada komposisi eluen yang berbeda

Eluen	Parameter			
	N	HETP	Rs	Rf
Metanol : Kloroform (1 : 9)	363.9	0.00170	1.36	0.56
Metanol : Kloroform (2 : 8)	442.6	0.00321	0.94	1.27
Metanol : Kloroform (0,5 : 9,5)	151.5	0.00264	7.87	0.34
Metanol : Kloroform : Etanol (1 : 8 : 1)	644.4	0.00256	0.97	1.55
Aseton : Benzen (7 : 3)	544.4	0.00129	1.78	0.64

Volume pelarut untuk mengoptimalkan ekstraksi dilakukan untuk mendapatkan volume pelarut optimal dalam mengekstraksi kafein dengan sempurna dalam teh dan membandingkan kadar kafein yang paling banyak diekstraksi dalam teh. Data dari pengamatan volume pelarut untuk ekstraksi ditunjukkan pada Tabel 2 di bawah ini:

Tabel 2 Perbandingan volume pelarut pengestraksi sampel teh

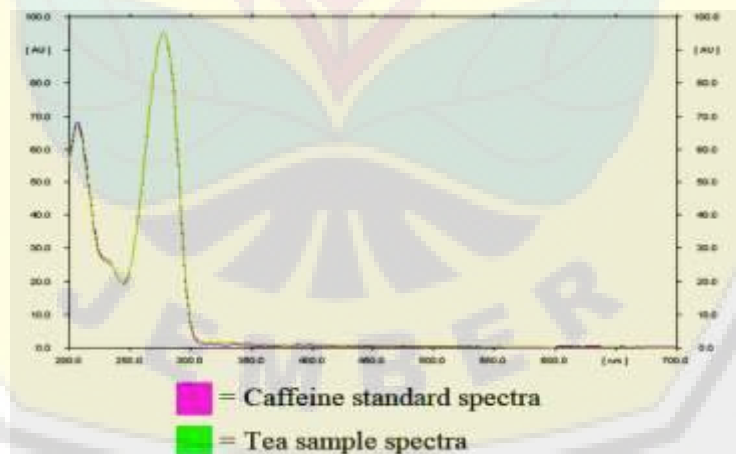
Volume pelarut pengestraksi (mL)	Rerata level kafein	
	(n=3) (mg)	RSD
10	11.3	0.336%
15	15.4	1.13%
25	20.7	1.60%
35	20.6	1.32%
50	20.5	0.409%

Volume pelarut yang paling optimal untuk mengekstraksi kafein dalam sampel teh adalah 25 mL. Karena dalam volume ekstraksi 35 mL dan 50 mL, kadar kafein hampir sama dengan volume ekstraksi 25 mL, tetapi volume ekstraksi 35 mL dan 50 mL tidak dalam fase ekstraksi, tetapi pada fase pengenceran. Optimalisasi waktu ekstraksi digunakan untuk mendapatkan kandungan kafein secara optimal sehingga dapat diekstraksi dengan sempurna. Data dari pengamatan waktu ekstraksi ditunjukkan pada Tabel 3 di bawah ini:

Tabel 3 Perbandingan waktu ekstraksi dari sampel teh

Waktu	Rerata level kafein (n=3)		RSD
	(mg)		
1 jam	15.8		0.803%
1 hari	20.6		0.582%
2 hari	20.6		0.751%
3 hari	20.6		1.75%

Seperti yang dapat kita lihat dari data, kandungan kafein yang diperoleh dari proses ekstraksi dalam sampel teh untuk hari pertama tidak memberikan hasil yang berbeda dari hari kedua dan hari ketiga, sehingga waktu optimal yang diperlukan untuk mengekstrak kafein dalam teh adalah satu hari. Spesifisitas adalah metode untuk mengukur respons analit secara khusus dan akurat, terhadap komponen lain yang terkandung dalam matriks sampel. Spesifisitas dilakukan dengan membandingkan antara spektrum sampel dan standar. Hasil tes spesifisitas didasarkan pada pengamatan identitas dan kemurnian. Dari hasil, spektrum yang dihasilkan oleh sampel dan standar identik (Gambar 2) dan menghasilkan nilai R_f 0,61 yang masih dalam kisaran yang baik. Juga standar kafein dan sampel terdeteksi sebagai kafein dengan kemurnian tinggi.

**Gambar 2 Spektra Identitas dan Kemurnian untuk Uji Spesifitas**

Selektivitas ditentukan dengan menghitung nilai resolusi (R_s) antara puncak analit (kafein) dan matriks terdekat yang tidak diketahui dalam sampel. Kafein dalam penelitian ini mengandung 2 matriks yang tidak diketahui, yang pertama adalah zat yang tidak diketahui dari awal bintik-bintik dan yang kedua adalah zat yang tidak diketahui di ujung piring. Nilai resolusi berdasarkan hasil adalah 7,06 dan 1,81. Nilai ini menunjukkan bahwa metode ini dapat memisahkan analit karena nilai resolusi (lebih dari 1,5). Linearitas dinilai

berdasarkan nilai koefisien korelasi, yang menunjukkan hubungan proporsional antara konsentrasi dan luas area.

Tabel 4 Hasil Uji Linieritas

Konsentrasi (ppm)	Area
200	Reject
300	Reject
400	Reject
500	13459,4
600	14016
800	16919
1000	19004,4
1200	20646,4
1400	22129,5
1600	Reject
Regresi Linier	Area = 8489,74 + 5,02 x Konsentrasi
Koefisien Korelasi > 0,99	= 0,993

Nilai koefisien korelasi 0,993 dan memenuhi persyaratan linieritas (>0,99).

Deteksi *the limit of detection* (LOD) dan *the limit of quantitation* (LOQ) adalah untuk mengetahui batas konsentrasi analit yang masih terdeteksi oleh alat dan konsentrasi analit yang dapat dikuantifikasi secara tepat dan akurat. Hasil penelitian menunjukkan nilai LOD dan LOQ masing-masing adalah 32,7 ppm dan 97,9 ppm. Evaluasi presisi adalah salah satu parameter untuk metode validasi untuk menunjukkan tingkat kesesuaian antara hasil tes individu, diukur dengan penyebaran hasil individu dari rata-rata jika prosedur diterapkan berulang kali dan sampel diambil dari campuran homogen. Evaluasi diukur dengan menentukan kadar kafein dalam teh dengan enam kali replikasi per hari dan direplikasi selama tiga hari untuk mengetahui reproduktifitas.

Tabel 5 Hasil Uji Presisi Selama Tiga Hari

Hari	RSD (n = 6)	% b/b
1	1.45 %	2.08
2	1.21 %	2.15
3	1.01 %	2.17
Rerata	1.22 %	2.13

Berdasarkan Tabel 5 dapat dilihat bahwa nilai RSD rata-rata adalah 1,22%. Dapat disimpulkan bahwa metode ini memenuhi persyaratan presisi dengan nilai RSD kurang dari 2% (Harmita *et al.*, 2004)

Uji akurasi dalam metode validasi diperlukan untuk menunjukkan tingkat kedekatan dari hasil analisis dengan tingkat analit yang sebenarnya. Dalam perhitungan akurasi, digunakan metode penjumlahan, kemudian dihitung persen

perolehan kembali konsentrasi hasil penelitian dibandingkan dengan konsentrasi teoritis.

Tabel 6 Hasil Uji Akurasi

Adisi	Level Kafein Teoritis (mg)	Level Kafein Pengujian (mg)(n=3)	RSD	Rerata Persen Perolehan Kembali (%)
30 %	27,7	27,5	1,47%	99,3
45 %	30,9	31,5	0,815%	101,9
60 %	34,1	34,5	0,738%	101,2
Rerata				100,8 ± 1,74

Berdasarkan Tabel 6, dapat dilihat bahwa persen pemulihan yang dihasilkan adalah 100,8% ± 1,74 berada dalam kisaran persen persyaratan pemulihan, yaitu 98 hingga 102%, sehingga metode ini memenuhi persyaratan untuk akurasi. Tes kualitatif kadar kafein dalam sampel teh dilakukan untuk mengetahui apakah sampel teh mengandung kafein atau tidak. Dalam tes kualitatif ini penelitian dilakukan dengan membandingkan spektrum sampel dengan spektra standar dalam Densitometri TLC.

Tabel 7 Hasil Spektra Sampel Teh dengan Densitometri (Kualitatif)

Sampel	Rf	Senyawa	r(s,m)	r(m,e)	Kemurnian
A	0,64	Caffeine	0,999	0,999	ok
B	0,65	Caffeine	0,999	0,999	ok
C	0,65	Caffeine	0,997	0,999	ok
D	0,64	Caffeine	0,999	0,999	ok
E	0,65	Caffeine	0,999	0,999	ok
F	0,64	Caffeine	0,999	0,999	ok
G	0,64	Caffeine	0,999	0,999	ok
H	0,64	Caffeine	0,996	0,999	ok

Setelah hasil tes kualitatif memenuhi syarat (tabel 7), kemudian jalankan tes kuantitatif. Tes ini dilakukan untuk menentukan kadar kafein dalam sampel teh. Persentase pemulihan kadar kafein dalam teh harus berkisar antara 98 hingga 102%. Perhitungan persen pemulihan menggunakan hubungan antara konsentrasi teoritis sampel dan konsentrasi hasil eksperimen.

Kandungan kafein tertinggi terdapat pada teh hitam. Hal ini disebabkan karena untuk membuat teh hitam, daun teh dibiarkan teroksidasi penuh selama sekitar 2 minggu hingga 1 bulan dan tidak ada proses pemanasan sehingga kandungan kafein dalam daun teh tidak berkurang, sedangkan pada teh hijau ada proses pemanasan untuk menghentikan oksidasi, sehingga kandungan kafein yang terkandung dalam daun teh berkurang.

Tabel 8 Hasil Determinasi Level Kafein dalam Sampel Teh dengan KLT-Densitometri

Tipe	Merk	Konsentrasi %b/b (mg/mg)	RSD	Rerata Konsentrasi %b/b (mg/mg)	Persen Perolehan Kembali
Teh hijau	A	1,68	0,205%	1,21	100,2
	B	0,773	0,727%		98,6
	C	1,19	0,168%		99,7
Teh hitam	D	1,98	0,219%	1,51	99
	E	1,51	0,151%		98,4
	F	1,41	0,039%		101,1
	G	1,31	0,131%		99,2
	H	1,34	0,152%		101,5

KESIMPULAN

Dari penelitian ini kita dapat menyimpulkan bahwa penentuan kadar kafein dalam sampel teh komersial dapat dilakukan dengan densitometri TLC dengan aseton eluen dan benzena (7: 3) dan dipindai pada panjang gelombang 277 nm, menggunakan pelarut metanol, volume ekstraksi 25 mL, dalam 1 waktu ekstraksi hari. Metode ini linear, tepat dan akurat.

DAFTAR PUSTAKA

- Kodagoda KHGK, Wickramasinghe I. 2017. Health benefits of Green and Black Tea: A Review. *Int J Adv Eng Res Sci* [Internet]. 4(7):107–12. Available from: <http://ijaers.com/detail/health-benefits-of-green-and-black-tea-a-review/>
- Chin JM, Merves ML, Goldberger BA, Sampson-Cone A, Cone EJ., 2008, Caffeine content of brewed teas. *J Anal Toxicol.*;32(8):702–4.
- Verster JC, Koenig J. Caffeine intake and its sources: A review of national representative studies. *Crit Rev Food Sci Nutr.* 2018;58(8):1250–9.
- Palacios C, L. F. Salatino M, Salatino A. TLC Procedure for Determination of Approximate Contents of Caffeine in Food and Beverages. *World J Chem Educ* [Internet]. 2017;5(5):148–52. Available from: <http://pubs.sciepub.com/wjce/5/5/1/index.html>
- Komsta Lukasz, Waksmundzka-Hajnos Monika SJ. 2013. Thin Layer Chromatography in Drug Analysis [Internet]. CRC Press [cited 2019 Feb 16].
- Chun Lok H, Man Kit K, Kam Tung C, Sze Ho T. 2013;25. Chemical Test for Caffeine. http://www.hkasmc.org/News/818/Report_6B_Christiam%2520Alliance%2520SC%2520Chan%2520Memorial%2520Secondary%2520School_Chemical_test_for_caffeine.pdf

- FMoffat AC, Osselton D, Widdop B, Clarke EGC. 2003. (Eustace GC. Clarke's analysis of drugs and poisons. [Internet]. Pharmaceutical Press; [cited 2019 Feb 16]. 1248 p. Available from: <https://books.google.co.id/books?id=c0alSQAACAAJ&dq=clarke%27s+2004&hl=id&sa=X&ved=0ahUKEwjI89yhzsDgAhVMPI8KHYPGAskQ6AEIKTAA>
- Indrayanto G. 2011 . Validation of Analytical Methods-Update [Internet]. 1st ed. Vol. 37, Profiles of Drug Substances, Excipients and Related Methodology. Elsevier Inc.; 2012. 439-465 p. Available from: <http://dx.doi.org/10.1016/B978-0-12-397220-0.00012-X>
- Yuwono M, Indrayanto G. 2005. Validation of Chromatographic Methods of Analysis. Profiles Drug Subst Excipients Relat Method ol.;32(05):241–60.
- Harmita. Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya. 2004;l(3):117–35.
- Huber L. 2007. Validation and Qualification in Analytical Laboratories, Second Edition [Internet]. CRC Press; [cited 2019 Feb 17]. Available from: <https://www.taylorfrancis.com/books/9780849382680>