

LAPORAN PRAKTIKUM
KIMIA ORGANIK FARMASI (KI2051)

Percobaan 03
PEMISAHAN SENYAWA ORGANIK
Ekstraksi: Isolasi Kafein dari Teh dan Uji Alkaloid

Kelompok : III
Nama : Yuda Prasetya Nugraha
NIM : 10708032
Tanggal Praktikum : 14 Oktober 2009
Tanggal Pengumpulan : 28 Oktober 2009
Asisten Praktikum : LULU & SINTA



Laboratorium Kimia Organik
Departemen Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Bandung
2009

Percobaan 03
PEMISAHAN SENYAWA ORGANIK
Ekstraksi: Isolasi Kafein dari Teh dan Uji Alkaloid

A. Tujuan Percobaan

1. Menentukan titik leleh kafein yang diisolasi dari teh
2. Menguji kandungan alkaloid dalam kristal hasil isolasi menggunakan pereaksi Mayer dan pereaksi Dragendorff
3. Menentukan perbandingan persentase konsentrasi larutan asam asetat hasil ekstraksi dengan larutan asam asetat sebelum diekstraksi

B. Cara Kerja

1. Ekstraksi padat-cair: ekstraksi kafein dari teh

25 g daun teh kering dan 20 g natrium karbonat dimasukkan ke dalam labu Erlenmeyer 250 mL, kemudian tambahkan 225 mL air mendidih. Diamkan selama 7 menit, kemudian didekantasi ke dalam labu Erlenmeyer lain. Ke dalam daun teh ditambahkan 50 mL air mendidih, kemudian ekstrak teh segera didekantasi dan digabungkan dengan ekstrak sebelumnya. Untuk mengekstrak sisa kafein yang mungkin ada, air berisi daun teh dididihkan selama 20 menit, kemudian ekstraknya didekantasi.

Ekstrak teh didinginkan hingga suhu kamar, kemudian, lakukan ekstraksi di dalam corong pisah dengan penambahan 30 mL diklorometana. Corong pisah dikocok secara perlahan selama 5 menit (supaya tidak terbentuk emulsi) dan sesekali keran corong pisah dibuka untuk mengurangi tekanan udara dalam corong. Ekstraksi diulang dengan penambahan 30 mL diklorometana ke dalam corong pisah. Ekstrak diklorometana dan semua fraksi yang berwujud emulsi digabungkan di dalam labu Erlenmeyer 125 mL, kemudian tambahkan kalsium klorida anhidrat ke dalam gabungan ekstrak dan emulsi, sambil diaduk dan digoyang selama 10 menit. Kemudian, ekstrak diklorometana disaring dengan penyaringan biasa. Erlenmeyer dan kertas saring dibilas dengan 5 mL diklorometana. Filtrat digabung dan lakukan distilasi menggunakan penangas air untuk menguapkan diklorometana.

Produk yang terbentuk ditimbang dan dilakukan rekristalisasi menggunakan 5 mL aseton panas, lalu larutan ini dipindahkan dengan pipet ke dalam labu Erlenmeyer kecil. Masih dalam keadaan panas, tambahkan n-heksana tetes demi tetes sampai terbentuk kekeruhan. Dinginkan sampai mencapai suhu kamar, kemudian kristal yang terbentuk disaring dengan penyaringan isap (vakum). Kristal dicuci dengan beberapa tetes n-heksana. Kemudian dilakukan pengujian titik leleh.

2. Uji Alkaloid

Kristal kafein dilarutkan dalam air. Kemudian ditetesi dengan 1-2 tetes pereaksi Mayer. Apabila kristal tersebut mengandung alkaloid, maka akan terbentuk endapan kuning muda.

Kristal kafein dilarutkan dalam air. Kemudian ditetesi dengan 1-2 tetes pereaksi Dragendorff. Apabila kristal tersebut mengandung alkaloid, maka akan terbentuk endapan jingga.

3. Ekstraksi cair-cair (kelarutan)

5 mL larutan asam asetat glasial (5 mL dalam 110 mL air) dimasukkan ke dalam corong pisah 100 mL, kemudian diekstraksi dengan penambahan *satu kali* 15 mL eter. Kemudian, larutan dalam fasa air diekstraksi dengan larutan NaOH 0,3 M dan indikator fenolftalein. Sebelumnya, larutan asam asetat awal dititrasi dengan cara serupa.

Dengan cara yang sama seperti di atas, asam asetat diekstraksi sebanyak *tiga kali* dengan masing-masing 5 mL eter kemudian dititrasi.

C. Data Pengamatan

1. Ekstraksi padat-cair: ekstraksi kafein dari teh
Diperoleh endapan berwarna putih sebagai hasil ekstraksi yang telah direkristalisasi.
2. Uji Alkaloid
Larutan kristal hasil ekstraksi baik ditambahkan pereaksi Mayer maupun pereaksi Dragendorff menunjukkan hasil negatif.
3. Ekstraksi cair-cair (kelarutan)
Titrasi dengan NaOH 0,3 M sebagai peniter.

| Analit | Volume NaOH 0,3 M yang dibutuhkan (mL) |
|--|--|
| larutan asam asetat glasial | 13,7 |
| hasil ekstraksi larutan asam asetat glasial (+15 ml eter) | 6,2 |
| hasil ekstraksi larutan asam asetat glasial (+3x5 ml eter) | 4,8 |

D. Pengolahan Data

Ekstraksi cair-cair

Menentukan persentase konsentrasi asam asetat pada fasa air

- Titrasi larutan asam asetat glasial tanpa penambahan eter
 $\text{mol CH}_3\text{COOH} = \text{mol NaOH}$
 $\text{mol CH}_3\text{COOH} = V \times M$
 $\text{mol CH}_3\text{COOH} = 13,7 \text{ mL} \times 0,3 \text{ M}$
 $\text{mol CH}_3\text{COOH} = 4,11 \text{ mmol}$
persentase konsentrasi = 100% (digunakan sebagai acuan)
- Titrasi larutan asam asetat glasial hasil ekstraksi dengan *satu kali* penambahan 15 mL eter
 $\text{mol CH}_3\text{COOH} = \text{mol NaOH}$
 $\text{mol CH}_3\text{COOH} = V \times M$
 $\text{mol CH}_3\text{COOH} = 6,2 \text{ mL} \times 0,3 \text{ M}$

$$\text{mol CH}_3\text{COOH} = 1,86 \text{ mmol}$$

$$\text{persentase konsentrasi} = \frac{1,86}{4,11} \times 100\% = 45,25\%$$

- Titrasi larutan asam asetat glasial hasil ekstraksi dengan *tiga kali* penambahan 5 mL eter

$$\text{mol CH}_3\text{COOH} = \text{mol NaOH}$$

$$\text{mol CH}_3\text{COOH} = V \times M$$

$$\text{mol CH}_3\text{COOH} = 4,8 \text{ mL} \times 0,3 \text{ M}$$

$$\text{mol CH}_3\text{COOH} = 1,44 \text{ mmol}$$

$$\text{persentase konsentrasi} = \frac{1,44}{4,11} \times 100\% = 35,24\%$$

E. Pembahasan

1. Ekstraksi padat-cair: ekstraksi kafein dari teh dan Uji Alkaloid

a. Analisis Cara Kerja

Pada percobaan ini digunakan air panas sebagai pengekstrak teh yang larut dalam air. Hal ini didasarkan pada kelarutan kafein yang semakin meningkat seiring bertambahnya suhu, yaitu sebesar 22 mg/mL pada 25°C, 180 mg/mL pada 80°C, dan 670 mg/mL pada 100°C. Karena kafein merupakan senyawa organik, maka digunakan diklorometana untuk mengekstraksi kafein dari air. Namun, tanin yang juga terdapat dalam teh juga larut dalam diklorometana ini padahal kafein yang diekstraksi harus dapat dipisahkan dari tanin. Untuk memisahkan tanin dari kafein dilakukan dengan penambahan Na₂CO₃. Karena tanin merupakan senyawa fenolik yang cukup asam, maka akan terjadi reaksi antara tannin dan Na₂CO₃ dimana produk yang terbentuk akan lebih larut dalam air.

Larutan teh disaring dan dimasukkan ke dalam corong pisah untuk diekstraksi dengan diklorometana. Setelah proses pengocokan akan muncul dua lapisan, lapisan yang di bawah merupakan fasa organik dan yang berada di atas merupakan fasa air.

Hasil ekstrak digabung dan ditambahkan kalsium klorida anhidrat sambil diaduk. Fungsi penambahan kalsium klorida anhidrat adalah untuk mengikat air (*drying agent*) karena sifatnya yang higroskopis. Kemudian dilakukan distilasi yang bertujuan untuk memisahkan diklorometana yang memiliki titik didih lebih rendah dari kafein sehingga diklorometana akan menguap lebih dulu. Diklorometana menguap pada suhu 39°C.

Produk yang terbentuk dilarutkan pada aseton panas. Kemudian ditambahkan n-heksana yang bersifat non polar untuk menjenuhkan dan mengendapkan kafein.

b. Analisis Hasil Percobaan

Pereaksi Mayer mengandung logam Hg dan KI yang akan membentuk kompleks endapan kuning muda dengan senyawa alkaloid. Pereaksi Dragendorff mengandung Bismut dan KI yang akan membentuk kompleks endapan jingga dengan senyawa alkaloid.

Dari hasil percobaan diperoleh endapan putih yang menunjukkan hasil negatif setelah dilakukan uji alkaloid menggunakan pereaksi Mayer dan

pereaksi Dragendorff. Artinya, senyawa yang diperoleh bukanlah kafein. Ekstraksi yang telah dilakukan tidak efektif. Hal ini terjadi karena:

- Luas permukaan zat yang diekstraksi
Ekstraksi kafein dari serbuk teh akan lebih efektif daripada ekstraksi dari daun teh seperti pada percobaan.
- Proses ekstraksi
Karena hanya dilakukan *satu kali* ekstraksi, maka kemungkinan besar kafein yang ada dalam jumlah sedikit tidak terekstraksi dengan baik. Karena terbentuk emulsi pada corong pisah, maka kemungkinan besar banyak kafein yang tertinggal dan tidak larut diklorometana.

2. Ekstraksi cair-cair

Dalam percobaan ini dilakukan ekstraksi asam asetat glasial dengan eter. Kemudian, fasa cair hasil ekstraksi dititrasi dengan menggunakan NaOH 0,3 M sebagai peniter.

Semakin sering ekstraksi dilakukan, maka efektifitas proses ekstraksi tersebut akan semakin meningkat, sesuai dengan persamaan efektivitas ekstraksi:

$$C_n = C_o \left(\frac{KV_1}{KV_1 + V_2} \right)^n$$

dimana C_o adalah konsentrasi semula, V_1 volume semula, K koefisien distribusi, dan V_2 volume pengekstrak. Dengan persamaan ini, dapat disimpulkan bahwa ekstraksi sebanyak n kali akan jauh lebih efektif daripada satu kali ekstraksi dengan jumlah volume yang sama.

Dari hasil pengolahan data di atas, terlihat bahwa persentase asam asetat glasial semakin menurun seiring dengan banyaknya ekstraksi dilakukan. Hal ini juga dapat dilihat dari semakin menurunnya jumlah NaOH yang dibutuhkan untuk proses titrasi. Artinya, semakin sering diekstraksi, semakin banyak jumlah asam asetat glasial yang larut pada eter.

F. Kesimpulan

1. Dari hasil percobaan ekstraksi daun teh tidak diperoleh kafein karena menunjukkan hasil negatif pada uji alkaloid.
2. Persentase konsentrasi asam asetat pada fasa cair semakin menurun seiring dengan banyaknya ekstraksi dilakukan. Presentase konsentrasi asam asetat pada fasa cair setelah satu kali ekstraksi adalah 45,25% dan setelah tiga kali ekstraksi menjadi 35,24%.

G. Daftar Pustaka

- Brady, Russel, Hollum. 2000. Chemistry : Matter and Its Changes. New York : John Wiley & Sons. (halaman 207)
- Contribution To The Reaction Of Alkaloids With Potassium Tetraiodomercurate. Springer Berlin / Heidelberg. *Volume 253, Number 5 / January, 1971 (page 361-363)*
- <http://kmistry.info/2007/10/dragendorff-reagent/> (27 Oktober 2009)