



Penetapan Kadar Siklamat Dalam Minuman Ringan Menggunakan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi

Nazria Hasana^{1*}, Suci Permata Sari¹, Ismil Imama²

¹Universitas Islam Negeri Raden Fatah Palembang, Indonesia

²Laboratorium Kimia Pangan Olahan dan Air Balai Besar Pengawas Obat dan Makanan (BBPOM) Palembang, Indonesia

*e-mail korespondensi: nazriahasana@gmail.com

Abstract. *Food additives are mainly used to maintain the quality and consistency of food and improving its taste and flavor. One of the food additives that is widely used is cyclamate which is used as an artificial sweetener that is able to provide sweetness to food when consumed. The use of cyclamates in high doses can cause cancer, and other diseases such as liver, lung and lymph tumors. This study aims to determine the cyclamate content in soft drinks. The analysis method used is an experiment by analyzing 4 samples of soft drinks using the HPLC instrument. The test results and calculations showed that three samples are positive for containing cyclamate, with concentration of 19.23 mg / kg, 377.07 mg / kg and 1196.03 mg / kg. From the determination of the cyclamate content, it shows that there are 2 samples that do not meet the standards of BPOM Regulation N0.11 of 2019, which stated that the maximum use of cyclamate in soft drinks is 350 mg/kg.*

Keywords: *Soft Drinks, Cyclamate, HPLC*

Abstrak. Penggunaan bahan tambahan pangan digunakan untuk menjaga kualitas dan konsistensi makanan serta meningkatkan citarasanya. Salah satu bahan tambahan makanan yang banyak digunakan adalah Siklamat yang digunakan sebagai pemanis buatan yang mampu memberikan rasa manis pada makanan saat dikonsumsi. Penggunaan Siklamat dalam dosis tinggi dapat menyebabkan kanker, dan penyakit lain seperti tumor hati, paru-paru dan getah bening. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kandungan siklamat dalam minuman ringan. Metode analisis yang digunakan adalah percobaan dengan menganalisis 4 sampel minuman ringan menggunakan instrumen HPLC. Hasil pengujian dan perhitungan menunjukkan bahwa dari sampel tersebut ada tiga sampel yang positif mengandung siklamat, dengan konsentrasi 19,23 mg/kg, 377,07 mg/kg dan 1196,03 mg/kg. Dari penetapan kandungan siklamat tersebut menunjukkan bahwa terdapat 2 sampel yang tidak memenuhi standar Peraturan BPOM N0.11 Tahun 2019, yang menyatakan bahwa maksimal penggunaan siklamat dalam minuman ringan adalah 350 mg/kg.

Kata kunci: Minuman Ringan, Siklamat, KCKT

PENDAHULUAN

Industri makanan dan minuman kemasan di Indonesia saat ini berkembang dengan sangat pesat. Namun sangat disayangkan apabila perkembangan industri itu hanya mementingkan aspek selera konsumen tanpa memperhatikan aspek kesehatan [1]. Untuk produk minuman ringan itu sendiri merupakan minuman yang



tidak mengandung alkohol, melainkan minuman olahan dalam bentuk serbuk atau cair yang mengandung bahan makanan atau tambahan lainnya baik alami maupun sintesis yang dikemas dalam kemasan saji berupa cup maupun botol [2]

Peran Bahan Tambahan Pangan (BTP) sangatlah besar pengaruhnya terhadap hasil produk-produk yang nanti akan dihasilkan. Penggunaan BTP biasanya bertujuan membuat makanan tampak lebih berkualitas, lebih menarik dengan cita rasa dan tekstur yang lebih sempurna. Namun penggunaan BTP saat ini tentunya akan menimbulkan berbagai perbedaan pendapat dikalangan peneliti maupun masyarakat pada umumnya dikarenakan maupun menyebabkan timbulnya kanker[2]. Salah satu BTP yang sering digunakan dikalangan masyarakat adalah penambahan pemanis buatan atau sintetis pada makanan maupun minuman, yang mampu memberikan rasa manis saat dikonsumsi dan mengingat harganya lebih terjangkau dari pada menggunakan pemanis alami[3].

Salah satu pemanis yang biasanya digunakan oleh kalangan masyarakat yaitu siklamat. Siklamat merupakan salah satu jenis pemanis buatan yang memiliki rasa manis 30 kali dari pada sukrosa [4]. Siklamat yang biasa digunakan oleh masyarakat yaitu dalam bentuk garam seperti natrium siklamat. Penambahan siklamat pada pangan bertujuan memberikan perasa manis, selain itu juga disarankan bagi para penderita diabetes menggunakan pemanis siklamat karena kalorinya yang lebih rendah dari pemanis alami [5]. Meskipun penggunaan siklamat diperbolehkan akan tetapi ada batasan kadar dalam setiap penggunaannya, karena akan membahayakan kesehatan apabila digunakan secara berlebihan. Seperti pada penelitian yang sudah dilakukan yaitu pemberian siklamat pada tikus yang menyebabkan timbulnya penyakit kanker kantong kemih, selain itu siklamat juga menyebabkan tumor hati, paru-paru dan limfa serta memicu terjadinya pengecilan testis, kerusakan kromosom [6]. Terjadinya gangguan tersebut disebabkan oleh sifat pemanis buatan yang tidak mengalami metabolisme sehingga pemanis ini diekskresikan melalui urin tanpa terjadinya perubahan kimia, sehingga akan keluar dari tubuh secara utuh dan meninggalkan sisa yang menyebabkan penumpukan dan berbahaya bagi tubuh.

Pemakaian siklamat yang diperbolehkan menurut PERMENKES RI No.722/Menkes/Per/IX/1988, kadar maksimum yang diperbolehkan dalam makanan dan minuman berkalori adalah 1 gr/kg bahan makanan dan minuman, sedangkan menurut WHO batas konsumsi harian siklamat yang aman adalah 11 mg/kg berat badan [7]. Salah satu minuman yang mengandung pemanis buatan adalah minuman cup instan seperti teh, sari kelapa, dan berperisa buah lainnya [5]. Pada minuman ringan tersebut yang telah beredar dipasaran dimungkinkan mengandung kadar siklamat yang tidak beraturan, seperti yang sudah ditetapkan oleh Peraturan BPOM Nomor 11 Tahun 2019 [8][9].

Penelitian [5], Analisis Pemanis Buatan Natrium Siklamat Dalam Minuman Ringan Kemasan Gelas yang beredar di Mojokerto Surakarta dari 5 sampel yang diperiksa menunjukkan ke 5 sampel tersebut positif mengandung siklamat dengan kadar 250-230 mg/kg. Berdasarkan penelitian [10], dengan judul Analisis Kadar Siklamat Dengan Metode Kromatografi Cair Kinerja Tinggi pada jajanan sekolah di kota Palu yang melebihi ambang batas Peraturan BPOM < 350 mg/kg sebanyak 35% dengan kadar 514,63 hingga 2963,43 mg/kg. Berdasarkan baku mutu standar yang sudah ditetapkan oleh Peraturan BPOM No.11 Tahun 2019. Kadar maksimum siklamat pada minuman ringan yaitu <350 mg/kg [9]. Untuk itu penulis ingin

memeriksa kadar siklamat yang digunakan pada minuman berperisa tersebut apakah memenuhi Peraturan BPOM No.11 Tahun 2019.

METODOLOGI PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat dan bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah : Neraca Analitik, peralatan gelas, penyaring membran, sudip, pipet tetes, Metanol dan etanol tingkat instrumen HPLC diperoleh dari Merck , Kolom waters Xbridge C18 (4,6 x 250 mm , ukuran partikel 5 μ m). Sampel minuman ringan yang sudah tersedia di Laboratorium kimia Pangan Olahan dan Air BBPOM di Palembang, Baku Natrium siklamat BPFI, air murni menggunakan sistem pemurni air Milli-Q Ultrapure, asam sulfat, heptana, natrium hipoklorit, natrium karbonat diperoleh dari Merck.

Penetapan Kadar Siklamat

Kadar siklamat ditetapkan secara KCKT menggunakan detektor UV pada panjang gelombang 314 nm, kemudian diderivatisasi menjadi N-diklorosikloheksilamin dengan memakai natrium hipoklorit dalam suasana asam [11]. Langkah awal analisis penetapan kadar dengan menimbang sampel dengan berat 5 gr dimasukkan kedalam gelas kimia , diencerkan dengan 100 ml aquades . larutan tersebut dimasukkan kedalam corong pisah , dengan penambahan 1 ml asam sulfat, 10 ml heptana dan 2,5 ml natrium hipoklorit setelah itu dikocok . Setelah terbentuk lapisan , fase air dibuang dan lapisan heptana dicuci dengan 25 ml natrium karbonat . Fase bawah dibuang dan fase heptana disaring melalui filter membran 0,45 m ke dalam vial HPLC. Cara penetapan kadar siklamat Larutan A, B, C, D, diinjeksikan secara terpisah kedalam alat KCKT pada fase gerak metanol 85% dan air 15 % dengan menghitung kadar menggunakan rumus berikut :

$$\text{Kadar asam siklamat (mg/kg)} = \frac{\text{Csp} \times V}{W}$$

Keterangan :

Csp ; Kadar siklamat yang diperoleh dari perhitungan menggunakan kurva kalibrasi

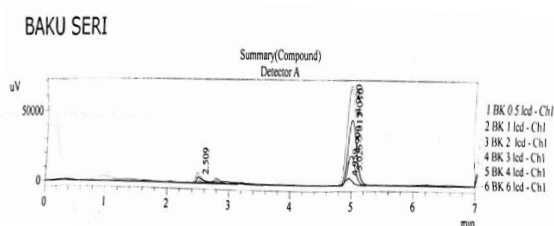
$$y = bx + a \text{ (}\mu\text{g/mL)}$$

V : Volume pengenceran (ml)

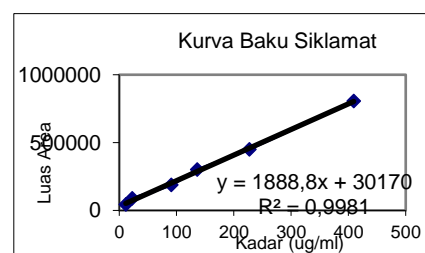
W : Bobot Sampel

HASIL DAN PEMBAHASAN

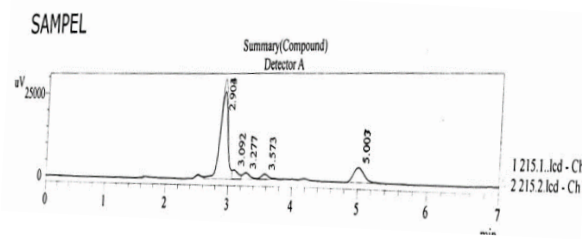
Adapun hasil analisis penetapan kadar asam siklamat dalam minuman ringan menggunakan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi menunjukkan dari ke 4 sampel yang diperiksa terdapat 3 sampel yang positif siklamat dan 2 diantaranya tidak sesuai Peraturan BPOM [9]. Penetapan kadar tersebut dapat kita lihat pada sebagai berikut :



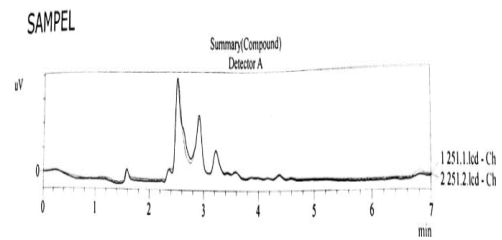
Gambar 1 . Kromatogram Sampel A



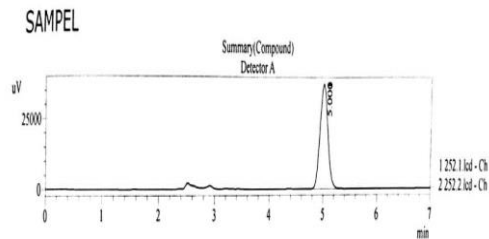
Gambar 2. Kurva standar Baku



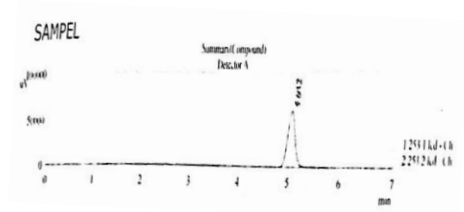
Gambar 3 Kromatogram Sampel A



Gambar 4 Kromatogram Sampel B



Gambar 5 Kromatogram Sampel C



Gambar 6 Kromatogram Sampel D

Berdasarkan hasil analisa terhadap penetapan kadar siklamat pada minuman ringan menggunakan KCKT yang ditunjuka pada kromatogram dengan hasil data bisa dilihat pada tabel 1.

Table 1. Hasil Penetapan Kadar Siklamat Pada Minuman Ringan

N O	No sampel	Bobot sampel	Pengenceran	Luas area	Rt	Kadar (mg/kg)	Rata-rata (mg/kg)
1	A1	4,9819	10	48145	5,003	19,10	19,23
2	A2	4,9946	10	48428	5,007	19,35	
3	B1	4,9802	10	-	-	-	-
4	B2	4,9872	10	-	-	-	
5	C1	5,0006	10	379169	5,001	369,50	376,07
6	C2	5,0211	10	393052	5,000	382,63	
7	D1	4,9838	20	588154	5,032	1185,51	1196,05
8	D2	5,0349	20	603896	5,012	1206,58	

Keterangan:

Negatif	Negatif tidak terdeteksi siklamat
MS	Memenuhi Syarat <350 mg/kg
TMS	Tidak Memenuhi Syarat >350 mg/kg

Identifikasi bahan kimia tambahan pangan pada sampel minuman ringan dilakukan secara kuantitatif menggunakan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT). Uji ini dilakukan untuk menetapkan kadar bahan tambahan pangan berupa siklamat didalam 4 sampel minuman ringan.

Penelitian ini diawali dengan preparasi sampel larutan uji , dimana ke 4 sampel minuman yang telah ditimbang dihomogenkan dengan aquades. Penambahan aquades bertujuan untuk menghidrolisis siklamat menjadi ion Na^+ dan ion Siklamat sehingga akan lebih mudah untuk bereaksi dengan reagen-reagen yang akan ditambahkan nantinya. Adapun fungsi reagen-reagen yang ditambahkan atau direaksikan dalam uji analisis kadar siklamat yang pertama penambahan H_2SO_4 50% berfungsi mengasamkan larutan. Larutan dibuat dalam keadaan asam agar mempermudah terjadinya reaksi, sedangkan penambahan NaClO_3 3% dan NaHCO_3 1% berfungsi dalam proses derivatisasi pemutusan ikatan-ikatan amina pada amina alifatik primer, selain itu sebagai bleaching atau mengendapkan kotoran yang ada dalam larutan.

Setelah dilakukan preparasi selanjutnya sampel dianalisa dengan mereaksikan sampel dengan H_2SO_4 , bertujuan mengubah siklamat menjadi asam siklamat, kemudian larutan asam siklamat direaksikan dengan pelarut heptana membentuk asam siklamat dalam fase organik dan terdapat dua lapisan dimana lapisan heptana berwarna jernih sedikit kuning dan lapisan bawah jernih tidak berwarna. Larutan direaksikan dengan NaClO bertujuan mengikat senyawa siklamat sehingga terpisah dari komponen sampel lalu kocok, diambil lapisan paling atas sebanyak ml. Lapisan heptana yang diambil dan dilakukan pencucian kembali dengan NaHCO_3 1% sehingga membentuk 2 lapisan berwarna jernih , kemudian diambil lapisan paling atas di ambil dan dimasukkan kedalam vial khusus KCKT. Kemudian dianalisis dengan KCKT menggunakan detector UV panjang gelombang 314 nm. Kadar pemanis siklamat didapatkan berdasarkan hasil regresi linearitas yaitu $y = 1888,8x + 30170$ dan $R^2 = 0,9981$. Kadar siklamat yang diperoleh dari hasil penelitian dapat dilihat pada Tabel 12.

Penetapan kadar siklamat dilakukan secara dua kali atau duplo yang bertujuan untuk melihat keakuratan nilai kadar siklamat. Penelitian ini menunjukkan bahwa terdapat sampel yang melebihi baku mutu yaitu pada sampel C dan D sesuai dengan rata-rata kadar masing-masing 376,07 mg/kg dan 1196,05 mg/kg. Hasil penelitian menunjukkan bahwa dari 4 pemeriksaan terdapat 2 sampel yang tidak memenuhi Peraturan BPOM pada minuman ringan yaitu maksimal penggunaan siklamat sebesar < 350 mg/kg . Oleh karena itu perlu dilakukan edukasi lebih lanjut tentang gerakan masyarakat sadar pangan dalam hal ini kepada penjaja minuman yang melebihi ambang batas Peraturan BPOM yang sudah ditetapkan.

KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian serta analisa selama Kerja Praktik (KP) dapat disimpulkan bahwa dari 4 sampel yang diuji dalam penetapan kadar siklamat pada minuman ringan didapatkan hasil yang melebihi baku mutu seperti yang ditetapkan



oleh Peraturan BPOM < 350 mg/kg. Hasil positif tersebut didapat dengan melihat luas area pada kromatogram yang terlihat pada KCKT dengan perhitungan terhadap regresi linearitas larutan bakunya. Sehingga didapat hasil penetapan kadar siklamat pada sampel C sebesar 376,07 mg/kg sementara sampel D sebesar 1196,05 mg/kg yang tidak memenuhi syarat peraturan Badan POM No. 11 Tahun 2019 tentang Bahan Tambah Pangan.

DAFTAR RUJUKAN

- [1] S. Octaviani, *Karya Tulis Ilmiah Analisa Natrium Siklamat pada Minuman Kemasan Cup*. 2020.
- [2] Ni. R. Handayani, *Analisa Pemanis Buatan Siklamat Pada Minuman Teh Kemasan siap Minum Secara Cravimetri*, vol. 3, no. 2. 2018. [Online]. Available: http://journal.stainkudus.ac.id/index.php/equilibrium/article/view/1268/1127%0Ahttp://publicacoes.cardiol.br/portal/ijcs/portugues/2018/v3103/pdf/3103009.pdf%0Ahttp://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0121-75772018000200067&lng=en&tlng=
- [3] N. Meliana, R. Nova, and P. Kiki, "PENETAPAN KADAR PEMANIS BUATAN (NA-SIKLAMAT) PADA BEBERAPA MINUMAN SERBUK INSTAN DI KOTA SURAKARTA," *Avicenna J. Heal. Res.*, vol. 2, no. 2, pp. 135–141, 2019.
- [4] Syarifudin, "Identifikasi Siklamat Pada Jajanan Pasar Di Pasar Hygienes Kelurahan Gamalama Di Kota Ternate," *J. Phys. A Math. Theor.*, vol. 44, no. 8, pp. 1689–1699, 2017.
- [5] Ni. F. Kurnia, "Analisis Pemanis Buatan Na-Siklamat dalam Minuman Ringan Kemasan Gelas yang Beredar di Mojosoongo Surakarta secara Spektrofotometri UV-VIS," *Univ. Setia Budi*, p. 29, 2017.
- [6] N. Nurlailah, N. A. Alma, and N. Oktiyani, "Analisis Kadar Siklamat pada Es Krim di Kota Banjarbaru," *Med. Lab. Technol. J.*, vol. 3, no. 1, p. 1, 2017, doi: 10.31964/mltj.v3i1.148.
- [7] T. Manoppo, S. Sudewi, and D. S. Wewengkang, "Analisis Pemanis Natrium Siklamat Pada Minuman Jajanan Yang Dijual Di Daerah Sekitar Kampus Universitas Sam Ratulangi Manado," *Pharmacon*, vol. 8, no. 2, p. 488, 2019, doi: 10.35799/pha.8.2019.29318.
- [8] T. S. Ningtyas and I. Fajriati, "Analisis Pemanis Buatan Natrium Siklamat pada Minuman Ringan dengan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi," *Indones. J. Halal Sci.*, vol. 001, no. 01, pp. 30–35, 2020.
- [9] BPOM RI, "Badan pengawas obat dan makanan republik indonesia," *Bpom Ri*, vol. 11, pp. 1–16, 2021.
- [10] R. Maudu, F. Hafid, and Dewi Susetiany Ichsan, "Analisis Kadar Siklamat Dengan Metode Kromatografi Cair Kinerja Tinggi Pada Minuman Jajanan Sekolah Di Kota Palu," *Poltekita J. Ilmu Kesehat.*, vol. 13, no. 1, pp. 17–24, 2020, doi: 10.33860/jik.v13i1.27.
- [11] M. Serdar and Z. Knežević, "Determination of artificial sweeteners in beverages and special nutritional products using high performance liquid chromatography," *Arh. Hig. Rada Toksikol.*, vol. 62, no. 2, pp. 169–173, 2011, doi: 10.2478/10004-1254-62-2011-2084.