

**PENETAPAN KADAR SIKLAMAT DALAM MINUMAN BERENERGI  
DENGAN NOMOR REGISTRASI POMSD152246XXX MENGGUNAKAN  
METODE KROMATOGRAFI CAIR KINERJA TINGGI**

**DETERMINATION OF CYCLAMATE CONCENTRATION IN ENERGY  
DRINKS WITH REGISTRATION NUMBER POMSD152246XXX USING  
HIGH PERFORMANCE LIQUID CHROMATOGRAPHY METHOD**

Chandra Saputra<sup>1)</sup>, M.T. Ghazali, M.Sc., Apt.<sup>2)</sup>

<sup>1)</sup>Fakultas Kedokteran dan Ilmu Kesehatan

Universitas Muhammadiyah Yogyakarta, Yogyakarta, Indonesia

[chandrasaputraa@ymail.com](mailto:chandrasaputraa@ymail.com)

---

**INTISARI**

Siklamat merupakan salah satu jenis pemanis sintetis yang sering digunakan pada berbagai jenis produk pangan. Penetapan kadar siklamat dalam minuman berenergi dengan nomor registrasi POMSD152246XXX telah dilakukan menggunakan metode Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT) dengan tujuan untuk mengetahui kesesuaian kadar siklamat pada sampel dengan persyaratan menurut keputusan Kepala BPOM tahun 2004.

Dalam analisis ini, KCKT yang digunakan adalah fase terbalik dengan fase diam kolom C<sub>18</sub> ukuran partikel 10 µm (3,9 x 300 nm), fase gerak dapar fosfat pH 3,5 : asetonitril (80:20), detektor UV-Vis pada 195 nm. Pemisahan siklamat dilakukan melalui teknik elusi isokratik dengan laju alir 1 ml/menit dan volume injeksi 20 µl.

Hasil penelitian menunjukkan kadar siklamat dalam sampel adalah 0,47 ± 0,058 g/kg bahan tidak melebihi persyaratan yang ditetapkan menurut Keputusan Kepala BPOM tahun 2004, yaitu 1,25 g/kg bahan.

**Kata Kunci: Siklamat, Minuman Berenergi, KCKT**

### ABSTRACT

Cyclamate is one of the sweeteners synthetic that is often used to the various types of food products. Determining the concentration of cyclamate in energy drinks with registration number POMSD152246XXX has been performed using High Performance Liquid Chromatography (HPLC) with aim to knowing accordance concentration of cyclamates in the sample with the requirements according to the decree of head of BPOM 2004.

In this analysis, HPLC is used reversed-phase column with a stationary phase coloum C<sub>18</sub>, particle size 10 µm (3,9 x 300 nm), mobile phase of buffer phospate pH 3,5 : acetonitrile (80:20), UV-Vis detector at 195 nm wavelenght measurements. Separation of cyclamate through isocratic elution technicue with a flow rate of 1 ml/min and 20 µl injection volume.

The result showed concentration of cyclamates in sample is  $0,47 \pm 0,058$  g/kg ingredients. That is not exceed the requirements according to the decree of head of BPOM 2004, which is 1,25 g/kg ingredients.

**Keywords: Cyclamate, Energy Drinks, HPLC**

## PENDAHULUAN

Minuman merupakan salah satu kebutuhan primer bagi manusia yang harus dipenuhi setiap hari. Untuk memenuhi kebutuhan ini, produsen berlomba-lomba untuk menciptakan produk minuman yang lebih variatif. Hal ini mendorong konsumen untuk lebih cermat dalam memilih produk minuman yang bergizi, bermutu baik dan aman untuk dikonsumsi.

Dalam beberapa tahun terakhir, keberadaan produk minuman berenergi semakin meningkat dengan berbagai macam merek dagang yang ditawarkan. Meningkatnya jumlah produksi minuman berenergi tersebut menunjukkan peningkatan minat konsumsi minuman berenergi pada masyarakat. (Business Monitor International, 2012).

Minuman berenergi sering kali menggunakan pemanis sintetis sebagai pengganti gula. Pemakaian pemanis sintetis banyak digunakan oleh produsen karena tingkat kemanisan yang tinggi dan harga yang ekonomis sehingga produsen lebih tertarik menggunakan pemanis sintetis tersebut. Dalam industri pangan dikenal beberapa macam pemanis sintetis seperti, sakarin, siklamat, dan aspartam. Penggunaan pemanis sintetis tersebut perlu diwaspadai dan tidak boleh melebihi batas yang ditentukan oleh pemerintah. Salah satu pemakaian pemanis sintetis yang dilaporkan sering disalahgunakan dan penggunaannya melebihi batas di Indonesia adalah siklamat (BPOM, 2004).

Penggunaan siklamat yang melebihi batas maksimum dapat

menyebabkan gangguan kesehatan. Dalam jangka pendek dapat menimbulkan gejala-gejala yang sangat umum seperti pusing, mual, muntah, diare atau kesulitan buang air besar (Kemenkes, 2011). Pengaruh penggunaan siklamat dalam jangka panjang masih menimbulkan kontroversi terkait aspek keamanannya yang berpotensi karsinogenik jika terkonversi menjadi sikloheksilamindi dalam saluran pencernaan (Cahyadi, 2008). Paparan senyawa tersebut secara berulang-ulang dengan dosis tinggi dapat menyebabkan kerusakan hati dan ginjal (New Jersey Department of Health, 2010).

Siklamat sebagai pemanis sintetis umumnya sudah tidak digunakan di sejumlah negara. Di Amerika pada tahun 1970, penggunaan siklamat sudah dilarang

karena produk degradasinya bersifat karsinogenik (Saparinto, Cahyo, & Hidayati, 2006). Siklamat juga sudah dilarang penggunaannya di Jepang dan di beberapa negara ASEAN terkait keamanannya (Cahanar & Suhandi, 2006). Akan tetapi, di Indonesia penggunaan siklamat sebagai pemanis sintetis dalam pangan masih diperbolehkan. Menurut Keputusan Kepala BPOM Nomor HK.00.05.5.1.4547 Tahun 2004, tentang persyaratan penggunaan bahan tambahan pangan pemanis buatan pada produk pangan, batas penggunaan siklamat ditetapkan berdasarkan kategori pangannya, untuk kategori suplemen makanan tidak boleh melebihi 1,25 g/kg bahan. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui kesesuaian kadar siklamat yang terdapat dalam

minuman berenergi dengan nomor registrasi POMSD152246XXX yang ditetapkan menggunakan metode KCKT dengan persyaratan menurut Keputusan Kepala BPOM Tahun 2004.

## METODOLOGI

### Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah timbangan digital, alat-alat gelas lab (Pyrex), pipet volume, membran filter 0,45  $\mu\text{m}$ , *ultrasonic bath*, pompa vakum, seperangkat alat KCKT dan Detektor UV-Vis (Waters<sup>®</sup> e2695).

### Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sampel minuman berenergi, standar siklamat, aquabidestilata, asetonitril,  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ , asam fosfat, kalium heksasianoferat (II) trihidrat, zink sulfat heptahidrat (Merck<sup>®</sup>).

## Prosedur

### Kondisi KCKT

KCKT yang digunakan adalah fase terbalik dengan fase diam kolom  $\text{C}_{18}$  ukuran partikel 10  $\mu\text{m}$  (3,9 x 300 nm), fase gerak dapar fosfat pH 3,5 : asetonitril (80:20), detektor UV-Vis pada 195 nm. Pemisahan siklamat dilakukan melalui teknik elusi isokratik dengan laju alir 1 ml/menit dan volume injeksi 20  $\mu\text{l}$ .

### Preparasi Standar

Ditimbang seksama 20 mg standar siklamat. Dimasukkan dalam labu ukur 100 ml dan dilarutkan dengan aquabides sampai tanda batas. Selanjutnya dibuat beberapa seri konsentrasi yaitu 0,01 g/kg; 0,02 g/kg; 0,04 g/kg; 0,08 g/kg; 0,1 g/kg; dan 0,2 g/kg dengan menggunakan labu ukur 10 ml. Konsentrasi tersebut diperoleh dengan memipet 0,5 ml, 1 ml, 2 ml, 4 ml, 5 ml, 10 ml dari

larutan stok 0,2 g/kg siklamat dan ditambahkan aquabides sampai tanda batas.

### Preparasi Sampel

Ditimbang 1 gram sampel, dilarutkan dalam 100 ml aquabides, selanjutnya ditambahkan kalium heksasianoferat (II) trihidrat, zink sulfat heptahidrat, disentrifugasi dan disaring menggunakan membran filter 0,45  $\mu\text{m}$  kemudian diinjeksikan ke KCKT.

### HASIL DAN PEMBAHASAN

Berdasarkan pada *European Standard* EN 12857:1999, preparasi sampel dapat dilakukan dengan penambahan larutan pengekstraksi 1 dan 2 yang berfungsi untuk mengendapkan lemak dan protein. Larutan pengekstraksi 1 yaitu kalium heksasianoferat (II) trihidrat ( $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6].3\text{H}_2\text{O}$ ) bersifat basa sehingga akan menghidrolisis lemak

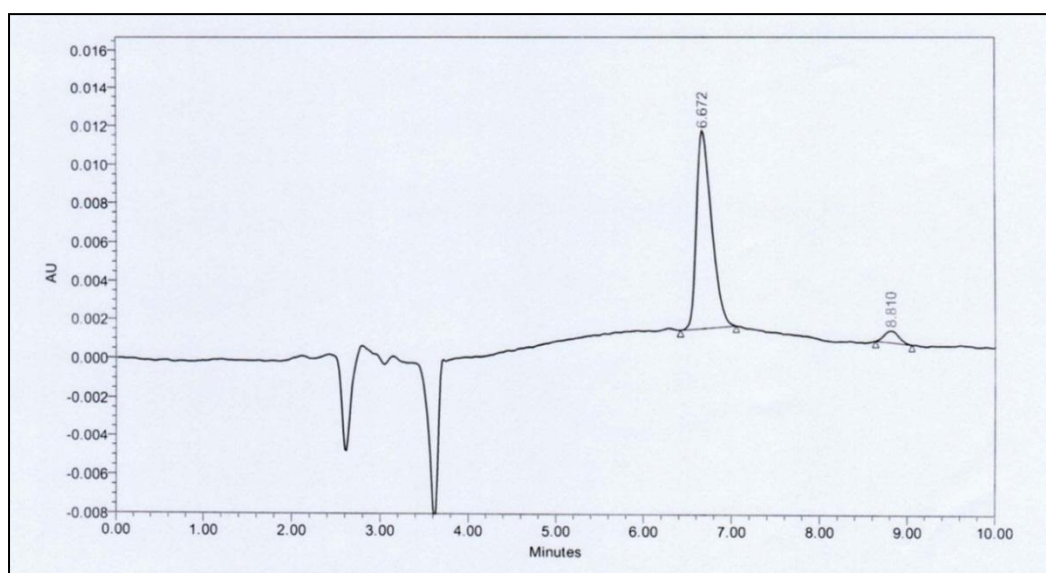
dalam sampel, sedangkan larutan pengekstraksi 2 yaitu zink sulfat heptahidrat ( $\text{ZnSO}_4.7\text{H}_2\text{O}$ ) bersifat asam sehingga protein dalam sampel akan terkoagulasi. Penambahan larutan pengekstraksi tersebut dimaksudkan untuk mengurangi jumlah zat-zat dalam sampel yang akan dideteksi oleh detektor sehingga jumlah puncak kromatogram dapat berkurang dan tidak terjadi *peak overlap* atau puncak kromatogram yang saling tindih. Hal itu dapat mempermudah identifikasi puncak siklamat dalam sampel.

Sampel yang digunakan pada penelitian ini adalah minuman berenergi dengan nomor registrasi POMSD152246XXX yang mengandung pemanis buatan siklamat yang beredar dipasaran. Pada sampel terdapat zat-zat selain siklamat yang terdeteksi oleh

detektor. Oleh karena itu, perlu dilakukan identifikasi puncak yang dihasilkan oleh sampel untuk memastikan bahwa puncak itu adalah puncak dari siklamat. Identifikasi puncak dapat dilakukan dengan membandingkan waktu retensi yang dihasilkan oleh sampel dengan waktu retensi standar siklamat. Waktu retensi untuk standar siklamat 6,672 menit. Dari hasil kromatogram sampel terdapat puncak yang memiliki waktu retensi yang sama atau mendekati dengan waktu retensi

standar siklamat yang menunjukkan bahwa pada sampel terdapat siklamat.

Sampel minuman berenergi dengan nomor registrasi POMSD152246XXX termasuk dalam kategori suplemen makanan sehingga berdasarkan Keputusan Kepala BPOM Nomor HK.00.05.5.1.4547 Tahun 2004 tentang persyaratan penggunaan bahan tambahan pangan pemanis buatan dalam produk pangan, kategori suplemen makanan,



**Gambar 1.** Kromatogram Standar Siklamat

yaitu tidak lebih dari 1,25 g/kg bahan.

Hasil penetapan kadar siklamat dalam minuman berenergi yang diteliti dengan menggunakan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT), dari tiga kali replikasi, seperti terlihat pada tabel diperoleh rata-rata sebesar  $0,47 \pm 0,058$  g/kg

bahan, cukup aman dikonsumsi karena tidak melebihi persyaratan yang ditetapkan menurut Keputusan Kepala BPOM Nomor HK.00.05.5.1.4547 Tahun 2004 tentang persyaratan penggunaan bahan tambahan pangan pemanis buatan dalam produk pangan.

**Tabel 1.** Hasil Penetapan Kadar Siklamat

Sampel	Replikasi	Berat Sampel (g)	Luas Area	Kadar Siklamat (g/kg)	Rata-rata (g/kg)	SD (g/kg)	RSD (%)
Minuman berenergi	R1	1,00004	148237	0,48			
	R2	0,99998	124177	0,40	0,47	0,058	12,37
	R3	1,00008	158683	0,51			

## KESIMPULAN DAN SARAN

### Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan maka dapat disimpulkan bahwa kadar siklamat dalam minuman berenergi dengan nomor registrasi

POMSD152246XXX sebesar  $0,47 \pm 0,058$  g/kg bahan, sesuai dengan persyaratan yang ditetapkan menurut Keputusan Kepala BPOM Tahun 2004, yaitu tidak lebih dari 1,25 g/kg bahan.



**Saran**

1. Perlu dilakukan uji validasi lebih lanjut terhadap metode penetapan kadar siklamat menggunakan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi.
2. Perlu dilakukan penelitian menggunakan sampel yang tidak memiliki nomor registrasi BPOM di pasaran.

**DAFTAR PUSTAKA**

- Badan Pengawas Obat dan Makanan (BPOM). (2004). *Peraturan Teknis Penggunaan Bahan Tambahan Pangan Pemanis Buatan dalam Produk Pangan*. Jakarta: Deputi Bidang Pengawasan Keamanan Pangan dan Bahan Berbahaya.
- Badan Pengawas Obat dan Makanan (BPOM). (2006). *Minuman Berenergi*. Dikutip 23 Mei 2016, dari <http://www.pom.go.id/new/index.php/view/berita/156/MINUMAN-BERENERGI.html>
- BPOM. (2004). *Keputusan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia Nomor : HK.00.05.5.1.4547 Tentang Persyaratan Penggunaan Bahan Tambahan Pangan Pemanis Buatan dalam Produk Pangan*. Jakarta: BPOM RI.
- Business Monitor International. (2012). *Indonesia Food & Drink Report Includes BMI's Forecasts*. London: Business Monitor International.
- Cahanar, P., & Suhandi, I. (2006). *Makan Sehat Hidup Sehat*. Jakarta: Kompas.
- Cahyadi, W. (2008). *Analisis Dan Aspek Kesehatan Bahan Tambahan Pangan*. Jakarta: Bumi Aksara.
- CEN. (1999). *Foodstuffs – Determination of cyclamate – High performane liquid chromatographic method*. European Committee for standardization. EN 12857.
- Ditjen POM. (1995). *Farmakope Indonesia*. Jakarta: Departemen Kesehatan Republik Indonesia.
- Gandjar, I. G., & Rohman, A. (2007). *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Harris, D.C. (1999). *Quantitative Chemical Analysis*. 5<sup>th</sup> Edition. New York:Freeman and Co.
- Hatta, M.P. 2013. Pengembangan dan Validasi Metode Analisis Na Siklamat dan Aspartam Pada Produk Minuman Serbuk Instan Menggunakan Metode KCKT. *Skripsi*. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia, Yogyakarta.

- International Conference On Harmonisation (ICH). (2005). ICH Of Echnical Requirements For Registration Of Pharmaceuticals For Human Use; *International Conference On Harmonisation Harmonised Tripartite Guideline Validation Of analytical Proceures: Text And Methodology Q2(RI)*. Current 4 Version.
- Kementrian Kesehatan Republik Indonesia (Kemenkes RI). (2011). *Hati-hati Jangan Jajan Sembarangan*. Dikutip 28 Mei 2016, dari <http://www.gizikia.depkes.go.id/837/>
- McMaster, M. C. (2007). *HPLC a Practical User's Guide*. New Jersey: John Wiley and Sons Inc.
- Nabors, & O'Brien, L. (2001). *Alternative Sweetners Third Edition*. New York: Marcel Dekker.
- New Jersey Department of Health. (2010). *Cyclamate: Hazardous Substance Fact*. Trenton: New Jersey Department of Health.
- Paddock, R. (2008). *Effects on Student-Athletes and Implications for Athletic Departments*. Dikutip 21 Mei 2016, dari <http://thesportjournal.org/article/energy-drinks-effects-on-student-athletes-and-implications-for-athletic-departments/>
- Putra, A. 2011. Penetapan Kadar Siklamat Pada Beberapa Minuman Ringan Kemasan Gelas dengan Metode Gravimetri . *Skripsi*. Fakultas Farmasi Universitas Andalas, Padang.
- Rohman, A. (2009). *Kromatografi untuk Analisis Obat* (Edisi Pertama ed.). Yogyakarta: Graha Ilmi.
- Saparinto, Cahyo, & Hidayati, D. (2006). *Bahan Tambahan Pangan*. Yogyakarta: Kanisius.
- Snyder, L.R., Kirkland, J.J., & Glajch, J.L. (1997). *Practical HPLC Method Development, 2<sup>nd</sup> Edition*, John Wiley & Sons, Hoboken. New Jersey, pp. 60-70.
- Sweetman, S. (2005). *The Complete Drug Reference*. London: Pharmaceutical Press.
- Wibowotomo. 2008. Pengembangan Metode Penetapan Kadar Siklamat Berbasis Kromatografi Cair Kinerja Tinggi Guna Diimplementasikan dalam Kajian Paparan. *Tesis*. Fakultas Teknik Universitas Negeri Malang. Malang.