

## **Penentuan Kelayakan Edar Es Lilin Tidak Bermerk Dan Tidak Berlabel Di Kecamatan "X" Kabupaten Banyuwangi Berdasarkan Pemanis dan Pewarna yang Digunakan**

**Wenny Liedyawati**

Fakultas Farmasi

[bobo\\_wennylee@yahoo.co.id](mailto:bobo_wennylee@yahoo.co.id)

**Abstrak** – Es lilin tidak bermerk dan tidak berlabel merupakan minuman yang banyak diminati di kecamatan "X" kabupaten Banyuwangi. Oleh karena kelayakan edar es lilin tersebut masih diragukan, maka penelitian ini dilakukan. Dari hasil uji kualitatif pewarna, diketahui pewarna yang digunakan adalah tartrazine untuk warna kuning, *apple green* untuk warna hijau. Es lilin warna merah mengandung pewarna rhodamin, dengan demikian es lilin warna merah terbukti tidak layak edar. Selanjutnya pada es lilin warna merah tidak dilakukan analisa mengenai kandungan pemanisnya. Dari hasil analisa menggunakan alat spektrofotometer, kadar tartrazine yang terkandung dalam es lilin kuning dibawah 100 mg/L dan kadar *apple green* yang terkandung dalam es lilin hijau dibawah 300 mg/L. Rata-rata kadar sakarosa yang terdapat dalam es lilin kuning dan hijau dianalisa menggunakan metode Luff Schoorl yaitu 0,10 % dan 0,12 %. Uji kualitatif pemanis sintesis menunjukkan adanya kandungan Na-siklamat dalam es lilin warna kuning dan hijau. Rata-rata kadar asam siklamat dalam es lilin kuning dan hijau yang diperoleh dari analisa dengan alat Kromatografi Cair Kinerja Tinggi yaitu 3,49 g/kg dan 3,51 g/kg, dimana kadar asam siklamat tersebut melebihi batas penggunaan maksimal menurut SNI 01-0222-1995, yaitu 3 g/kg. Dari penelitian ini diketahui bahwa es lilin tidak bermerk dan tidak berlabel tersebut tidak layak edar.

**Kata kunci** : Es lilin, pemanis, pewarna, Kromatografi Lapis Tipis, spektrofotometer, Kromatografi Cair Kinerja Tinggi, metode Luff Schoorl

**Abstract** – Non branded and non labeled ice lolly is much in demand in "X" district of Banyuwangi. The feasibility of distribution that ice lolly was unknown therefore this study was conducted. From the result of qualitative test of colorant contents, the colorant used in ice lolly was known to tartrazine for yellow and apple green for the green. The red ice lolly contains rhodamin, thus it was proven that not feasible to be distributed. Next on red ice lolly was not be analyzed about its sweetener content. The result of analysis using spectrophotometer showed that tartrazine level was under 100 mg/L and apple green level was under 300 mg/L. The average of saccharose level in yellow and green ice lolly was analyzed using Luff Schoorl methods was 0,10% and 0,12%. Qualitative test of artificial sweetener showed that yellow and green ice lolly contained Na-cyclamate. Cyclamic acid level in yellow and green ice lolly was analyzed using High Performance Liquid Chromatography, showed that it was 3,49 g/kg in yellow ice lolly and 3,51 g/kg in green ice lolly. The maximum usage limit of cyclamic acid in SNI 01-0222-1995 is 3 g/kg, thus the cyclamic acid level contained in yellow and green ice lolly was over the limit. From this study known that non branded and non labeled ice lolly was not feasible to be distributed.

**Keywords** : Ice lolly, sweetener, colorant, Thin Layer Chromatography, spectrophotometer, High Performance Liquid Chromatography, Luff Schoorl methods

## **PENDAHULUAN**

Makanan dan minuman merupakan kebutuhan pokok manusia sebagai sumber energi untuk bisa bertahan hidup. Makanan berfungsi sebagai sumber energi, memperbaiki sel-sel yang rusak, menjaga suhu tubuh, untuk pertumbuhan, dan untuk meningkatkan imunitas (Wijaya, 2011). Selain berfungsi seperti yang disebutkan, makanan dan minuman juga dapat digunakan sebagai mata pencaharian oleh masyarakat, misalnya dengan menjadi penjual makanan dan minuman. Akan tetapi tidak semua penjual makanan dan minuman ini memahami dengan benar fungsi utama makanan dan minuman karena mereka terpaksa untuk meningkatkan keuntungan ekonomi. Industri makanan dan minuman lebih menyukai penggunaan pemanis sintetis karena selain harganya relatif murah, tingkat kemanisan pemanis sintetis jauh lebih tinggi dari pemanis alami. Pewarna sintetis untuk tekstil untuk mewarnai bahan pangan karena harga zat pewarna untuk tekstil jauh lebih murah dibandingkan dengan harga zat pewarna untuk pangan. Selain itu warna dari zat pewarna tekstil biasanya lebih menarik (Cahyadi, 2006).

Pemanis sintetis yang umumnya digunakan industri makanan maupun minuman antara lain contohnya: sakarin, aspartam, dan siklamat karena harganya yang relatif lebih murah dari pemanis alami serta tingkat kemanisannya jauh lebih tinggi dari gula tebu. Pada penelitian yang dilakukan pada tikus, sakarin bertanggungjawab terhadap terjadinya tumor kandung kemih pada dosis pemberian yang tinggi (Sweetman, 2009). Natrium sakarin di dalam tubuh tidak mengalami metabolisme sehingga diekskresikan melalui urine tanpa perubahan kimia. Pada tahun 1977 *Canada's Health Protection Branch* melaporkan bahwa sakarin bertanggung jawab terhadap terjadinya kanker kandung kemih (Cahyadi, 2006). Aspartam tersusun oleh asam amino sehingga dalam tubuh akan mengalami metabolisme seperti halnya asam amino pada umumnya. Pada penderita penyakit phenilketonurea dilarang untuk mengkonsumsi aspartam karena adanya fenilalanin yang tidak dapat dimetabolisme oleh penyakit tersebut. Kelebihan fenilalanin dalam tubuh penderita phenilketonurea diduga dapat menyebabkan kerusakan otak dan pada akhirnya akan menyebabkan cacat mental

karena asam fenilpiruvat yang terbentuk dari fenilalanin akan menumpuk dalam otak (Cahyadi, 2006; Sweetman, 2009). Pada pasien yang mengkonsumsi aspartam dengan jumlah yang besar dapat menimbulkan efek samping antara lain sakit kepala, kehilangan memori, gejala gastrointestinal dan dermatologikal (Rowe, 2009). Penelitian yang dilakukan oleh para ahli *Academy of Science* pada tahun 1985 melaporkan bahwa siklamat maupun turunannya (sikloheksiamin) diduga bersifat sebagai promotor tumor. Di samping itu, penelitian lain menunjukkan bahwa siklamat dapat menyebabkan atrofi, yakni terjadinya pengecilan testikular dan kerusakan kromosom (deMan, 1997; Wijaya, 2011).

Di Indonesia, dari hasil uji beberapa jenis bahan makanan oleh BPOM telah ditemukan kandungan bahan berbahaya dalam bahan makanan, antara lain rhodamin B (pewarna tekstil, kertas, dan cat), dan *methanil yellow*. Penggunaan pewarna tekstil pada makanan atau minuman jelas merugikan kesehatan. Hal ini dikarenakan adanya residu logam berat dalam makanan atau minuman tersebut. Bahan-bahan tersebut banyak ditemui pada jajanan anak, seperti es cendol, es lilin, sirup, permen, makanan bersaus, kue, dan aneka makanan warna-warni lainnya. Penyalahgunaan ini sebagian besar disebabkan oleh kurangnya pengetahuan masyarakat mengenai zat pewarna yang diperuntukkan khusus makanan dan minuman serta tidak adanya penjelasan rinci dalam label yang melarang penggunaan zat warna tertentu dalam makanan, juga dipicu oleh harga zat pewarna tekstil yang lebih murah daripada pewarna makanan (Wijaya, 2011).

Rhodamin B adalah pewarna sintesis yang digunakan pada industri tekstil dan kertas. Penyalahgunaan rhodamin B dalam makanan banyak dijumpai dalam kerupuk, terasi, dan jajan-jajan lain yang berwarna merah terang. Pengaruh buruk bagi kesehatan yang ditimbulkan antara lain iritasi pada saluran pernapasan, kulit, mata, dan saluran pencernaan, menyebabkan air seni menjadi berwarna merah atau merah muda serta dapat mengganggu fungsi hati dan berpotensi terjadinya kanker hati (Wijaya, 2011).

*Methanil yellow* adalah zat pewarna sintesis kuning yang digunakan pada industri cat dan tekstil. Pewarna sintesis ini sangat berbahaya bila terhirup, terkena kulit, mata, ataupun tertelan. Dampak terhadap kesehatan yang dapat terjadi adalah iritasi pada saluran saluran pernapasan, iritasi kulit, iritasi mata, dan kanker

kandung kemih dan saluran kemih. Apabila tertelan dapat menyebabkan mual, muntah, sakit perut, diare, panas, dan tekanan darah rendah. Penyalahgunaan *methanil yellow* pada makanan banyak ditemukan antara lain dalam mi, kerupuk, serta jajanan lain dengan warna kuning mencolok (Wijaya, 2011).

Perlunya dilakukan penelitian ini adalah kelayakan edar es lilin yang diproduksi oleh industri kecil rumah tangga di kecamatan "X" kabupaten Banyuwangi tersebut tidak diketahui karena es lilin tersebut tidak bermerk dan tidak berlabel sehingga konsumen tidak tahu bahan-bahan apa saja yang digunakan untuk membuat makanan atau minuman tersebut. Es lilin tersebut diminati oleh anak-anak. Perlu diketahui bahwa adanya kandungan zat pemanis sintetis yang berlebihan dapat mengakibatkan dampak bagi kesehatan seperti yang dijelaskan sebelumnya. Hal ini seharusnya menjadi isu yang penting mengingat konsumen utama es lilin ini adalah anak-anak. Dampak penggunaan pemanis sintetis yang berlebihan bagi kesehatan ini sama seriusnya dengan dampak penggunaan zat pewarna sintetis, terlebih apabila zat pewarna yang digunakan ternyata merupakan zat pewarna nonpangan dimana dampak yang ditimbulkan akan menjadi lebih berbahaya.

## **METODE PENELITIAN**

**Bahan :** Es lilin di Kecamatan "X" Kabupaten Banyuwangi yang dibeli dari pedagang A, B, dan C. Es lilin yang dijual ada 3 warna, yaitu merah, kuning, dan hijau. Es lilin tersebut dibeli dari 2 *batch* yang berbeda dimana peneliti membeli es lilin sampel dari tiap pedagang sebanyak 2 kali dengan jarak pembelian sampel 1 minggu. Bahan kimia yang digunakan antara lain : Metanol *pro HPLC* (*Mallinckrodt Chemicals*), Carmin p.a, Amonia, Butanol, HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 95%, NaOH, Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.5H<sub>2</sub>O, KIO<sub>3</sub>, KI, NH<sub>4</sub>CNS, CuSO<sub>4</sub>.5H<sub>2</sub>O, Asam Sitrat, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, Etanol, Natrium sakarin, Aspartam, Rhodamin, *Methanil Yellow*, Tartrazine, *Green S.*, *Apple Green*, *Sunset Yellow*, *Cherry Red*, Amaranth, Ponceau 4R, *Brilliant Blue*, *Aquabidestilata*, Natrium siklamat (Miki Cyclamate, kemurnian 99,7%), Larutan amilum, dan Air bebas mineral.

**Alat :** Alat yang digunakan adalah HPLC Waters 1525, Lempeng Silica Gel 60 GF 254, *Chamber*, Mikropipet, Pipet Volume, Labu ukur, *Beaker glass*,

*Erlenmeyer*, Corong kaca, Pengaduk, Pipa kapiler, Pipet tetes, Buret, Gelas ukur, Spektrofotometer Shimadzu UV-1800, Filter 0,45  $\mu\text{m}$ , dan Timbangan analitik.

### **Analisis Kualitatif Pewarna**

Analisa kualitatif zat pewarna sintetik yang terdapat dalam sampel dilakukan dengan metode KLT (Kromatografi Lapis Tipis). Fase gerak yang digunakan yaitu butanol : etanol : air :  $\text{NH}_4\text{OH}$  = 50 : 25 : 25 :10 (Tahid, 1987). Fase diam yang digunakan adalah lempeng Silica Gel 60 GF254. Cara kerja yang dilakukan yaitu: menotolkan larutan sampel yang telah dipekatkan dan zat warna pembanding yang warnanya sama sebanyak 5  $\mu\text{l}$  pada lempeng KLT. Memasukkan lempeng KLT ke dalam *chamber* yang sudah berisi eluen yang jenuh kemudian diekuasi. Setelah eluasi selesai lempeng KLT dikeringkan dengan posisi mendatar. Menghitung nilai  $R_f$  masing-masing noda dan kemudian membandingkan  $R_f$  bercak sampel yang diteliti dengan  $R_f$  bercak zat warna pembanding.

### **Analisis Kadar Zat Pewarna Sintetik**

Analisis kadar pewarna dalam es lilin sampel dilakukan jika es lilin sampel mengandung zat pewarna sintetik yang diizinkan. Langkah-langkah analisis kadar zat pewarna sintetik dalam sampel es lilin adalah sebagai berikut: Zat warna pembanding ditimbang seksama  $\pm 10$  mg (untuk zat warna tunggal) atau  $\pm 30$  mg (untuk zat warna campuran). Zat warna pembanding dilarutkan dengan air bebas mineral dan dipindah ke labu ukur 100,0 ml secara kuantitatif hingga diperoleh volume larutan 100,0 ml. Larutan dikocok hingga homogen. Larutan tersebut kemudian diamati absorbansinya dengan Spektrofotometri pada panjang gelombang 300 sampai 800 nm. Masing-masing sampel es lilin pedagang A, B, dan C, baik *batch* 1 maupun *batch* 2, diamati absorbansinya dengan Spektrofotometri pada panjang gelombang 300 sampai 800 nm. Dilakukan perbandingan antara absorbansi standar pewarna dan absorbansi sampel.

### **Analisa Kualitatif Sakarosa**

Dipipet 25,0 ml larutan sampel dan dimasukkan ke dalam Erlenmeyer, ditambah 25,0 ml larutan Luff Schoorl dan beberapa butir batu didih. Erlenmeyer tersebut kemudian dihubungkan dengan pendingin balik dan kemudian dididihkan. Apabila terbentuk endapan warna merah bata maka sampel positif mengandung gula pereduksi.

### **Pembuatan Larutan Baku Primer**

Ditimbang  $KIO_3$  secara seksama sebanyak 357 mg. Dilarutkan dengan aqua bebas mineral dan di pindahkan ke dalam labu ukur 100,0 ml secara kuantitatif hingga diperoleh volume larutan 100,0 ml. Larutan tersebut dikocok hingga homogen.

### **Pembakuan Baku Sekunder**

Larutan baku primer yang telah dibuat dipipet dengan pipet volume 10,0 ml dan dipindahkan ke dalam erlenmeyer, ditambahkan 5 ml  $H_2SO_4$  4N dan 10 ml KI 10%. Kemudian dititrasi dengan larutan  $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$  0,1 N dengan cepat dan digoyang pelan-pelan sampai warna berubah menjadi kuning pucat. Setelah itu segera ditambah larutan amilum 2 ml. Larutan berubah warna menjadi biru, kemudian ditambahkan larutan  $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$  tetes demi tetes dan kocok kuat, sampai warna biru hilang.

### **Analisis Kadar Sakarosa dalam Sampel secara Kuantitatif**

Sampel dianalisis kadar gula pereduksinya sebelum dan setelah diinversi. 25 ml larutan sampel yang belum diinversi dan dimasukkan ke dalam Erlenmeyer, ditambah 25 ml larutan Luff Schoorl. Dibuat pula percobaan blanko yaitu 25 ml larutan Luff Schoorl ditambah 25 ml aqua bebas mineral. Setelah ditambah beberapa butir batu didih, Erlenmeyer dihubungkan dengan pendingin balik, kemudian dididihkan. Diusahakan 2 menit sudah mendidih. Pendidihan larutan dipertahankan selama 15 menit. Kemudian cepat-cepat didinginkan, lalu dengan hati-hati ditambahkan 25 ml  $H_2SO_4$  26,5% melalui dinding Erlenmeyer dan dilanjutkan dengan menambahkan 10 ml KI 10%. Larutan tersebut ditambah

dengan larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  0,1 N dengan cepat-cepat dan digoyang pelan hingga warna larutan berubah menjadi kuning pucat. Setelah itu ditambahkan larutan amilum sebanyak 2 ml. Warna larutan akan berubah menjadi biru atau ungu tua. Titrasi dilanjutkan dengan menambahkan larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  0,1 N tetes demi tetes dan digoyang kuat sampai warna larutan menjadi ungu muda. Ditambahkan  $\text{NH}_4\text{CNS}$  10% sebanyak 10 ml lalu dikocok kuat. Jika larutan menjadi bewarna ungu tua atau biru kembali maka titrasi dilanjutkan dengan menambahkan larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  0,1 N tetes demi tetes dan digoyang kuat sampai warna ungu tua atau biru hilang.

Setelah dianalisis sampel yang belum diinversi, maka dilakukan analisis setelah diinversi. Langkah-langkah inversi adalah sebagai berikut: mengambil 50 ml sampel kemudian ditambah HCl 30%. Memanaskan di atas penangas air pada suhu  $67-70^\circ\text{C}$  selama 10 menit. Kemudian didinginkan cepat-cepat sampai suhu  $20^\circ\text{C}$ . Lalu dinetralkan dengan NaOH 45%. Kemudian dilakukan titrasi seperti pada sampel yang belum diinversi. Kadar sakarosa sampel dihitung dengan cara: (kadar glukosa setelah inversi) – (kadar glukosa sebelum inversi) x 0,95.

### **Sistem Kromatografi (Waters-1525)**

Pompa: Breeze pump-1500. Kolom: LiChrospher 100 R P-18, panjang kolom 250 mm, ukuran partikel 10 mikrometer. Detektor: UV (Waters-2489). Laju Aliran: 0,8 ml/menit. Volume loop: 10  $\mu\text{L}$ . Suhu Kolom:  $27^\circ\text{C}$ . Tekanan: 1000-1100 atm. Fase gerak yang digunakan adalah *Aquabidestilata* : Metanol *pro* HPLC = 72,5 : 27,5.

### **Pembuatan Larutan Baku Kerja**

Menimbang zat pemanis standart secara seksama sebanyak 50,01 mg, dilarutkan dengan air bebas mineral, dipindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 50,0 ml sampai batas. Larutan dikocok hingga homogen dan kemudian disaring dengan kertas saring. Konsentrasi baku induk yang diperoleh yaitu: 997,1994 bpj. Dari baku induk tersebut kemudian diencerkan hingga diperoleh konsentrasi tertentu untuk dijadikan baku kerja. Larutan baku kerja disaring dengan kertas saring kemudian dilanjutkan dengan menggunakan membran filter

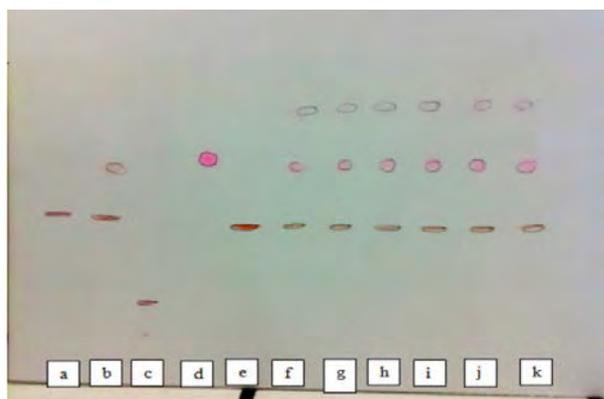
0,45  $\mu\text{m}$  dan diinjeksikan ke dalam KCKT sebanyak 10  $\mu\text{L}$ . Diamati dan dicatat waktu retensi dan nilai area yang keluar kemudian dibuat kurva baku dan persamaan regresinya.

### **Penetapan Kadar Zat Pemanis Sintetik**

Sampel ditimbang sejumlah tertentu kemudian ditambah air bebas mineral sampai tanda pada labu ukur. Campuran tersebut kemudian disaring dengan kertas saring kemudian dilanjutkan dengan menggunakan membran filter 0,45  $\mu\text{m}$  dan diinjeksikan ke dalam KCKT sebanyak 10  $\mu\text{L}$ .

## **HASIL DAN PEMBAHASAN**

### **Analisa Pewarna**

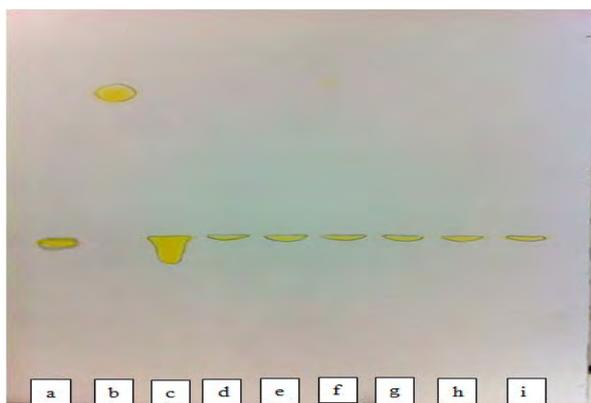


Gambar 1. Gambar Hasil Eluasi Sampel Es Lilin Warna Merah

Keterangan: a = amaranth ( $R_f = 0,3917$ ); b = *chery red* ( $R_f = 0,375$  dan  $0,5417$ ); c = karmin ( $R_f = 0,1083$ ); d = rhodamin ( $R_f = 0,5567$ ); e = ponceau 4R ( $R_f = 0,35$ ); f = sampel dibeli dari pedagang A pada minggu pertama; g = sampel dibeli dari pedagang A pada minggu kedua; h = sampel dibeli dari pedagang B pada minggu pertama; i = sampel dibeli dari pedagang B pada minggu kedua; j = sampel dibeli dari pedagang C pada minggu pertama; k = sampel dibeli dari pedagang C pada minggu kedua. Nilai  $R_f$  noda sampel yaitu  $0,35$ ;  $0,5567$  dan  $0,7176$ .

Dari hasil uji kualitatif pewarna es lilin yang berwarna merah, zat pewarna merah yang digunakan dalam sampel es lilin warna merah tersebut diketahui merupakan campuran dari 3 macam pewarna merah, akan tetapi hanya diketahui 2 macam pewarna merah yang terkandung yaitu ponceau 4R dan rhodamin sedangkan noda 3 m asih belum diketahui jenis zat pewarna merah yang digunakan karena nilai  $R_f$  yang diperoleh tidak cocok dengan nilai-nilai  $R_f$  zat pewarna merah pembanding. Oleh karena sampel es lilin warna merah tersebut positif mengandung rhodamin, maka es lilin warna merah yang dijual oleh pedagang A, B, dan C pada minggu pertama dan minggu kedua yang dijual di

kecamatan “X” di kabupaten Banyuwangi tidak layak untuk diedarkan. Hal ini dikarenakan adanya kandungan zat pewarna sintetis rhodamin yang terdapat dalam es lilin warna merah tersebut. Zat pewarna sintetis rhodamin merupakan pewarna yang digunakan untuk mewarnai tekstil sehingga merupakan zat pewarna nonpangan. Penggunaan pewarna non pangan pada makanan atau minuman membawa dampak bagi kesehatan konsumennya. Hal ini dikarenakan adanya residu logam berat dalam makanan atau minuman tersebut. Pengaruh buruk bagi kesehatan yang ditimbulkan antara lain iritasi pada saluran pernapasan, kulit, mata, dan saluran pencernaan, menyebabkan air seni menjadi bewarna merah atau merah muda serta dapat mengganggu fungsi hati dan berpotensi terjadinya kanker hati (Wijaya, 2011). Oleh karena es lilin warna merah tersebut sudah terbukti tidak layak edar dan tidak layak untuk dikonsumsi, maka tidak dilakukan analisa lebih lanjut terhadap pemanis yang digunakan dalam pembuatannya.



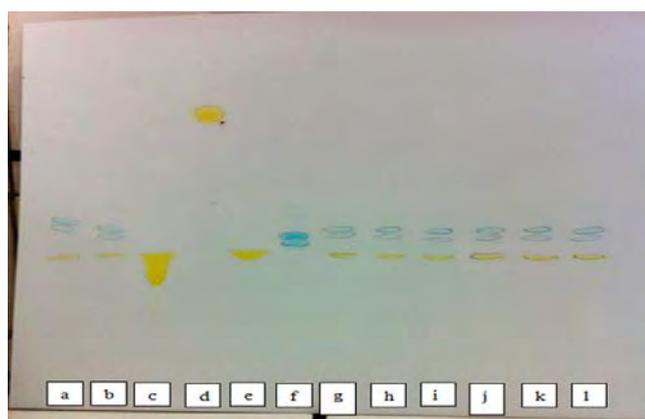
Gambar 2. Gambar Hasil Eluasi Sampel Es Lilin Warna Kuning  
 Keterangan: a = *sunset yellow* ( $R_f = 0,3257$ ); b = *methanil yellow* ( $R_f = 0,7429$ ); c = *tartrazine* ( $R_f = 0,3429$ ); d = sampel dibeli dari pedagang A pada minggu pertama; e = sampel dibeli dari pedagang A pada minggu kedua; f = sampel dibeli dari pedagang B pada minggu pertama; g = sampel dibeli dari pedagang B pada minggu kedua; h = sampel dibeli dari pedagang C pada minggu pertama; i = sampel dibeli dari pedagang C pada minggu kedua. Nilai  $R_f$  noda sampel yaitu 0,3486.

Tabel 1. Tabel Absorbansi Zat Pewarna Tartrazine dengan Sampel Es Lilin Warna Kuning

	Panjang gelombang (nm)	Absorbansi
Larutan zat pewarna tartrazine	427,00	1,247
Sampel es lilin warna kuning dari pedagang A pada minggu 1	427,00	0,838
Sampel es lilin warna kuning dari pedagang A pada minggu 2	426,50	0,826
Sampel es lilin warna kuning dari pedagang B pada minggu 1	425,00	0,848
Sampel es lilin warna kuning dari pedagang B pada minggu 2	426,50	0,772
Sampel es lilin warna kuning dari pedagang C pada minggu 1	427,50	0,696
Sampel es lilin warna kuning dari pedagang C pada minggu 2	426,00	0,745

Berdasarkan noda hasil eluasi sampel es lilin warna kuning maka diketahui bahwa pewarna kuning yang digunakan dalam sampel es lilin warna kuning yang dijual oleh pedagang A, B, dan C pada minggu pertama maupun minggu kedua adalah tartrazine. Pada gambar hasil eluasi noda pewarna pembanding tartrazine seperti yang ditunjukkan pada gambar 2. terjadi *tailing*. Hal ini terjadi karena konsentrasi zat pewarna tartrazine yang ditotolkan pada lempeng KLT sebagai fase diam terlalu tinggi. Adanya konsentrasi yang terlalu tinggi ini menyebabkan tidak semua tartrazine yang ada di fase diam berikatan dengan fase gerak. Tartrazine yang tidak teradsorbsi ini akan tereluasi lebih cepat daripada yang seharusnya sehingga menyebabkan terjadinya fenomena *tailing* ini. (Spangenberg et al., 2011).

Batas maksimal penggunaan zat pewarna pada SNI 01-0222-1995 yaitu: 100 mg per liter untuk zat warna tunggal atau 300 mg per liter untuk zat warna campuran. Analisa kadar zat pewarna yang terkandung dalam sampel es lilin ini dilakukan secara semikuantitatif yang dilakukan dengan cara membandingkan absorbansi yang dihasilkan antara tartrazine dengan absorbansi yang dihasilkan dari sampel menggunakan spektrofotometer. Berdasarkan tabel 1 diketahui bahwa nilai absorbansi dari es lilin warna kuning tidak lebih besar dari nilai absorbansi larutan pewarna tartrazine dengan kadar batas maksimal. Dengan demikian kadar pewarna tartrazine yang terkandung dalam es lilin warna kuning tidak melebihi batas maksimal berdasarkan SNI 01-0222-1995.



Gambar 3. Gambar Hasil Eluasi Sampel Es Lilin Warna Hijau

Keterangan: a = *green S* ( $R_f = 0,4244; 0,4419$  dan  $0,3372$ ); b = *apple green* ( $R_f = 0,3953; 0,4186$  dan  $0,3546$ ); c = *sunset yellow* ( $R_f = 0,3488$ ); d = *methanil yellow* ( $R_f = 0,7616$ ); e = *tartrazine* ( $R_f = 0,3605$ ); f = *brilliant blue* ( $R_f = 0,3837$  dan  $0,4070$ ); g = sampel dibeli dari pedagang A pada minggu pertama; h = sampel dibeli dari pedagang A pada minggu kedua; i = sampel dibeli dari pedagang B pada minggu pertama; j = sampel dibeli dari pedagang B pada minggu kedua; k =

sampel dibeli dari pedagang C pada minggu pertama; 1 = sampel dibeli dari pedagang C pada minggu kedua. Nilai Rf noda sampel yaitu 0,4012; 0,0,4244 dan 0,3547.

Tabel 2. Tabel Absorbansi Zat Pewarna *Apple Green* dengan Sampel Es Lilin Warna Hijau

	Panjang gelombang (nm)	Absorbansi
Larutan zat pewarna <i>apple green</i> .	422,50	0,921
	628,50	0,445
Sampel es lilin warna hijau dari pedagang A pada minggu 1	423,00	0,493
	628,50	0,251
Sampel es lilin warna hijau dari pedagang A pada minggu 2	422,50	0,430
	628,50	0,206
Sampel es lilin warna hijau dari pedagang B pada minggu 1	422,50	0,473
	628,50	0,221
Sampel es lilin warna hijau dari pedagang B pada minggu 2	421,00	0,404
	628,50	0,194
Sampel es lilin warna hijau dari pedagang C pada minggu 1	422,50	0,454
	628,50	0,217
Sampel es lilin warna hijau dari pedagang C pada minggu 2	422,50	0,464
	628,50	0,222

Noda hasil eluasi sampel es lilin warna hijau semuanya menghasilkan 2 noda bewarna biru dan 1 noda bewarna kuning. Zat pewarna hijau yang terdapat dalam sampel es lilin warna hijau tersebut merupakan *apple green* karena noda yang dihasilkan dari proses eluasi sampel es lilin menghasilkan 3 noda yang terdiri dari 2 noda biru dan 1 noda kuning sama seperti noda hasil eluasi zat pewarna *apple green* dan nilai Rf yang dihasilkan hampir sama. Berdasarkan data hasil pengamatan absorbansi larutan zat pewarna *apple green* beserta sampel es lilin warna hijau yang dibeli dari pedagang A, B, dan C pada minggu pertama juga minggu kedua maka kadar zat pewarna *apple green* yang terkandung dalam sampel es lilin warna hijau tersebut tidak melebihi kadar batas maksimal zat pewarna *apple green* berdasarkan SNI 01-0222-1995.

### Analisa Sakarosa

Uji analisa kualitatif sakarosa menghasilkan endapan bewarna merah bata  $\text{Cu}_2\text{O}$ , hal ini berarti sampel positif mengandung sakarosa. Monosakarida yang terdapat dalam sampel mereduksi  $\text{Cu}^{2+}$  yang berasal dari larutan Luff Schoorl menjadi  $\text{Cu}^+$  dan membentuk endapan merah bata  $\text{Cu}_2\text{O}$  dengan reaksi :  $\text{R} - \text{CHO} + 2 \text{Cu}^{2+} \rightarrow \text{Cu}_2\text{O}_{\downarrow}(\text{merah bata}) + \text{R} - \text{COOH}$ .

Perhitungan kadar sakarosa (%) :  $(\% \text{ Gula Setelah Inversi} - \% \text{ Gula Sebelum Inversi}) \times 0,95$

Tabel 7. Kadar Sakarosa dalam Sampel Es Lilin Warna Hijau

Pedagang	Waktu pembelian sampel	Kadar gula sebelum inversi (%)	Kadar gula sesudah inversi (%)	Kadar sukrosa (%)
A	Minggu 1	0,03	0,18	0,14
	Minggu 2	0,03	0,18	0,14
B	Minggu 1	0,03	0,15	0,11
	Minggu 2	0,03	0,15	0,11
C	Minggu 1	0,03	0,15	0,11
	Minggu 2	0,03	0,16	0,12

Tabel 8. Kadar Sakarosa dalam Sampel Es Lilin Warna Kuning

Pedagang	Waktu pembelian sampel	Kadar gula sebelum inversi (%)	Kadar gula sesudah inversi (%)	Kadar sukrosa (%)
A	Minggu 1	0,04	0,16	0,11
	Minggu 2	0,03	0,16	0,12
B	Minggu 1	0,04	0,14	0,10
	Minggu 2	0,04	0,14	0,10
C	Minggu 1	0,04	0,12	0,08
	Minggu 2	0,04	0,12	0,08

Baik pada es lilin warna kuning maupun es lilin warna hijau kadar sakarosa yang terkandung sangat kecil. Pemakaian sakarosa dengan kadar yang sangat kecil tersebut dipastikan tidak cukup untuk memberi rasa manis pada es lilin. Sehingga peneliti menduga bahwa produsen menggunakan zat pemanis lainnya untuk menambah rasa manis pada es lilin tersebut. Selanjutnya dilakukan analisa kandungan zat pemanis sintesis dalam sampel es lilin warna kuning dan hijau tersebut.

### **Analisa Pemanis Sintetik**

Tabel 9. Waktu Retensi Pemanis Sintetis dan Sampel Es Lilin

<b>Analit</b>	<b>Rt (menit)</b>
Aspartam	3,446
Na-sakarin	5,019
Na-siklamat	2,343
Sampel es lilin warna kuning dari pedagang A minggu 1	2,0233
Sampel es lilin warna kuning dari pedagang A minggu 2	2,0387
Sampel es lilin warna kuning dari pedagang B minggu 1	2,3787
Sampel es lilin warna kuning dari pedagang B minggu 2	2,0323
Sampel es lilin warna kuning dari pedagang C minggu 1	2,0427
Sampel es lilin warna kuning dari pedagang C minggu 2	2,0073
Sampel es lilin warna hijau dari pedagang A minggu 1	1,9817
Sampel es lilin warna hijau dari pedagang A minggu 2	2,0973
Sampel es lilin warna hijau dari pedagang B minggu 1	1,9686
Sampel es lilin warna hijau dari pedagang B minggu 2	2,0407
Sampel es lilin warna hijau dari pedagang C minggu 1	2,017
Sampel es lilin warna hijau dari pedagang C minggu 2	2,1903

Dari data pengamatan waktu retensi menggunakan KCKT pada tabel 9, diperoleh bahwa pemanis sintetis yang digunakan dalam es lilin warna kuning dan hijau tersebut adalah siklamat karena nilai waktu retensi sampel es lilin mendekati nilai waktu retensi siklamat. Untuk lebih mendukung dugaan ini maka dilakukan reaksi pengendapan siklamat.



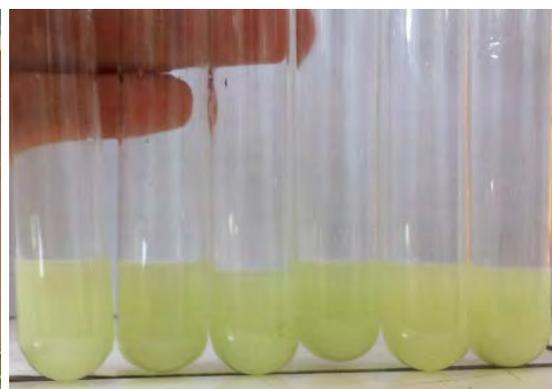
Gambar 4. Gambar Sampel Es Lilin Warna Kuning Sebelum Dilakukan Uji Reaksi Pengendapan



Gambar 5. Gambar Sampel Es Lilin Warna Kuning Sesudah Dilakukan Uji Reaksi Pengendapan



Gambar 6. Gambar Sampel Es Lilin Warna Hijau Sebelum Dilakukan Uji Reaksi Pengendapan



Gambar 7. Gambar Sampel Es Lilin Warna Hijau Sesudah Dilakukan Uji Reaksi Pengendapan

Dari hasil reaksi pengendapan ini sampel positif mengandung siklamat, ditunjukkan dengan adanya endapan putih  $\text{BaSO}_4$  yang terbentuk dengan persamaan reaksi sebagai berikut:

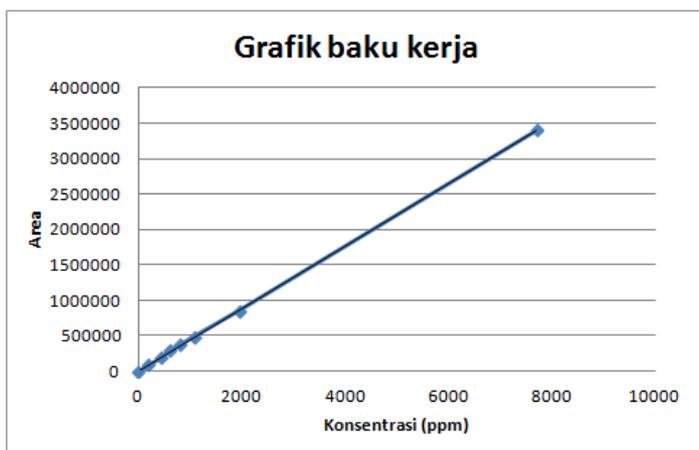


(Nurlita, 1997)

Setelah dilakukan reaksi pengendapan kemudian dilakukan pengamatan warna nyala api dengan tujuan untuk mengetahui pemanis sintetis siklamat yang digunakan oleh produsen es lilin tersebut merupakan bentuk asam siklamat atau dalam bentuk Na-siklamat. Hasil dari pengamatan terhadap warna nyala api yang dilakukan terhadap sampel es lilin warna kuning dan hijau, warna nyala api yang dihasilkan bewarna kuning terang. Dengan demikian pemanis sintetis siklamat yang digunakan oleh produsen es lilin tersebut merupakan bentuk Na-siklamat.

Tabel 10. Konsentrasi, Waktu Retensi dan Area Baku Kerja

Konsentrasi (ppm)	Rt (menit)	Area
0	0	0
195,5293	2,34	85958
432,0998	2,23	189985
598,3196	2,37	291098,333
797,7595	2,28	370836
1068,4279	2,31	486888
1946,144	2,61	855763
7700,828	2,61	3402706,333



Gambar 8. Grafik Baku Kerja Na-siklamat

Persamaan regresi dari kurva baku yaitu:  $y = 8503 + 440,79x$ . Dari hasil perhitungan batas deteksi (LLOD) dan batas kuantitasi (LLOQ) yang dilakukan, diperoleh batas deteksi pada penelitian ini yaitu 68,2945 bpj sedangkan batas kuantitasi pada penelitian ini yaitu 272,6375 bpj. Dari regresi konsentrasi baku

kerja dan area, diketahui bahwa nilai  $r = 0,9999$ . Parameter lain yang perlu ditentukan untuk mengevaluasi linieritas adalah koefisien variasi dari fungsi ( $V_{x_0}$ ), pada penelitian ini diperoleh nilai  $V_{x_0} = 1,71\%$ . Dengan demikian pada penelitian ini ada hubungan linier antara konsentrasi analit dengan reseptor detektor. Presisi merupakan kedekatan respon yang diperoleh dengan respon yang lain dengan analit yang sama pada konsentrasi yang sama. Presisi diketahui dari nilai KV. Ketelitian dikatakan baik apabila harga  $KV < 5\%$  (Yuwono *et al.*, 1999). Nilai KV yang diperoleh dari penelitian ini ada yang  $> 5\%$ . Berarti ketelitian atau presisi pada penelitian ini masih belum dikatakan baik karena ketelitian dikatakan baik apabila harga  $KV < 5\%$ . Perolehan kembali dihitung sebagai ukuran dari akurasi. Akurasi adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Diperoleh nilai perolehan kembali untuk sampel es lilin warna kuning 92,28%, sedangkan untuk sampel es lilin warna hijau 88,36%. Kriteria cemat diberikan, jika hasil analisis memberikan rasio (nilai perolehan kembali) :80% – 120%. Dengan demikian nilai perolehan kembali dari sampel es lilin warna kuning dan hijau memenuhi persyaratan.

Tabel 11. Perhitungan Kadar Asam Siklamat yang Terdapat dalam Sampel Es Lilin Warna Kuning

	Minggu ke	Area	Konsentrasi Sampel (bpj)	Kadar Na-siklamat (bpj)	Kadar Na-siklamat (g/kg)	Kadar asam siklamat (g/kg)	Rata-rata Kadar asam siklamat (g/kg)
A	1	164644,3333	95025	354,2307	3,7278	3,3201	3,3950
		130815,3333	71224	277,4844	3,8959	3,4699	
	2	165293,6667	95238	355,7038	3,7349	3,3265	3,3071
		133341,3333	76724	283,2150	3,6913	3,2877	
B	1	272360,6667	150604	598,6017	3,9747	3,5401	3,4992
		129563	70733	274,6432	3,8828	3,4582	
	2	166891,6667	94876	359,3291	3,7873	3,3732	3,4566
		130841,3333	69828	277,5433	3,9747	3,5401	
C	1	215115,6667	110820	468,7326	4,2297	3,7672	3,6281
		140881	76664	300,3199	3,9173	3,4890	
	2	163254,3333	87875	351,0772	3,9952	3,5583	3,6416
		225450,3333	117683	492,1784	4,1822	3,7249	

Tabel 12. Perhitungan Kadar Asam Siklamat yang Terdapat dalam Sampel Es Lilin Warna Hijau

	Minggu ke	Area	Konsentrasi sampel (bpj)	Kadar Na-siklamat (bpj)	Kadar Na-siklamat (g/kg)	Kadar asam siklamat (g/kg)	Rata-rata Kadar asam siklamat (g/kg)
A	1	160255	81828	344,2728	4,2073	3,7472	3,7406
		189479	97932	410,5719	4,1924	3,7340	
	2	243292	134304	532,6550	3,9660	3,5324	3,5364
		243203	133948	532,4531	3,9751	3,5404	
B	1	156052,33	85752	334,7384	3,9036	3,4767	3,5157
		120031,33	63396	253,0192	3,9911	3,5547	
	2	125071,67	70436	264,4540	3,7545	3,3440	3,3408
		113548,33	63596	238,3115	3,7473	3,3375	
C	1	109884,33	60290	229,9992	3,8149	3,3977	3,3753
		112292	62550	235,4613	3,7644	3,3528	
	2	214091,33	115788	466,4088	4,0281	3,5877	3,5464
		115048,33	61420	241,7145	3,9354	3,5051	

Batas penggunaan maksimal pemanis siklamat untuk makanan dan minuman menurut SNI 01-0222-1995 yaitu 3 g/kg dihitung sebagai asam siklamat. Berdasarkan tabel perhitungan kadar asam sikamat dalam sampel es lilin warna kuning dan hijau, diperoleh rata-rata kadar asam siklamat dalam sampel es lilin warna kuning yang dijual oleh pedagang A, B dan C pada minggu pertama maupun kedua lebih dari 3 g/kg. Dengan demikian kadar asam siklamat yang terkandung dalam sampel es lilin warna kuning dan hijau tidak bermerk dan tidak berlabel yang dijual oleh pedagang A, B dan C di kecamatan “X” di kabupaten Banyuwangi pada minggu pertama maupun minggu kedua melebihi batas penggunaan maksimal asam siklamat, sehingga es lilin warna kuning dan hijau tersebut tidak layak edar.

## KESIMPULAN DAN SARAN

Dari hasil penelitian dan pembahasan maka didapat kesimpulan bahwa es lilin tidak berlabel dan tidak bermerk yang dijual di kecamatan “X” kabupaten Banyuwangi tersebut tidak layak edar menurut SNI 01-0222-1995 berdasarkan pemanis dan zat pewarna yang digunakan. Penulis memberikan saran untuk dilakukan penelitian mengenai kelayakan edar makanan dan minuman di daerah-

daerah lain khususnya bagi produk makanan dan minuman tidak berlabel dan tidak bermerk.

#### **DAFTAR PUSTAKA**

- Adnan, 1997, *Teknik Kromatografi Untuk Analisis Bahan Makanan*, Andi Offset, Yogyakarta. 24-45.
- Anonim, 1979, *Kodeks Makanan Indonesia Tentang Bahan Tambahan Makanan*, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta, 358.
- Anonim, 2008, *Chemical Book*, (online), ([http://www.chemicalbook.com/ChemicalProductProperty\\_EN\\_CB0383512.htm](http://www.chemicalbook.com/ChemicalProductProperty_EN_CB0383512.htm) diakses 23 Juli 2012)
- Badan Standardisasi Nasional, 1992, *Uji Makanan dan Minuman*, SNI 01-2891-1992.
- Cahyadi W, 2006, *Analisis & Aspek Kesehatan Bahan Tambahan Pangan*, PT Bumi Aksara, Jakarta, 53-84.
- DeMan J, 1997, *Kimia Makanan*, Penerbit ITB, Bandung, 253; 280-281; 524-527.
- Gandjar IG, 2007, *Kimia Farmasi Analisis*, Pustaka Pelajar, Yogyakarta, 138-139; 353-375.
- Gritter R, 1991, *Pengantar Kromatografi*, ITB Bandung, Bandung, 186-190.
- Hariyadi, P., & Hariyadi, R. D., 2009, *Petunjuk Sederhana Memproduksi Pangan yang Aman*, PT Dian Rakyat, Jakarta, 43-45.
- Harjadi W, 1994, *Ilmu Kimia Analitik Dasar*, Gramedia, Jakarta. 82-97
- Hendayana S, 2006, *Kimia Pemisahan Metode Kromatografi dan Elektroforesis Modern*, PT Remaja Rosdakarya, Bandung, 67-77.
- Mulja, 1989, *Aplikasi Analisis Spektrofotometri UV-Vis*, Mecphisografika, Surabaya, 3-10.
- Mulja, 1995, *Analisis Instrumental*, Airlangga University Press, Surabaya, 231-235.
- Nurlita F, *Kadar Natrium Siklamat dalam Minuman yang Dijual di Pasaran Kota Singaraja*, *Aneka Widya STKIP Singaraja*, No. 3 Thn. XXX, April 1997, 66-75
- Oneil MJ, & Heckelman PE, 2006, *The Merck Index: An Encyclopedia of Chemicals, Drug and Biologicals*, Merck & Co, New York. 118, 328, 632, 756, 875.

- R. A. Day, J., & Underwood A. (2002). *Analisis Kimia Kuantitatif*, Erlangga Jakarta. 45-79
- Rohman A, 2009, *Kromatografi untuk Analisis Obat*, Graha Ilmu, Yogyakarta, 2009, 85.
- Rowe P J., 2009, *Handbook of Pharmaceuticak Excipients 6th ed*, Pharmaceutical Press, London, 48-49; 608-609; 643-644.
- Spangenberg B, Poole CF, Weins Ch, 2011, *Quantitative Thin-Layer Chromatography*. Springer-Verlag, Berlin, 13-20.
- Sudarmadji S, 1989, *Analisa Bahan Makanan dan Pertanian*, Liberty, Yogyakarta, 80-81.
- Sudarmadji S, 1997, *Prosedur Analisa untuk Bahan Makanan dan Pertanian*, Liberty, Yogyakarta, 37-38.
- Sudjadi, 1988, *Metode pemisahan*, Penerbit kanisius, Yogyakarta, 167-189.
- Svehla G, 1985, *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro*, PT. Kalman Media Pustaka, Jakarta, 311.
- Sweetman SC, 2006, *Martindale: the complete Drug Reference*, 35th ed, The Pharmaceutical Press, London, 1003,1508,1767, 1769, 1776, 1787, 17 95, 1815, 1817, 2073, 2159, 2171, 2720.
- Tahid, 1987, *Metoda Cepat Untuk Identifikasi dan Kuantifikasi Zat Pewarna Makanan Dengan Kromatografi Kertas, Teknologi Indonesia, Jilid X, No 1*, 27-36.
- Wijaya D, 2011, *Waspada! Zat Aditif Dalam Makananmu*, Buku Biru, Jogjakarta, 27-57; 83-113.
- Winarno FG, 1984, *Kimia Pangan dan Gizi*, Gramedia Pust. Utama, Jakarta, 171-198; 214-227.
- Winarno FG & Rahayu T, 1994, *Bahan Tambahan untuk Makanan dan Kontaminan*,. Sinar Harapan, Jakarta, 21-35; 67-100.
- Yuwono M, 1999, *HPLC*, Unit layanan Konsultasi, Pengujian dan Kerjasama Penelitian Fakultas Farmasi Universitas Airlangga, Surabaya, 49-57.
- [www.wikipedia.org](http://www.wikipedia.org) diakses 5 September 2012.