

3-MONOKLORO-1,2-PROPANDIOL PADA KEMASAN KERTAS DUPEKS SERTA MIGRASINYA KE DALAM SIMULAN PANGAN

[3-Monochloro-1,2-Propandiol in Duplex Paper Packaging and
Its Migration Into Food Simulant]

Ira Dwi Rachmani¹⁾, Feri Kusnandar¹⁾, Nancy Dewi Yuliana¹⁾, Yane Regina¹⁾,
Muh. Yusram Massijaya²⁾, dan Slamet Budijanto^{1)*}

¹⁾ Departemen Ilmu dan Teknologi Pangan, Fakultas Teknologi Pertanian, Institut Pertanian Bogor, Bogor

²⁾ Departemen Hasil Hutan, Fakultas Kehutanan, Institut Pertanian Bogor, Bogor

Diterima 29 Agustus 2014 / Disetujui 23 Maret 2015

ABSTRACT

3-Monochloro-1,2-propandiol (3-MCPD) is a carcinogenic food contaminant. 3-MCPD is formed during food processing, and can also be derived from food contact packaging materials, including paper. Wet-strength resin is often added into paper food packaging to provide moisture resistance and thus enhancing food shelf-life and consumer usage. The wet-strength resins which are manufactured from epichlorohydrin-based starting materials, are known to initiate the formation of 3-MCPD. Thus, the objectives of this study were: 1) to validate an analytical method for the analysis 3-MCPD in duplex paper packaging, 2) to analyze 3-MCPD content in duplex paper, and 3) to analyze 3-MCPD migration from duplex paper packaging into food simulants. 3-MCPD content in duplex paper was analyzed by a validated GC-MS method with linearity value (R^2) of 0.993, limit of detection (LOD) of 6.65 ppb, limit of quantification (LOQ) of 22.15 ppb, and recovery range of 83.00–114.13%. The 3-MCPD content of five sample duplex papers obtained from different packaging paper manufacturers were ranging from 753.43 to 825.36 ppb, and there was no significant differences between the samples. Direct contact between food simulants and duplex paper for 24 hours at 40°C generated migration of 3-MCPD at levels of 40.55 to 57.61%.

Keywords: 3-MCPD, analytical method validation, food packaging, migration

ABSTRAK

3-Monokloro-1,2-propandiol (3-MCPD) merupakan senyawa kontaminan pada makanan yang bersifat karsinogenik. 3-MCPD tidak hanya terbentuk melalui proses pengolahan pangan, namun dapat berasal dari residu material kemasan pangan yang kontak dengan bahan pangan. Pada proses pembuatan kertas kemasan seringkali ditambahkan *wet strength resin* sebagai bahan tambahan untuk memberikan ketahanan terhadap basah dan lembab. *Wet strength resin* yang berasal dari bahan berbasis epiklorohidrin diketahui dapat memicu terbentuknya 3-MCPD. Penelitian ini bertujuan untuk: 1) memvalidasi metode analisis komponen 3-MCPD pada kemasan kertas dupleks, 2) menganalisis kadar 3-MCPD pada kemasan kertas dupleks, dan 3) menganalisis migrasi 3-MCPD dari kemasan kertas dupleks ke dalam simulasi pangan. Kadar 3-MCPD pada kemasan kertas dupleks dianalisis dengan metode GC-MS tervalidasi dengan nilai linieritas (R^2) 0,993, limit deteksi (LOD) 6,65 ppb, limit kuantitasi (LOQ) 22,15 ppb, dan rentang akurasi 83,00–114,13%. Kadar 3-MCPD pada sampel kemasan kertas dupleks dari lima produsen kertas berkisar antara 753,43 hingga 825,36 ppb dan kadar ini tidak berbeda nyata pada taraf uji 5%. Kontak langsung antara simulasi pangan dan kemasan kertas dupleks selama 24 jam pada suhu 40°C menyebabkan migrasi komponen 3-MCPD sebesar 40,55 hingga 57,61%.

Kata kunci: 3-MCPD, validasi metode analisis, kemasan pangan, migrasi

*Penulis Korespondensi:
E-mail: slamet.budijanto@gmail.com

PENDAHULUAN

Pengemasan mempunyai peran penting dalam keseluruhan rantai pasok pangan, terutama dalam proses produksi dan pengawetan bahan pangan. Fungsi kemasan pangan antara lain sebagai wadah yang mempermudah distribusi, melindungi dari kerusakan, mempertahankan mutu pangan, memberikan kenyamanan bagi konsumen dan sebagai alat untuk mengkomunikasikan produk pangan kepada konsumen. Berbagai variasi bahan baku kemasan, kemasan kertas merupakan salah satu pilihan yang banyak digunakan dan diminati oleh konsumen, relatif murah, ramah lingkungan, penggunaan energi yang efisien dalam produksi, dan mudah dicetak (Coles *et al.*, 2007). Salah satu jenis kemasan kertas yang banyak dijumpai di pasaran adalah kertas dupleks. Kertas dupleks merupakan kertas multi-lapis yang 80–100% bahan bakunya berasal dari kertas daur ulang (Coles *et al.*, 2007). Dalam pembuatan kertas dupleks dan kemasan kertas pada umumnya, dilakukan penambahan bahan kimia tertentu yang berfungsi membantu proses produksi untuk menghasilkan kualitas lembaran kertas seperti yang diharapkan. Penambahan bahan kimia dalam produksi kemasan kertas untuk produk pangan diatur dalam regulasi yang telah ditetapkan untuk menjamin keamanan penggunaannya.

3-Monokloro-1,2-propandiol (3-MCPD) merupakan senyawa kontaminan yang terbentuk pada proses pengolahan pangan. Kontaminan ini tidak terdapat pada bahan baku tetapi terbentuk oleh reaksi kimia tertentu selama proses pengolahan. Perhatian serius diberikan kepada 3-MCPD karena senyawa ini bersifat karsinogenik. Meskipun belum terdapat data bahwa 3-MCPD menimbulkan kanker pada manusia, namun sejumlah penelitian membuktikan 3-MCPD bersifat karsinogenik pada hewan percobaan (Cho *et al.*, 2008). Tikus yang diberi asupan 3-MCPD mengalami toksisitas akut pada ginjal dan organ reproduksi dengan nilai LD₅₀ sebesar 150 mg/kg berat badan. Pemberian 3-MCPD dengan dosis lebih dari 25 mg/kg berat badan perhari dapat menimbulkan luka pada sistem syaraf pusat tikus dan mencit (Stadler dan Lineback, 2009).

3-MCPD ditemukan pada produk kecap, saus tiram, atau produk pangan lainnya yang mengandung protein nabati terhidrolisis asam. Selain itu, 3-MCPD juga ditemukan pada minyak goreng, produk olahan daging, keju, dan roti (Abu-El-Haj *et al.*, 2007; Baer *et al.*, 2010; Razak *et al.*, 2012; Wenzl *et al.*, 2007). Lebih lanjut, dari studi Chung *et al.* (2008) yang menguji 318 sampel makanan di sejumlah pasar retail di Hongkong, ditemukan sebanyak 101 sampel (32%) mengandung 3-MCPD pada kisaran 3–66 ppb. Studi lain mengungkapkan

bahwa 3-MCPD tidak hanya ditemukan pada produk pangan, tapi juga pada kemasan kertas. Kehadiran 3-MCPD pada kemasan kertas dipicu oleh senyawa epiklorohidrin (Hamlet *et al.*, 2002). Dalam industri kemasan, epiklorohidrin diketahui sebagai resin berkekuatan menahan lembab (*wet-strength*) yang paling umum digunakan dalam pembuatan kertas dan karton. Berdasarkan Peraturan Kepala BPOM (2011), epiklorohidrin terkategori sebagai zat kontak pangan yang diizinkan penggunaannya sebagai bahan penolong dalam produksi kemasan pangan, dan tanpa persyaratan batas migrasi. Senyawa ini ditambahkan sebagai komponen kertas dan karton yang kontak dengan pangan yang mengandung air dan lemak.

Pace dan Hartman (2010) melaporkan bahwa kemasan karton yang melibatkan epiklorohidrin dalam pembuatannya mengandung 3-MCPD dalam kadar yang melebihi batas ambang toleransi, yaitu 300 ppb. Namun, hingga saat ini informasi mengenai kandungan 3-MCPD pada kemasan kertas dupleks di Indonesia belum tersedia. Oleh sebab itu, dibutuhkan penelitian untuk mengetahui kadar dan potensi migrasinya ke dalam produk pangan. Pengembangan metode analisis 3-MCPD masih terbatas, terutama jenis matriksnya, serta belum adanya metode analisis terstandar, sehingga pihak berwenang lebih memilih metode analisis dengan parameter uji validasi sebagai pengganti metode standar (Hrcirik *et al.*, 2011).

Penelitian ini bertujuan untuk memvalidasi metode analisis komponen 3-MCPD yang telah dimodifikasi pada kemasan kertas, menganalisis kandungan 3-MCPD kemasan kertas dupleks dan menganalisis migrasi 3-MCPD dari kemasan kertas dupleks ke dalam simulasi pangan.

BAHAN DAN METODE

Bahan

Bahan utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah lima sampel kertas dupleks dan kertas *virgin* dari lima produsen kertas di Indonesia. Minyak jagung bermerek dagang Tropicana yang diperoleh dari pasar lokal.

Analisis kadar 3-MCPD pada kemasan kertas dupleks

Pengembangan dan validasi metode analisis 3-MCPD dilakukan terhadap metode Pace dan Hartman (2010) yang telah dimodifikasi. Analisis kadar 3-MCPD dilakukan terhadap sampel kertas dupleks yang berasal dari lima produsen kertas. Sampel kertas dupleks dipotong dengan ukuran maksimal 5 x 5 mm². Sampel ditimbang seberat 1 g pada tabung tertutup, ditambah 20 mL air destilata,

dan disimpan pada suhu ruang selama 24 jam. Ekstrak disaring dengan kertas saring Whatman No.1 dan tabung dibilas dengan 5 mL air destilata. Kepada ekstrak ditambahkan 100 μ L 3-MCPD-*d*5 10 μ g/mL dan 8 g NaCl, lalu diaduk hingga larut. Kemudian, larutan tersebut dituang ke kolom *SPE Agilent Chem Elut* (Agilent, USA), dan dibiarkan selama 15-20 menit. Kolom kemudian dielusi dengan 250 mL dietil eter (Merck, Jerman) dengan kecepatan 10 mL/menit. Untuk menghilangkan residu air, kepada eluan ditambahkan 15 g Na_2SO_4 anhidrat (Merck, Jerman). Ekstrak dipisahkan dengan *vacuum rotary evaporator* R-II (Buchi, Flawil, Swiss) pada suhu 35°C hingga sekitar 10 mL. Sejumlah Na_2SO_4 anhidrat ditambahkan pada ekstrak hasil pemekatan. Ekstrak dipindahkan secara kuantitatif ke dalam vial 4,0 mL dan dipisahkan secara perlahan hingga kering dengan hembusan gas N_2 pada suhu ruang.

Ekstrak yang telah dikeringkan segera ditambah 1 mL isooktan HPLC *grade* (Sigma-Aldrich, USA) dan 50 μ L hepta floro butiril imadazol (HFBI) (Sigma-Aldrich, USA). Vial dikocok dengan vortex (Thermo Scientific, NC, USA). Ekstrak 3-MCPD diderivatisasi pada sebuah *waterbath* (GFL Waterbath 1002, Burgwedel, Jerman) pada suhu 75°C selama 20 menit. Vial didinginkan hingga mencapai suhu sekitar 40°C, kemudian ditambahkan 1,0 mL air destilata dan divortex selama 30 detik. Vial didiamkan hingga terpisah antara lapisan air dan isooktan. Fase isooktan dipindahkan dengan hati-hati menggunakan pipet mikro (Eppendorf, Hamburg, Jerman) ke dalam vial 2,0 mL dan diberi Na_2SO_4 anhidrat. Setelah 5 menit, ekstrak dipindahkan ke vial 2,0 mL baru dan siap untuk dianalisis dengan GC-MS (Shimadzu Q2010, Kyoto, Jepang). Ekstraksi dan analisis dilakukan sebanyak 2 kali ulangan.

Validasi metode analisis 3-MCPD

Validasi metode analisis dilakukan dengan cara melakukan uji kesesuaian sistem, uji linieritas, uji akurasi dan keterulangan, serta penentuan limit deteksi (*limit of detection*, LOD) dan limit kuantitasi (*limit of quantification*, LOQ) dengan mengikuti panduan EURACHEM (1998) dan AOAC (2005). Uji kesesuaian sistem metode analisis 3-MCPD menggunakan instrumen GC-MS dilakukan dengan injeksi standar 3-MCPD (Sigma-Aldrich, USA) dan standar internal 3-MCPD-*d*5 (Sigma-Aldrich, USA) pada konsentrasi tertentu sebanyak enam kali ulangan. Konsentrasi larutan standar 3-MCPD-*d*5 dan 3-MCPD yang digunakan berturut-turut adalah 10 μ g/mL dan 0,5 μ g/mL.

Uji linieritas metode dilakukan dengan analisis hasil ekstrak 3-MCPD dari kertas *virgin* yang telah diadisi (*spike*) dengan 6 konsentrasi standar 3-

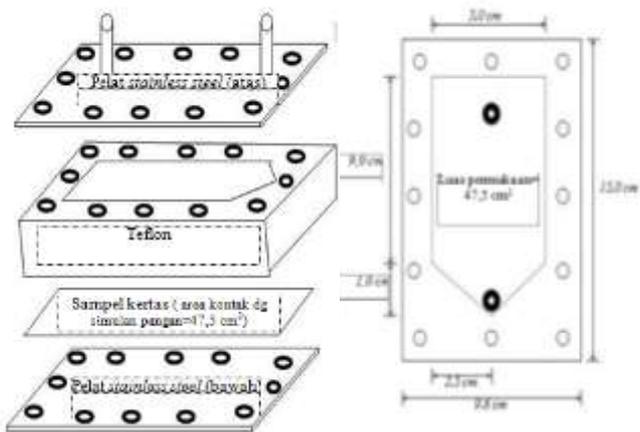
MCPD pada kisaran 0,1–10 μ g/g sampel. Kertas *virgin* digunakan sebagai perlakuan tanpa sampel (*blank sample*) dengan matriks menyerupai sampel kertas dupleks. Uji akurasi (*recovery*) dan uji keterulangan (*repeatability*) dilakukan dengan menggunakan kertas *virgin* yang diadisi dengan standar 3-MCPD pada konsentrasi tertentu. Kertas *virgin* yang telah diadisi ini kemudian dianalisis kandungan 3-MCPDnya. Nilai akurasi dari metode dihitung dengan rumus:

$$\text{Nilai akurasi (\%)} = \frac{[\text{konsentrasi yang ditemukan} - \text{konsentrasi tanpa adisi}] \times 100\%}{\text{konsentrasi adisi}}$$

Nilai limit deteksi (*limit of detection*, LOD) dan limit kuantitasi (*limit of quantitation*, LOQ) dari instrumen ditentukan dengan injeksi standar 3-MCPD pada konsentrasi terendah yang masih dapat terdeteksi. Dilakukan tujuh penentuan dengan injeksi standar 3-MCPD pada konsentrasi 0,134 μ g/mL. Standar deviasi (SD) dari ketujuh penentuan tersebut dihitung. Nilai LOD alat dinyatakan sebagai 3 kali standar deviasi, sedangkan LOQ adalah 10 kali standar deviasi.

Penentuan persentase migrasi komponen 3-MCPD dari kemasan kertas dupleks ke dalam simulan pangan

Penentuan persentase migrasi 3-MCPD menggunakan sampel kertas dupleks yang memiliki kandungan 3-MCPD tertinggi. Uji migrasi mengacu pada metode FDA (2007) dengan menggunakan tiga jenis simulan pangan yaitu etanol 10%, etanol 50%, (Merck, Jerman) dan minyak jagung. Uji migrasi menggunakan desain alat yang dimodifikasi dari Pace dan Hartman (2010) seperti dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Alat uji migrasi 3-MCPD dari kemasan kertas ke bahan pangan (modifikasi dari Pace dan Hartman, 2010)

Simulan pangan sebanyak 30 mL ditempatkan dalam alat migrasi dan dibiarkan kontak dengan sisi bagian dalam kertas dupleks selama 24 jam pada inkubator suhu 40°C. Simulan pangan kemudian diekstrak dan dihilangkan residunya dengan cara yang sama seperti analisis 3-MCPD pada sampel kertas, sehingga diperoleh kandungan 3-MCPD yang bermigrasi ke dalam simulan pangan. Persentase migrasi 3-MCPD diperoleh dari persentase hasil pembagian konsentrasi 3-MCPD simulan pangan dengan konsentrasi 3-MCPD pada sampel kertas. Ekstraksi dan analisis dilakukan sebanyak 3 kali ulangan.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pengembangan dan validasi metode analisis 3-MCPD

Validasi metode merupakan salah satu penunjang dalam memperoleh data hasil penelitian yang valid. Validasi metode dilakukan apabila metode yang digunakan dalam suatu pengujian atau penelitian merupakan metode yang benar-benar baru atau apabila telah dilakukan modifikasi pada metode yang telah divalidasi. Parameter yang umum digunakan pada validasi metode analisis adalah kesesuaian sistem, akurasi atau kecermatan, linieritas, presisi atau keseksamaan, batas deteksi dan batas kuantitasi (Codex Stan, 2010; AOAC, 2005; EURACHEM, 1998). Dalam penelitian ini dilakukan modifikasi pada metode analisis 3-MCPD Pace dan Hartman (2010).

Modifikasi dilakukan terhadap jumlah sampel yang digunakan dalam analisis, yaitu hanya 1 g dengan jumlah pelarut yang telah disesuaikan, penggunaan *vacuum rotary evaporator* yang mengadopsi prinsip kerja *Dry-Vap® evaporating system*. Serta perbedaan spesifikasi dan kondisi analisis instrument GC-MS. Penggunaan sampel dan pelarut dengan jumlah lebih sedikit bertujuan untuk efisiensi bahan. Peralatan yang lebih sederhana dan umum digunakan dalam laboratorium dipilih dengan harapan metode ini dapat diaplikasikan lebih luas untuk pengukuran kadar 3-MCPD pada kemasan kertas.

Kesesuaian sistem

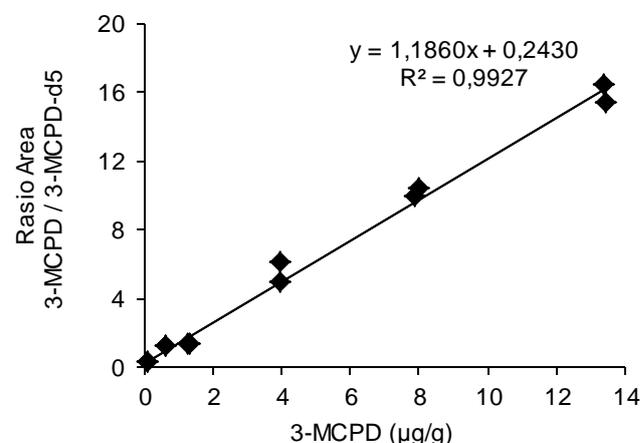
Hasil uji kesesuaian sistem dapat dilihat pada Tabel 1. Dari hasil pengujian diperoleh nilai deviasi standar relatif (RSD) untuk waktu retensi 3-MCPD-d5, waktu retensi 3-MCPD dan rasio luas peak area masing-masing 0,075; 0,072 dan 1,753%. Nilai tersebut sesuai dengan standar RSD yang disarankan untuk prosedur analisis komponen berjumlah sangat sedikit (*trace*) yaitu di bawah 2%.

Linieritas

Linieritas diukur dengan menggunakan nilai R^2 yang didapat dari plot antara perbandingan luas peak area dari 3-MCPD berbanding dengan standar internal 3-MCPD-d5 dengan konsentrasi standar adisi (dalam $\mu\text{g/g}$). Hasil uji linieritas disajikan pada Gambar 2. Nilai R^2 yang dihasilkan sebesar 0,993 sesuai yang disyaratkan EURACHEM (1998) yaitu lebih dari 0,990.

Tabel 1. Hasil uji kesesuaian sistem metode analisis 3-MCPD dengan menggunakan GC-MS

Ulangan	Waktu Retensi 3-MCPD-d5 (Menit ke-)	Waktu Retensi 3-MCPD (Menit ke-)	Rasio Luas Peak Area 3-MCPD/3-MCPD-d5
1	16,314	16,505	0,06021
2	16,335	16,520	0,05966
3	16,336	16,528	0,05940
4	16,343	16,528	0,05947
5	16,347	16,535	0,05725
6	16,346	16,538	0,05974
Rata-rata	16,337	16,526	0,05929
SD	0,0122	0,0112	0,00104
%RSD	0,0750	0,0721	1,75287



Gambar 2. Kurva linieritas metode analisis 3-MCPD pada kertas kemasan dengan menggunakan GC-MS

Akurasi dan keterulangan

Hasil uji akurasi dan keterulangan untuk analisis 3-MCPD ditunjukkan pada Tabel 2. Konsentrasi standar 3-MCPD yang diadisi ke dalam kertas *virgin* adalah 5,36 $\mu\text{g/g}$ sampel. Hasil uji akurasi pada standar 3-MCPD bervariasi antara 83,00–114,13% dengan rata-rata akurasi adalah 96,96%. Nilai tersebut sesuai dengan nilai yang direkomendasikan oleh AOAC (2005) yaitu 80–115% untuk

analisis kandungan *trace* dalam sampel dengan konsentrasi dalam ppm. Hasil uji keterulangan analisis 3-MCPD ditunjukkan oleh nilai % RSD dari analisis 3-MCPD. Nilai keterulangan yang dihasilkan pada penelitian ini adalah 12,78%, lebih rendah dari batas keberterimaan yang disarankan oleh AOAC (2005) untuk analisis *trace* yaitu nilai RSD kurang dari atau sama dengan 15%.

Tabel 2. Hasil uji akurasi 3-MCPD pada kertas kemasan dengan menggunakan GC-MS

Ulangan	Konsentrasi 3-MCPD yang Diadisi ($\mu\text{g/g}$)	Konsentrasi 3-MCPD pada Kertas <i>Virgin</i> tanpa Adisi ($\mu\text{g/g}$)	Konsentrasi 3-MCPD pada Kertas <i>Virgin</i> dengan Adisi ($\mu\text{g/g}$)	Akurasi (%)
1	5,360	0,775	6,446	105,80
2	5,360	0,775	6,578	108,27
3	5,360	0,775	6,892	114,13
4	5,360	0,775	6,295	84,33
5	5,360	0,775	5,624	90,46
6	5,360	0,775	5,223	83,00
7	5,360	0,775	5,746	92,75
Rata-rata				96,961
SD				12,351
%RSD				12,738

Limit deteksi dan limit kuantitasi (LOD dan LOQ)

Data pada Tabel 3 menyatakan bahwa instrumen *Gas Chromatography-Mass Spectrometry* (GC-MS) yang digunakan pada penelitian ini dapat mendeteksi analit 3-MCPD pada konsentrasi 6,64 ppb dan dapat mengkuantitasi 3-MCPD pada konsentrasi 22,15 ppb. Nilai tersebut lebih tinggi dibandingkan LOD dan LOQ yang dilaporkan Pace dan Hartman (2010) yaitu sebesar 5 ppb dan 9 ppb. Limit deteksi yang rendah pada analisis penentuan kadar 3-MCPD sangat diperlukan mengingat regulasi batas minimal 3-MCPD yang rendah dalam produk pangan, yaitu sekitar 20 ppb (BPOM, 2009).

Analisis kadar 3-MCPD pada sampel kertas dupleks

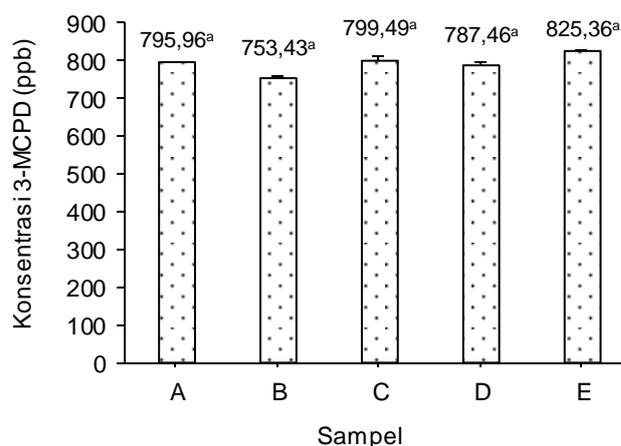
Sejumlah penelitian telah dilakukan untuk mendeteksi residu kontaminan berbahaya pada kemasan kertas daur ulang, namun penelitian terhadap kadar 3-MCPD pada kertas kemasan masih terbatas. Kontaminan yang umumnya ditemukan dalam kertas dan karton daur ulang antara lain o-xilena, asetofenon, n-dodekana, naftalena, difenil eter, 2,3,4-trikloroanisola, benzofenon, diisopropil-naftalena, campuran isomer (DIPN), dibutil ftalat, metal stearat bisfenol A (BPA), nonilfenol mono-

etiksilat (NMP), dan nonilfenol dietoksilat (NDP) (Triantafyllou *et al.*, 2007; Suci *et al.*, 2013).

Analisis kandungan senyawa 3-MCPD dilakukan terhadap lima sampel kertas dupleks yang berasal dari lima produsen kertas. Sampel kertas dupleks yang diterima dari produsen dalam bentuk plano berukuran A0, dipotong hingga berukuran maksimal 5 x 5 mm² untuk analisis. Pengujian dilakukan sebanyak dua kali ulangan untuk setiap sampel kertas. Hasil analisis kandungan 3-MCPD lima sampel kertas dupleks ditampilkan pada Gambar 3. Kandungan 3-MCPD antar sampel tidak berbeda nyata pada taraf uji 5%, dengan kadar terendah 753,43 ppb pada sampel kertas dupleks kode B dan kadar tertinggi sebesar 825,36 ppb pada sampel kertas dupleks kode E.

Tabel 3. Hasil penentuan LOD dan LOQ analisis 3-MCPD dengan menggunakan GC-MS

Ulangan	Konsentrasi 3-MCPD yang Diinjeksikan ($\mu\text{g/mL}$)	Konsentrasi 3-MCPD Terbaca ($\mu\text{g/mL}$)
1	0,134	0,79644
2	0,134	0,79892
3	0,134	0,80201
4	0,134	0,79765
5	0,134	0,79634
6	0,134	0,79781
7	0,134	0,80114
Rata-rata		0,79861
SD		0,0022
% RSD		0,2774
LOD ($\mu\text{g/mL}$) (3xSD)		0,0067
LOQ ($\mu\text{g/mL}$) (10xSD)		0,0221
LOD (ppb)		6,6458
LOQ (ppb)		22,1527



Gambar 3. Kandungan 3-MCPD sampel kertas dupleks

Kandungan 3-MCPD pada kemasan kertas yang diperoleh pada penelitian ini melampaui batas toleransi nilai 3-MCPD yang terkandung dalam kemasan kertas yaitu sebesar 300 ppb (EU Standard CEN, 1993). Namun, nilainya jauh lebih rendah dibandingkan hasil pengukuran 3-MCPD pada kertas karton kemasan minuman yang dilaporkan Pace dan Hartman (2010), dengan kisaran 4360 ppb hingga 9870 ppb. Liu (2012) bahkan melaporkan kadar 3-MCPD yang lebih tinggi yaitu pada kisaran 0,1 ppm hingga 100 ppm dari seratus sampel kertas karton komersial. Tingginya kadar 3-MCPD yang ditemukan pada kertas kemasan minuman dalam penelitian Liu (2012) berbanding lurus dengan kadar epiklorohidrin yang digunakan sebagai *wet strength resin* dalam pembuatan kertas karton. *Wet strength resin* merupakan bahan kimia yang ditambahkan dengan tujuan mencegah mengembangnya serat selulosa karena keberadaan air, sehingga meningkatkan kekuatan kertas dalam keadaan basah (Ginebreda *et al.*, 2011). Pada penelitian ini tidak ada data mengenai kadar penggunaan epiklorohidrin pada produksi sampel kertas dupleks. Diduga rendahnya kandungan 3-MCPD pada kertas dupleks disebabkan oleh penggunaan epiklorohidrin pada proses produksi kertas dupleks relatif kecil. Hal ini secara fisik terlihat dari ketahanan kertas dupleks yang rentan terhadap kondisi lembab dan air. Selain itu, Liu (2012) tidak mendeteksi keberadaan 3-MCPD (limit deteksi 0,01 ppm) pada sampel pulp kertas daur ulang. Sehingga kertas daur ulang sebagai bahan utama pembuat kertas dupleks tidak dapat diduga sebagai sumber kontaminan 3-MCPD, selain epiklorohidrin.

Persentase migrasi 3-MCPD dari kertas dupleks ke simulan pangan

Kemasan pangan yang terbuat dari kertas daur ulang diperuntukkan bagi jenis bahan pangan kering seperti tepung, biji-bijian, garam, gula, beras dan pasta. Untuk jenis bahan pangan cair dan semi padat, umumnya dilakukan laminasi menggunakan material plastik sebagai penghalang antara kertas dan bahan pangan (Binderup *et al.*, 2002). Pada prakteknya, sering ditemukan kertas daur ulang tanpa laminasi plastik di bagian dalam, bersentuhan langsung dengan bahan pangan yang dikemas.

Uji migrasi menggunakan desain migrasi satu sisi bertujuan untuk mendekati kondisi migrasi sesungguhnya, dimana bahan pangan kontak langsung dengan bagian dalam kemasan kertas dupleks sebagai kemasan primer. Uji migrasi dilakukan pada kondisi terakselerasi yaitu suhu 40°C selama 24 jam, di mana umumnya penyimpa-

nan makanan dengan kertas dupleks biasanya tidak lebih dari 12 jam pada suhu ruang.

Simulan pangan yang digunakan dalam uji migrasi ini mewakili setiap tipe pangan. Simulan 10% etanol mensimulasikan pangan berair dan asam (Tipe I, II, IVB, VIB dan VIIB), 50% etanol mensimulasikan jenis pangan dengan kandungan alkohol rendah hingga tinggi (Tipe VIA dan VIC), sementara minyak jagung mewakili jenis makanan berlemak (Tipe III, IVA, V, VIIA dan IX) (FDA, 2007). Hasil uji migrasi dapat dilihat pada Tabel 4.

Tabel 4. Hasil uji migrasi 3-MCPD dari kertas dupleks ke simulan pangan

Simulan Pangan	Konsentrasi 3-MCPD pada Kertas Dupleks (ppb)*	Konsentrasi 3-MCPD pada Simulan Pangan (ppb)*	Persen Migrasi (%)
Etanol 10%	825,36 ± 2,81	475,48 ± 7,53	57,61 ^a
Etanol 50%	825,36 ± 2,81	449,10 ± 17,82	54,41 ^b
Minyak jagung	825,36 ± 2,81	334,72 ± 10,86	40,55 ^c

Keterangan: *Data merupakan nilai rata ± standar deviasi; Huruf a.b.c menunjukkan nilai persen migrasi setiap jenis simulan pangan berbeda nyata pada taraf uji 5%

Hasil uji migrasi 3-MCPD dari kertas dupleks (sampel E) ke simulan pangan menunjukkan nilai persentase migrasi tertinggi terdapat pada simulan pangan etanol 10% diikuti oleh simulan pangan etanol 50%. Sementara nilai persentase migrasi terendah terdapat pada simulan pangan minyak jagung, berbeda nyata pada taraf uji 5% dari kedua simulan pangan sebelumnya. Hasil uji migrasi tersebut telah diduga sebelumnya berdasarkan polaritas komponen 3-MCPD yang cenderung polar, sehingga kontak langsung pada simulan pangan yang lebih polar akan menghasilkan persentase migrasi 3-MCPD yang lebih tinggi pula. Sebaliknya pada simulan pangan minyak jagung, nilai persentase migrasinya lebih rendah.

Kadar 3-MCPD yang ditemukan pada ketiga jenis simulan pangan dengan kisaran 334 ppb hingga 475 ppb jauh melebihi batas regulasi BPOM yang mensyaratkan batas maksimal kandungan 3-MCPD dalam makanan cair atau padat yang mengandung protein nabati terhidrolisis asam, sebesar 20 dan 50 ppb. Tingginya kadar 3-MCPD yang bermigrasi dari kemasan kertas dupleks ke bahan pangan menunjukkan bahwa penggunaan kertas dupleks sebagai kemasan primer makanan, khususnya bahan pangan cair atau semi padat tidak dianjurkan.

KESIMPULAN

Seluruh parameter hasil validasi metode analisis 3-MCPD pada kemasan kertas yang meliputi uji kesesuaian sistem, uji linieritas, uji akurasi, uji keterulangan dan limit deteksi dan kuantitasi memenuhi syarat yang telah ditetapkan dalam pedoman validasi metode analisis. Dari hasil pengukuran kadar 3-MCPD pada sampel kertas dupleks, diperoleh kadar 3-MCPD paling tinggi pada sampel E sebesar 825,36 ppb dan terendah pada sampel B sebesar 753,43 ppb. Dari hasil uji migrasi 3-MCPD dari kertas dupleks sampel E ke tiga jenis simulan pangan, diperoleh persentase migrasi tertinggi pada simulan pangan etanol 10% dan terendah pada simulan pangan minyak jagung. Tingginya kadar 3-MCPD yang dapat bermigrasi ke simulan pangan mengindikasikan bahaya penggunaan kertas dupleks sebagai kemasan primer pangan.

Penelitian lebih lanjut perlu dilakukan untuk mengetahui kadar dan potensi migrasi 3-MCPD pada kertas karton kemasan pangan lainnya dan upaya untuk meminimalisir migrasi 3-MCPD dari kertas kemasan ke bahan pangan.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada PT. Indah Kiat Pulp dan Paper Tbk. (Grup Sinar Mas) yang telah mendanai penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Abu-El-Haj S, Bogusz MJ, Ibrahim Z, Hassan H, Tufail MA. 2007. Rapid and simple determination of chloropropanols (3-MCPD and 1,3-DCP) in food products using isotope dilution GC-MS. *Food Control* 18: 81-90. DOI: 10.1016/j.foodcont.2005.08.014.
- [AOAC] Association of Official Agricultural Chemists, Official Method. 2005. Laboratory Quality Assurance. Official Methods of Analysis of AOAC International. 18th edition. Appendix E: 1-6. Gaithersburg, Maryland 20877-2417, USA.
- Baer I, De-La-Calle B, Taylor P. 2010. 3-MCPD in food other than soy sauce or hydrolysed vegetable protein. *Anal Bioanal Chem* 396: 443-456. DOI: 10.1007/s00216-009-3177-y.
- [BPOM] Badan Pengawas Obat dan Makanan. 2009. Peraturan Kepala Badan POM RI No. HK.00.06.1.52.4011: Penetapan Batas Maksimum Cemaran Mikroba dan Kimia dalam Makanan.
- [BPOM] Badan Pengawas Obat dan Makanan. 2011. Peraturan Kepala Badan POM RI No. HK.03.1.23.07.11.6664: Pengawasan Kemasan Pangan.
- Binderup ML, Pedersen GA, Vinggaard AM, Rasmussen ES, Rosenquist H, Cederberg T. 2002. Toxicity testing and chemical analyses of recycled fiber-based paper for food contact. *Food Addit Contam* 25: 13–28.
- Cho WS, Han BS, Nam KT, Choi M, Kim SH, Jeong J, Jang DD. 2008. Carcinogenicity study of 3-monochloro-propane-1,2-diol in sprague-dawley rats. *Food Chem Toxicol* 46: 3172-3177. DOI: 10.1016/j.fct.2008.07.003.
- Chung SWC, Kwong KP, Yau JCW, Wong AMC, Xiao Y. 2008. Chloropropanols levels in foodstuffs marketed in Hong Kong. *J Food Compos Anal* 21: 569-573. DOI: 10.1016/j.jfca.2008.04.010.
- Coles R, Dowell DM, Kirwan MJ. 2007. *Food Packaging Technology*. London: Blackwell Publishing, CRC Press.
- Codex Stan. 2010. Codex General Standard for Contaminants and Toxins in Food and Feed. Codex Standard 193-1995.
- EU Standard CEN. 1993. European Committee for Standardization. Paper and board intended to Come Into Contact with Foodstuffs – Preparation of a Cold Water Extract. EN 645.
- [EURACHEM] Working Group. 1998. The Fitness for Purpose of Analytical Methods. A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics. Eurachem Guide.
- [FDA] Food and Drug Administration. 2007. Guidance for Industry: Preparation of Premarket Submissions for Food Contact Substances: Chemistry Recommendations. Guidance Compliance Regulatory Information.
- Ginebreda A, Guillen D, Barcelo D, Darbra RM. 2011. Additives in paper industry. In: Bilitewski B, Darbra RM, Barcelo D, editors. *Global Risk-Based Management of Chemical Additives I: Usage and Environmental Occurrence*. The Handbook of Environmental Chemistry. Heidelberg: Springer Berlin.
- Hrcirik K, Zelinkova Z, Ermacora A. 2011. Critical factors of indirect determination of 3-chloropropane-1,2-diol esters. *Eur J Lipid Sci Tech* 113: 361-367. DOI: 10.1002/ejlt.201000316.

- Liu WY. 2012. Development and Validation of an Improved Method for Determination of Chloropropanols in Paperboard Food Packaging by GC-MS [Thesis]. Rutgers University. New Brunswick, New Jersey, USA.
- Pace GV, Hartman, TG. 2010. Migration studies of 3-chloro-1,2-propanediol in polyethylene extrusion-coated paperboard food packaging. *J Food Addit Contam: Part A* 27: 884-891.
- Razak RA, Kuntom A, Siew WL, Ibrahim NA, Ramli MR, Hussein R, Nesaretnam K. 2012. Detection and monitoring of 3-monochloropropane-1,2-diol (3-MCPD) esters in cooking oils. *Food Control* 25: 355-360. DOI: 10.1016/j.foodcont.2011.10.058.
- Suciu NA, Tiberto F, Vasileiadis S, Lamastra L, Trevisan M. 2013. Recycled paper-paperboard for food contact materials: Contaminant suspected and migration into foods and food stimulant. *Food Chem* 141: 4146-4151. DOI: 10.1016/j.foodchem.2013.07.014.
- Stadler RH, Lineback DR. 2009. Process-induced Food Toxicants. Occurrence, Formation, Mitigation and Health Risks. A John Wiley & Sons, Incc., Publication. Hoboken, New Jersey.
- Triantafyllou VI, Demertzi KA, Demertzis PG. 2007. A study on the migration of organic pollutants from recycled paperboard packaging materials to solid food matrices. *Food Chem* 101: 1759-1768. DOI: 10.1016/j.foodchem.2006.02.023.
- Wenzl T, Lachenmeier DW, Gokmen V. 2007. Analysis of heat-induced contaminants (acrylamide, chloropropanols and furan) in carbohydrate-rich food. *Anal Bioanal Chem* 389: 119-137.