

Analisis Kuantitatif Dibutil Ftalat dalam Minyak Goreng Curah dan Kemasan Secara Kromatografi Cair Kinerja Tinggi dengan Detektor UV

¹Suci Novyanti Sundari, ²Hilda Aprilia, ³Sukanta, ⁴Bertha Rusdi

^{1,2,3,4}Prodi Farmasi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Bandung.

Jl. Tamansari No. 1 Bandung 40116

email: ¹sucinys@yahoo.com, ²hilda.apriliah@gmail.com

Abstrak. Telah dilakukan analisis kualitatif dan kuantitatif senyawa dibutil ftalat dalam sampel minyak goreng curah dan kemasan secara Kromatografi Cair Kinerja Tinggi. Penelitian ini dilakukan terhadap 4 sampel, masing-masing dua sampel untuk minyak goreng curah dan minyak goreng kemasan dengan batch yang berbeda. Hasil analisis kualitatif dengan metode baku tinambah menunjukkan bahwa kromatogram larutan sampel yang telah ditambahkan baku pembanding memiliki luas area yang lebih tinggi pada waktu retensi yang sama, dibandingkan dengan luas area dibutil ftalat pada larutan baku pembanding saja dan larutan sampel saja. Hasil analisis kuantitatif menunjukkan konsentrasi dibutil ftalat pada sampel A1 dan A2, yaitu sampel minyak goreng curah adalah sebesar 13,92 dan 19,22 ppm; sedangkan pada sampel B1, dan B2, yaitu sampel minyak goreng kemasan adalah sebesar 8,60 dan 7,17 ppm. Menurut Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia Nomor HK.03.1.23.07.11.6664 tentang Pengawasan Kemasan Pangan memaparkan bahwa persyaratan maksimum konsentrasi dibutil ftalat yang boleh bermigrasi ke dalam makanan adalah 0,3 ppm.

Kata Kunci: Dibutil ftalat, Minyak goreng, Baku tinambah, KCKT

A. Pendahuluan

Plastik sangat penting dalam kehidupan sehari-hari, banyak barang kebutuhan diolah dari bahan plastik. Alasan begitu luasnya penggunaan plastik secara industri karena sifat-sifatnya yang unggul dan mudah diolah. Plastik merupakan bahan polimer alternatif yang lebih disenangi untuk digunakan sebagai penyediaan barang sandang, pangan, papan bagi kehidupan manusia karena tersedia dalam jumlah besar, murah harganya dibanding bahan-bahan konvensional, serta lebih aman digunakan (Wirjosentono, 1995).

Seiring perkembangan ilmu pengetahuan dan teknologi kemasan pangan yang sangat pesat isu terkait keamanan kemasan pangan semakin beragam. Isu tentang keamanan kemasan pangan muncul disebabkan oleh komponen penyusun kemasan, yang disebut juga sebagai zat kontak pangan (*food contact substances*), dapat berpindah (bermigrasi) ke dalam pangan dan dikenal sebagai migran (Silitonga, 2012).

Sebagian dari migran merupakan senyawa kimia yang berbahaya bagi kesehatan, dan dapat berasal dari residu bahan baku (*starting materials*) berupa monomer, katalis yang digunakan untuk mempercepat laju reaksi, hasil urai bahan dasar dan bahan tambahan yang digunakan dalam proses pembuatan kemasan pangan (Silitonga, 2012).

Beberapa isu yang berkembang antara lain keberadaan senyawa ftalat yang banyak digunakan sebagai *plasticizer*, seperti Dibutil ftalat (DBP), sampai saat ini masih tetap menjadi perhatian karena berpotensi menyebabkan gangguan sistem endokrin dan kanker (Silitonga, 2012). DBP mempunyai peranan penting dalam industri polimer sebagai *plasticizer*, yaitu salah satu bahan tambahan yang sering ditambahkan dalam bahan dasar plastik untuk meningkatkan fleksibilitasnya sehingga lebih mudah dibentuk sesuai dengan tujuan penggunaannya (Rosyianie, 2008).

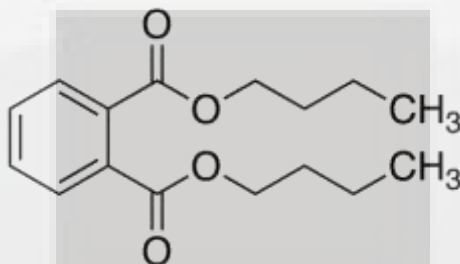
Migrasi dibutil ftalat dari wadah makanan plastik ini telah menyita banyak perhatian sehingga sebagian besar negara, seperti Uni Eropa (UE), Amerika Serikat, Cina, dan Jepang telah menetapkan tingkat maksimum untuk DBP yang bermigrasi dari bahan kontak makanan (*Food Contact Materials/FCMs*).

Kromatografi gas merupakan metode yang paling umum dan sering digunakan untuk analisis ftalat dalam makanan. Selain menggunakan kromatografi gas, Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT) juga memungkinkan untuk digunakan sebagai metode alternatif karena tersedia berbagai kolom dan detektor yang dapat disesuaikan dengan metode yang digunakan, selain itu analisis DBP menggunakan KCKT memberikan lebih banyak kemudahan deteksi dan waktu analisisnya cepat karena waktu retensi yang dihasilkan lebih cepat dibandingkan dengan kromatografi gas (Adewuyi, G.O.; R.A. Olowu, 2012).

Dalam penelitian ini akan dilakukan analisis kualitatif dan kuantitatif senyawa DBP dalam sampel minyak goreng secara KCKT karena DBP cenderung lebih mudah bermigrasi ke dalam media minyak.

B. Landasan Teori

DBP adalah salah satu senyawa kelompok ester ftalat berupa cairan berminyak tidak berbau dan tidak berwarna yang dihasilkan saat n-butanol bereaksi dengan anhidrida ftalat (*U.S Consumer Product Safety Commission, 2010*). DBP memiliki rumus kimia $C_{16}H_{22}O_4$ dengan struktur kimia yang ditunjukkan dalam **Gambar 1**.



Gambar 1. Struktur Kimia DBP (<https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/3026>)

Karena DBP memiliki begitu banyak kegunaan, membuatnya tersebar luas di lingkungan. Kebanyakan orang mungkin terpapar dari udara, beberapa orang mungkin juga terpapar DBP dari air, makanan, atau keduanya (ATSDR, 2001). Kebanyakan orang yang terpapar DBP terutama melalui makanan. DBP bermigrasi ke makanan, terutama makanan berlemak, dari bahan mengandung DBP yang digunakan untuk memproses dan mengemas makanan. Kemungkinan lain, sumber DBP ditemukan dalam makanan adalah dari kemasan makanan yang terbuat dari plastik berbasis selulosa (NTP-CERHR, 2000).

Pada prinsipnya, tidak ada satu pun jenis plastik yang mutlak aman untuk kemasan pangan. Keamanan penggunaan plastik sebagai kemasan pangan didasarkan pada jumlah migran atau monomer plastik (bahan-bahan kimia yang membentuk plastik) yang bermigrasi ke dalam pangan. Faktor-faktor yang mempengaruhi jumlah migran dari pengemas ke dalam pangan antara lain adalah konsentrasi migran; kekuatan ikatan atau mobilitas bahan kimia dalam pengemas tersebut; ketebalan kemasan; sifat alami pangan dalam kaitan kontak dengan pengemas (kering, berair, berlemak, asam, alkoholik); kelarutan bahan kimia terhadap pangan; lama dan suhu

kontak. Beberapa jenis plastik yang relatif aman digunakan sebagai kemasan pangan adalah PP, HDPE, LDPE, dan PET (BPOM, 2011).

C. Metode Penelitian

Pada penelitian ini akan dilakukan analisis kualitatif dan kuantitatif DBP dengan menggunakan metode Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT) dalam minyak goreng curah (tanpa merk) dan minyak goreng kemasan bermerk yang terdapat di Bandung. Penelitian ini akan dilaksanakan di Laboratorium Riset Farmasi Fakultas MIPA Universitas Islam Bandung.

Penelitian ini dilakukan melalui beberapa tahap yang terdiri dari pemilihan dan pengambilan sampel, pembuatan larutan baku pembanding DBP, preparasi sampel, uji kesesuaian sistem, verifikasi metode analisis, dan pengujian sampel secara kualitatif dan kuantitatif.

Pemilihan dan pengambilan sampel berdasarkan perbedaan kemasan plastik yang digunakan dengan batch yang berbeda untuk masing-masing sampel. Sampel dibeli di Pasar Balubur, Tamansari, Bandung.

Pembuatan larutan baku pembanding dilakukan dengan membuat larutan stok DBP terlebih dahulu, kemudian larutan baku pembanding dibuat dengan cara mengencerkan larutan stok DBP.

Preparasi sampel dilakukan dengan cara mengisolasi analit menggunakan metode kromatografi kolom, menggunakan sorben Florisil[®], berdasarkan Metode 3620C (U.S. EPA, 2007) dengan pencuci heksana dan eluen dietil eter:heksana = (20:80) (v/v).

Uji kesesuaian sistem dilakukan dengan menginjeksikan larutan baku pembanding sebanyak tujuh kali ke dalam alat KCKT.

Verifikasi metode dilakukan berdasarkan parameter-parameter verifikasi yang meliputi linieritas, kecermatan (*accuracy*), dan keseksamaan (*precision*).

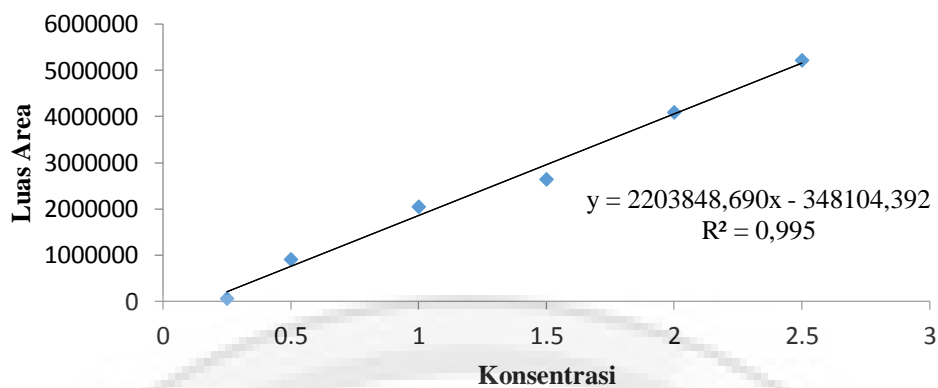
Pengujian sampel dilakukan secara kualitatif dan kuantitatif. Analisis kualitatif dilakukan dengan cara membandingkan hasil kromatogram larutan baku pembanding, larutan uji serta larutan baku tinambah. Analisis kuantitatif dilakukan dengan cara luas area kromatogram masing-masing larutan baku pembanding dan larutan uji dicatat, kemudian hasil kromatogram dari larutan baku pembanding tersebut digunakan untuk menghitung kadar larutan sampel dengan menggunakan kurva kalibrasi atau persamaan garis, dengan memperhatikan faktor pengenceran.

D. Hasil Penelitian

Sebelum dilakukan analisis kualitatif dan kuantitatif DBP, dilakukan terlebih dahulu uji kesesuaian sistem. Uji ini bertujuan untuk menentukan apakah sistem kromatografi yang telah diset sudah memenuhi syarat atau belum. Berdasarkan hasil perhitungan, nilai simpangan baku relatif yang didapat adalah 1,22% untuk luas area dan 0,163% untuk waktu retensi. Dari hasil analisis tersebut dapat disimpulkan bahwa sistem kromatografi yang diset telah memenuhi syarat karena nilai simpangan bakunya $\leq 2\%$.

perhitungan tersebut dapat disimpulkan bahwa nilai koefisien korelasi memenuhi syarat, yaitu $\geq 0,98$ sedangkan nilai V_{xo} tidak memenuhi syarat karena nilainya lebih dari 5%. Nilai V_{xo} yang lebih dari 5% disebabkan karena analit yang dianalisis merupakan kontaminan yang kadarnya sangat kecil.

Dari hasil penguj



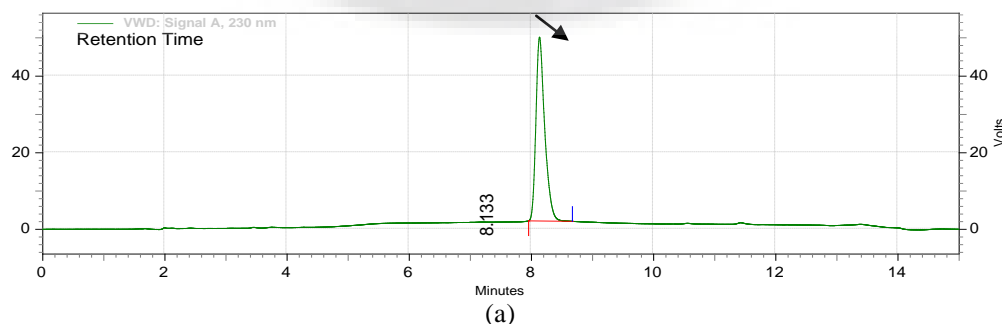
Gambar 2. Kurva Linieritas

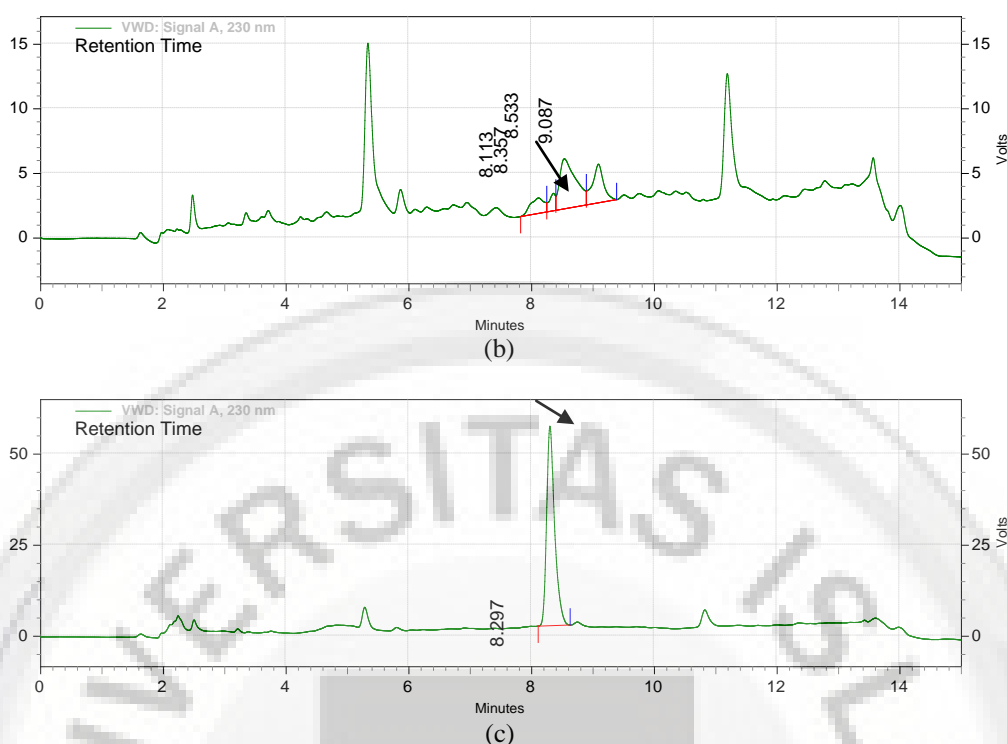
Hasil yang diperoleh untuk batas deteksi adalah 0,249 ppm; sedangkan untuk batas kuantitasi adalah 0,979 ppm.

Pada pengujian akurasi, sampel dengan 3 konsentrasi yang berbeda 0,28; 0,53; dan 1,03 ppm dianalisis menggunakan alat KCKT dengan pengerjaan yang dilakukan secara triplo. Kemudian dihitung persen perolehan kembali (% *recovery*) dari data luas area yang diperoleh. Dari hasil tersebut diperoleh rata-rata nilai persen perolehan kembali dari masing-masing konsentrasi, yaitu pada konsentrasi 0,28 ppm diperoleh rata-rata persen perolehan kembali sebesar 62,860%, pada konsentrasi 0,53 ppm sebesar 102,826%, dan pada konsentrasi 1,03 ppm sebesar 106,805%. Berdasarkan data tersebut, nilai rata-rata persen perolehan kembali untuk konsentrasi 0,28 ppm tidak masuk dalam rentang nilai perolehan kembali (*recovery*) yang baik, yaitu antara 80-120%. Hal tersebut disebabkan oleh matriks yang terdapat dalam larutan sampel cukup kompleks sehingga sulit dipisahkan untuk masing-masing komponennya pada saat proses isolasi analit.

Untuk pengujian presisi, sampel dengan konsentrasi 0,53 ppm dianalisis menggunakan alat KCKT dengan penyuntikan yang dilakukan sebanyak 6 kali. Kemudian dihitung nilai simpangan baku relatifnya (RSD) dari data luas area yang diperoleh. Dari hasil pengujian pada konsentrasi 0,5 ppm didapatkan nilai RSD sebesar 7,964%. Berdasarkan data tersebut nilai presisi memenuhi persyaratan karena nilai RSD yang baik adalah $\leq 20\%$.

Pada analisis kualitatif dilakukan metode standar adisi, untuk mengetahui kebenaran ada atau tidaknya kandungan DBP. Hasil analisis menunjukkan bahwa kromatogram larutan sampel yang telah ditambahkan baku pembanding memiliki luas area yang lebih tinggi pada waktu retensi yang sama, yaitu sebesar 8334162; dibandingkan dengan luas area DBP pada larutan sampel saja yaitu sebesar 312894 dan larutan baku pembanding saja dengan luas area sebesar 8065016.





Gambar 3. (a) Baku Pembanding DBP; (b) Sampel; (c) Sampel ditambah baku pembanding DBP (baku tinambah)

Dari hasil analisis kuantitatif menunjukkan luas area dari masing-masing sampel berurutan dari A₁, A₂, B₁, dan B₂ adalah sebesar 1185605, 1769443, 598853, 441592. Sampel A adalah sampel minyak goreng curah (tanpa merk), sedangkan sampel B adalah sampel minyak goreng kemasan bermerk. Dari data tersebut terlihat bahwa sampel A memiliki luas area yang lebih besar dari sampel B. Dan dari hasil perhitungan, didapatkan konsentrasi sampel A₁ sebesar 13,92 ppm, sampel A₂ sebesar 19,22 ppm, sampel B₁ sebesar 8,6 ppm dan sampel B₂ 7,17 ppm.

E. Kesimpulan

Hasil analisis kualitatif menunjukkan bahwa kromatogram larutan sampel yang telah ditambahkan baku pembanding memiliki luas area yang lebih tinggi pada waktu retensi yang sama, dibandingkan dengan luas area DBP pada larutan sampel saja dan larutan baku pembanding saja.

Hasil analisis kuantitatif menunjukkan konsentrasi DBP pada sampel A₁ dan A₂, yaitu sampel minyak goreng curah adalah sebesar 13,92 dan 19,22 ppm; sedangkan pada sampel B₁, dan B₂, yaitu sampel minyak goreng kemasan adalah sebesar 8,60 dan 7,17 ppm. Menurut Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia Nomor HK.03.1.23.07.11.6664 tentang Pengawasan Kemasan Pangan memaparkan bahwa persyaratan maksimum konsentrasi DBP yang boleh bermigrasi ke dalam makanan adalah 0,3 ppm sehingga dapat disimpulkan bahwa sampel yang diujikan tidak layak dikonsumsi apalagi untuk konsumsi jangka panjang karena dikhawatirkan dapat menimbulkan masalah bagi kesehatan.

Daftar Pustaka

- Adewuyi, G.O., R.A. Olowu. (2012). High Performance Liquid Chromatographic (HPLC) Method for Comparison of Levels of some Phthalate Esters in Children's Toys and Their Health Implications. *The Pacific Journal of Science and Technology*. 13: 251-260.
- [ATSDR] U.S. Agency for Toxic Substances and Disease Registry. (2001). "Toxicological Profile for Di-n-Butyl Phthalate". (<http://www.atsdr.cdc.gov/toxprofiles/tp135.pdf>) diunduh dari pada tanggal 22 September 2015.
- Badan POM RI. (2011). Peraturan Kepala Badan POM Nomor HK.03.1.23.07.11.6664 tentang Pengawasan Kemasan Pangan. (<http://jdih.pom.go.id/showpdf.php?u=40>) diunduh pada tanggal 7 Februari 2016.
- [EPA] U.S. Environmental Protection Agency. (2007). "Phthalates: Chemical Summary". (http://www.epa.gov/teach/chem_summ/phthalates_summary.pdf) diunduh pada tanggal 22 September 2015.
- [NTP-CERHR] National Toxicology Program. (2000). NTP-CERHR Monograph on the Potential Human Reproductive and Developmental Effects of Di-n-Butyl Phthalate(DBP). (http://ntp.niehs.nih.gov/ntp/ohat/phthalates/dbp/dbp_monograph_final.pdf) diunduh pada tanggal 22 September 2015.
- Rosyanie, Y., D. Pangaribuan, dan R. Hutapea. (2008). "Pemlastis (Plasticiser) dalam Plastik untuk Kemasan Pangan", *Buletin Keamanan Pangan BPOM RI*. Volume 13/Tahun VII/2008, Direktorat Surveilans dan Penyuluhan Keamanan Pangan.
- Silitonga, Maringan. (2012). Pengawasan Kemasan Pangan. (<http://foodreview.co.id/preview.php?view2&id=56430#.VrdynRh97Mx>) diunduh pada tanggal 7 Februari 2012.
- Wirjosentono, B. (1995). *Analisis dan Karakterisasi Polimer*. Edisi Pertama. USU Press, Medan.