

**ANALISIS RESIDU PESTISIDA PADA BERAS TANGSE KABUPATEN
PIDIE MENGGUNAKAN METODE KROMATOGRAFI
GAS – *ELECTRON CAPTURE DETECTOR* (ECD)**

SKRIPSI

Diajukan Oleh :

FAHMI

NIM. 150704034

**Mahasiswa Fakultas Sains dan Teknologi UIN Ar-Raniry
Program Studi Kimia**



**FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI AR-RANIRY
BANDA ACEH
2021 M / 1442 H**

LEMBAR PERSETUJUAN SKRIPSI

**ANALISIS RESIDU PESTISIDA PADA BERAS TANGSE
KABUPATEN PIDIE MENGGUNAKAN METODE KROMATOGRAFI
GAS – ELECTRON CAPTURE DETECTOR (ECD)**

SKRIPSI

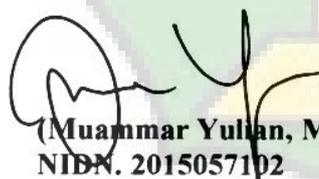
**Diajukan Kepada Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri Ar-Raniry Banda Aceh
Sebagai Beban Studi Memperoleh Gelar Sarjana dalam Ilmu Kimia**

Oleh

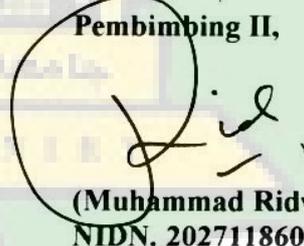
**FAHMI
NIM. 150704034
Mahasiswa Fakultas Sains dan Teknologi
Program Studi Kimia**

Disetujui Oleh

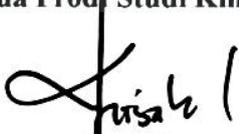
Pembimbing I,


**(Muammar Yulhan, M.Si)
NIDN. 2015057102**

Pembimbing II,


**(Muhammad Ridwan Harahap, M.Si)
NIDN. 2027118602**

**Mengetahui
Ketua Prodi Studi Kimia**


**(Khairun Nisah, M.Si)
NIDN. 2016027902**

LEMBAR PENGESAHAN PENGUJI SKRIPSI

**ANALISIS ANALISIS RESIDU PESTISIDA PADA BERAS TANGSE
KABUPATEN PIDIE MENGGUNAKAN METODE KROMATOGRAFI
GAS – ELECTRON CAPTURE DETECTOR (ECD)**

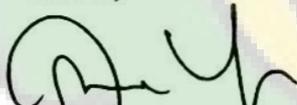
SKRIPSI

Telah diuji oleh Panitia Ujian Munaqasyah Skripsi
Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Ar-Raniry dan
dinyatakan Lulus
Serta Diterima Sebagai Salah Satu Beban Studi Program Sarjana (S-1)
Dalam Ilmu Kimia

Pada Hari : Jumat, 16 Juli 2021
6 Zulhijjah 1442

Panitia Ujian Munaqasyah Skripsi/Tugas Akhir

Ketua,


(Muhammad Yulian, M.Si)
NIDN. 2015057102

Sekretaris,


(Muhammad Ridwan Harahap, M.Si)
NIDN. 2027118603

Penguji I,


(Febrina Arfi, M.Si)
NIDN. 2021028601

Penguji II,


(Bhayu Gita Bhernama, M.Si)
NIDN. 2023019901

Mengetahui:

Dekan Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri Ar-Raniry Banda Aceh,




(Dr. H. Azhar Amsal, M.Pd)
NIDN. 2001066802

LEMBAR PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI

Yang bertanda tangan dibawah ini :

Nama : Fahmi

NIM : 150704034

Program Studi : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul : Analisis Residu Pestisida Pada Beras Tangse Kabupaten Pidie
Menggunakan Metode Kromatografi Gas – *Electron Capture
Detector (ECD)*.

Dengan ini menyatakan bahwa dalam penulisan ini, saya :

1. Tidak menggunakan ide orang lain tanpa mampu mengembangkan dan mempertanggungjawabkan;
2. Tidak melakukan plagiasi terhadap naskah karya orang lain;
3. Tidak menggunakan karya orang lain tanpa menyebutkan sumber asli atau tanpa izin pemilik karya;
4. Tidak memanipulasi dan memalsukan data;
5. Mengerjakan sendiri karya ini dan mampu bertanggungjawab atas karya ini.

Bila dikemudian hari ada tuntutan dari pihak lain atas karya saya, dan telah melalui pembuktian yang dapat dipertanggungjawabkan dan ternyata memang ditemukan bukti bahwa saya telah melanggar pernyataan ini, maka saya siap dikenai sanksi berdasarkan aturan yang berlaku di Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Ar-Raniry Banda Aceh.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sesungguhnya dan tanpa paksaan dari pihak manapun.

Banda Aceh, 26 Juli 2021
Yang Menyatakan,



Fahmi

ABSTRAK

Nama : Fahmi
NIM : 150704034
Program Studi : Kimia
Judul : Analisis Residu Pestisida Pada Beras Tangse Kabupaten Pidie Menggunakan Metode Kromatografi Gas – *Electron Capture Detector* (ECD).
Tebal Skripsi : 55
Pembimbing I : Muammar Yulian, M.Si
Pembimbing II : Muhammad Ridwan Harahap, M.Si
Kata Kunci : Kromatografi Gas, *Electron Capture Detector* (ECD), Bifentrin, Deltametrin, Beras Tangse.

Pestisida merupakan bahan kimia yang lazim digunakan oleh petani untuk mengatasi hama pada tumbuhan padi. Salah satu metode pengujian terhadap residu pestisida adalah menggunakan kromatografi. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan kadar residu pestisida bifentrin dan deltametrin pada beras Tangse dan memvalidasi metode analisis yang digunakan. Sampel beras diambil dari salah satu pasar yang berada di Kecamatan Tangse, dan *digrinder* sampai halus. Sampel bubuk kemudian dipreparasi dengan menggunakan metode QuEChERS dan dianalisis dengan GC-ECD. Metode ini linear pada rentang konsentrasi 0,05 – 0,35 $\mu\text{g/mL}$ dengan koefisien korelasi sebesar 0,9975 $\mu\text{g/mL}$ untuk bifentrin dan 0,9999 $\mu\text{g/mL}$ untuk deltametrin. Metode ini sangat akurat dengan nilai *recovery* yang diukur pada rentang konsentrasi yang di *spike* antara 0,01 – 0,10 $\mu\text{g/mL}$ adalah sebesar 75,90% – 85,40% untuk bifentrin dan 78,18% – 108,09% untuk deltametrin. Hasil pengukuran sangat presisi dengan nilai standar deviasi relative sebesar 1,39% – 4,88% untuk bifentrin dan 2,58% – 3,88% untuk deltametrin. Kemampuan instrument GC ECD sangat sensitif dengan nilai limit deteksi sebesar 0,0196 $\mu\text{g/mL}$ untuk bifentrin dan 0,0040 $\mu\text{g/mL}$ untuk deltametrin, serta nilai limit kuantifikasi sebesar 0,0595 $\mu\text{g/mL}$ untuk bifentrin dan 0,0120 $\mu\text{g/mL}$ untuk deltametrin. Metode ini telah di aplikasikan untuk menentukan kadar residu pestisida pada beras Tangse. Hasil analisis menunjukkan adanya kadar residu pestisida bifentrin sebesar 0,0442 mg/kg, sedangkan residu pestisida deltametrin tidak terdeteksi. Kadar residu pestisida bifentrin dan deltametrin pada beras Tangse masih memenuhi baku mutu SNI 7313 : 2008 dengan kadar bifentrin $\leq 0,05$ mg/kg dan deltametrin ≤ 1 mg/kg.

ABSTRACT

Name : Fahmi
NIM : 150704034
Study Program : Chemistry
Title : Analysis of Pesticide Residue in Tangse Rice, Pidie Regency Using Gas Chromatography – Electron Capture Detector (ECD) Method.
Thesis Thickness : 55
Advisor I : Muammar Yulian, M.Si
Advisor II : Muhammad Ridwan Harahap, M.Si
Keywords : Gas Chromatography, Electron Capture Detector (ECD), Bifentrin, Deltamethrin, Tangse Rice.

Pesticides are chemicals commonly used by farmers to treat pests in rice plants. One method of testing pesticide residues is using chromatography. This study aims to determine the residual levels of pesticide bifentrin and deltamethrin in Tangse rice and validate the analytical method used. Rice samples were taken from one of the markets in Tangse District, and grinded until smooth. The powder samples were then prepared using the QuEChERS method and analyzed by GC-ECD. This method is linear in the concentration range of 0.05 – 0.35 g/mL with a correlation coefficient of 0.9975 for bifentrin and 0.9999 for deltamethrin. This method is very accurate with the recovery value measured in the spiked concentration range between 0.01 – 0.10 g/mL is 75.90% – 85, 40% for bifentrin and 78.18% – 108.09% for deltamethrin. The measurement results are very precise with relative standard deviation values of 1.39% - 4.88% for bifentrin and 2.58% - 3.88% for deltamethrin. The ability of the GC ECD instrument is very sensitive with a detection limit value of 0.0196 g/mL for bifentrin and 0.0040 g/mL for deltamethrin, and a quantification limit value of 0.0595 g/mL for bifentrin and 0.0120 g/mL for deltamethrin. This method has been applied to determine the level of pesticide residues in Tangse rice. The results of the analysis showed that the pesticide residue level of bifentrin was 0.0442 mg/kg, while the pesticide residue of deltamethrin was not detected. Bifentrin and deltamethrin pesticide residue levels in Tangse rice still meet the quality standard of SNI 7313: 2008 with levels of bifentrin 0.05 mg/kg and deltamethrin 1 mg/kg.

KATA PENGANTAR

Puji syukur ke hadirat Allah SWT yang telah menganugerahkan Al-Qur'an sebagai petunjuk bagi seluruh manusia dan rahmat bagi segenap alam, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini. Shalawat dan salam tidak lupa pula penulis sampaikan kepada junjungan Nabi Besar Muhammad SAW beserta keluarganya, para sahabatnya dan seluruh umatnya yang selalu istiqamah hingga akhir zaman.

Adapun judul skripsi ini adalah “Analisis Residu Pestisida Pada Beras Tangse Kabupaten Pidie Menggunakan Metode Kromatografi Gas – *Electron Capture Detector* (ECD)”. Penulis menyusun skripsi ini bermaksud untuk melengkapi dan memenuhi kewajiban sebagai syarat untuk memperoleh gelar sarjana di Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Ar-Raniry Banda Aceh.

Penulis dapat menyelesaikan skripsi ini berkat do'a, bimbingan, bantuan dan dukungan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis pada kesempatan ini ingin mengucapkan terima kasih yang setulus-tulusnya kepada :

1. Bapak Dr. Azhar Amsal, S.Pd., M. Pd., Selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Ar-Raniry.
2. Ibu Khairun Nisah, M. Si., selaku dosen pembimbing akademik dan ketua Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Ar-Raniry.
3. Bapak Muammar Yulian, M.Si., selaku dosen pembimbing I, dan Bapak Ridwan Harahap, M.Si., selaku dosen pembimbing II yang telah membimbing penulis dalam penyelesaian Tugas Akhir ini.
4. Seluruh Bapak dan Ibu dosen, Staf dan Asisten Laboratorium Prodi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Ar-Raniry yang telah mengajar dan membekali ilmu kepada penulis sejak semester awal hingga semester akhir.
5. Bapak Muhammad Yusuf, S.Si. dari UPTD. Laboratorium Keamanan Pangan Dinas Pangan Provinsi Aceh yang telah memberikan saran dan masukan dalam penyelesaian Tugas Akhir ini.

6. Orang tua dan keluarga yang telah memberikan dukungan dan untaian do'anya selama ini.
7. Semua teman-teman seperjuangan angkatan 2015 yang telah memberikan dukungan dan motivasi kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari kata kesempurnaan, untuk itu penulis mengharapkan kritik dan saran terhadap penulisannya, sehingga dapat disempurnakan nantinya. Penulis berharap semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi pembaca dan bermanfaat dalam mengembangkan ilmu pengetahuan. Akhir kata penulis ingin mengucapkan terimakasih dan semoga Allah SWT memberikan amal jariyah atas semua kebaikan serta dukungan dari berbagai pihak yang telah banyak membantu penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.

Banda Aceh, 26 Juli 2021

Penulis,

Fahmi



DAFTAR ISI

LEMBAR PERSETUJUAN SKRIPSI	i
LEMBAR PENGESAHAN PENGUJI SKRIPSI	ii
LEMBAR PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	4
1.3 Tujuan Penelitian.....	4
1.4 Manfaat Penelitian.....	4
1.5 Batasan Masalah.....	4
BAB II LANDASAN TEORITIS	6
2.1 Beras.....	6
2.2 Varietas Padi.....	7
2.3 Hama dan Penyakit Pada Tumbuhan Padi.....	8
2.4 Pestisida.....	10
2.4.1 Pengolongan Pestisida.....	10
2.4.2 Batas Maksimum ResiduPestisida Pada Beras.....	11
2.4.3 Bifentrin.....	12
2.4.4 Deltamentrin.....	12
2.5 Kromatografi Gas.....	13
2.5.1 Kontrol dan Penyedia Gas (Fase Gerak).....	13
2.5.2 Sistem Penginjeksi Sampel.....	14
2.5.3 Kolom.....	14
2.5.4 Fase Diam.....	15
2.5.5 Termostat dan Suhu Kolom.....	16
2.5.6 Detektor.....	16
2.5.7 Penyaji-Data.....	17
2.6 Validasi Metode Analisis.....	17
2.6.1 Selektivitas.....	19
2.6.2 Linearitas.....	20
2.6.3 Batas Deteksi dan Batas Kuantifikasi.....	20
2.6.4 Akurasi.....	20
2.6.5 Presisi.....	21
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	22
3.1 Tempat dan Waktu.....	22
3.2 Pengambilan Sampel.....	22

3.3	Alat dan Bahan	22
3.3.1	Alat	22
3.3.2	Bahan	22
3.4	Cara Kerja	22
3.4.1	Penyiapan Larutan	22
3.4.2	Validasi Metode Analisis	24
3.4.3	Pemeriksaan Residu Pestisida Pada Sampel	26
BAB VI HASIL DAN PEMBAHASAN.....		28
4.1	Validasi Metode Analisis	28
4.1.2	Selektivitas	28
4.1.2	Linearitas	29
4.1.3	Batas deteksi (<i>Limit of Detection/LoD</i>) dan Batas Kuantifikasi (<i>Limit of Quantification/LoQ</i>)	30
4.1.4	Presisi	31
4.1.5	Akurasi	31
4.2	Analisis Residu Pestisida	32
4.2.1	Preparasi Sampel	32
4.2.2	Analisis residu bifentrin dan deltametrin	32
BAB V KESIMPULAN.....		35
5.1	Kesimpulan	35
5.2	Saran	35
DAFTAR PUSTAKA.....		37
LAMPIRAN.....		41

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Klasifikasi beras	6
Tabel 2.2	Komposisi zat gizi beras putih per 100 gram	7
Tabel 2.3	Varietas padi IR 64.....	7
Tabel 2.4	Pengelompokkan pestisida berdasarkan targetnya	11
Tabel 2.5	Pengelompokkan pestisida berdasarkan struktur senyawanya	11
Tabel 2.6	Batas maksimum residu (BMR).....	12
Tabel 2.7	Detektor yang digunakan pada kromatografi gas	17
Tabel 2.8	Parameter validasi metode analisis menurut USP.....	19
Tabel 3.1	Preparasi sampel untuk uji presisi.....	25
Tabel 3.2	Preparasi <i>spiked-sample</i> untuk uji akurasi	26
Tabel 4.1	Faktor selektivitas	28
Tabel 4.2	Waktu retensi.....	28
Tabel 4.3	Linearitas	30
Tabel 4.4	LoD dan LoQ	31
Tabel 4.5	Presisi	31
Tabel 4.6	Akurasi	32
Tabel 4.7	Hasil perhitungan <i>blank</i> dan <i>spiked-sample</i> terhadap standar Bifentrin	34
Tabel 4.8	Hasil perhitungan <i>blank</i> dan <i>spiked-sample</i> terhadap standar Deltametrin.....	34

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur senyawa bifentrin.....	12
Gambar 2.2 Struktur senyawa deltametrin	13
Gambar 2.3 Kromatografi gas	14
Gambar 4.1 Kromatogram uji selektivitas.....	29
Gambar 4.2 Kurva kalibrasi bifentrin.....	29
Gambar 4.3 Kurva kalibrasi deltametrin	30
Gambar 4.4 Kromatogram <i>blank-sample</i>	33
Gambar 4.5 Kromatogram <i>spike-sample</i>	33



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Lokasi pengambilan sampel	43
Lampiran 2	Alur prosedur kerja	43
Lampiran 3	Perhitungan penyiapan larutan stok.....	45
Lampiran 4	Perhitungan penyiapan larutan standar.....	45
Lampiran 5	Perhitungan pembuatan standar campuran 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ dan 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$	46
Lampiran 6	Perhitungan untuk pembuatan deret kurva kalibrasi	46
Lampiran 7	Perhitungan konsentrasi standar dalam deret kurva kalibrasi ..	47
Lampiran 8	Gambar kromatogram deret kurva kalibrasi	49
Lampiran 9	Perhitungan <i>blank-sample</i> dan <i>spiked-sample</i> terhadap standar.....	52
Lampiran 10	Perhitungan LoD dan LoQ	52
Lampiran 11	Hasil uji <i>recovery</i>	54
Lampiran 12	Hasil uji presisi	56
Lampiran 13	Surat izin penelitian dari dinas pangan	58

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Pangan, terutama beras mempunyai peranan yang sangat penting bagi masyarakat Indonesia. Beras yang diolah menjadi nasi merupakan makanan terpenting bagi sebagian besar penduduk Indonesia, bahkan menjadi makanan pokok bagi sebagian penduduk dunia. *Data The Internasional Rice Research Intitute (IRRI)* dan *The Food and Agriculture Organization of the United Naations (FAO)* sejak tahun 1994 – 2013 menunjukkan bahwa lebih dari 50% penduduk dunia mengkonsumsi beras (Global Rice Science Partnership, 2013). Bagi penduduk Indonesia, data Survei Sosial Ekonomi Nasional (SUSENAS) dan Badan Pusat Statistik pada tahun 2019 menunjukkan lebih dari 90% penduduk Indonesia bergantung dan menjadikan beras sebagai bahan pangan utama (Kariyasa, 2019). Beras masih dianggap sebagai komoditi yang paling sesuai untuk mencukupi kebutuhan zat gizi terutama karbohidrat sebagai sumber energi utama (Andina, 2015).

Provinsi Aceh merupakan salah satu provinsi penghasil beras di Indonesia. Salah satu beras hasil produksi dari provinsi Aceh yaitu beras Tangse. Beras Tangse merupakan beras yang berasal dari pegunungan Tangse Kabupaten Pidie yang berkualitas baik sehingga menjadi pilihan utama masyarakat Aceh. Beras Tangse memiliki keunggulan rasa nasi yang pulen, sehingga dikenal dengan sebutan “Si Cantik Manis” (Mirza, 2015). Produksi beras di Aceh berdasarkan data dari Badan Pusat Statistik Provinsi Aceh menyatakan bahwa produksi beras di tahun 2019 mengalami penurunan sebanyak 84,32 ribu ton atau 7,9% dibandingkan tahun 2018 (Badan Pusat Statistik Provinsi Aceh, 2020). Peningkatan produksi beras terus diupayakan untuk mengimbangi kenaikan konsumsi mengingat pertumbuhan jumlah penduduk Indonesia yang tinggi. Salah satu upaya untuk meningkatkan produksi padi yaitu dengan menggunakan pestisida. Penggunaan pestisida kimia mampu mengatasi permasalahan organisme pengganggu (hama) dan penyakit (Suparti, 2016). Berdasarkan data kementerian pertanian, di Indonesia pestisida yang terdaftar mengalami peningkatan dari 3.005

Pada tahun 2014 menjadi 3.207 pada tahun 2016. Peningkatan tersebut sesuai dengan meningkatnya penggunaan pestisida di kalangan petani. Dari segi merek dagang ada sekitar 26 merek golongan piretroid yang dominan dipilih oleh petani, diikuti golongan organofosfat 10 merek dagang, golongan karbamat 6 merek dagang, golongan neristoksin 2 merek dagang, sedangkan golongan pirol dan avemetin masing-masing 1 merek dagang (Zubaeda, 2019).

Penggunaan pestisida mampu mendongkrak hasil panen yang diperoleh, namun penggunaan pestisida yang berlebihan dapat mencemari lingkungan dan meninggalkan residu pestisida pada produk pertanian yang dihasilkan, sehingga menimbulkan masalah kesehatan (Nurjannah, 2015). Paparan terhadap residu pestisida kimia sintetik telah banyak dikaitkan terhadap penurunan kualitas hidup masyarakat. Salah satunya adalah peningkatan risiko penyakit neurodegeneratif (Koureas *et al.*, 2012) dan gangguan pembentukan sistem saraf janin (Muñoz-Quezada *et al.*, 2013). Penelitian yang dilakukan oleh Requena juga memperlihatkan korelasi yang berbanding-lurus antara tingkat paparan residu pestisida dengan risiko terjadinya epilepsy (Navarro *et al.*, 2018). Selain gangguan neurologis, studi epidemiologi yang dilakukan oleh Georgiadis (Georgiadis *et al.*, 2018) memperlihatkan bahwa pestisida memiliki efek kardi toksik yang dikuatkan dengan berbagai studi *in vitro* (Mills *et al.*, 2009). Berbagai bukti tersebut, jelas memperlihatkan bahwa residu pestisida memiliki efek yang tidak baik bagi kesehatan (Hertz-picciotto *et al.*, 2018). Menurut *World Health Organization* (WHO) memperkirakan setiap tahun terjadi 1-5 juta kasus keracunan pestisida pada pekerjaan pertanian dengan tingkat kematian 220.000 korban jiwa (Zubaeda, 2019).

Penelitian Andina (2015) pada beras varietas siam unus di Kalimantan Selatan menggunakan metode kromatografi gas menunjukkan tidak adanya residu pestisida endosulfan, endrin, dieldrin, aldrin, dan heptaklor dalam sampel beras unus. Dimana senyawa tersebut memiliki nilai Batas Maksimum Residu (BMR) yang ditetapkan oleh menteri kesehatan dan menteri pertanian nomor 881/MENKES/SKB/VIII/1996 yaitu 1 mg/kg (endosulfan), 0,02 mg/kg (endrin), 0,02 mg/kg (dieldrin), 0,02 mg/kg (aldrin), dan 0,02 mg/kg (heptaklor). Dan penelitian Susilowati (2006) pada beras C₄ yang dijual di pasar di Kecamatan

Ngaglik Kabupaten Sleman Yogyakarta menunjukkan adanya residu pestisida sipermetrin dari pasar Gentain 0,07 ppm dan pada pasar Rejodani 0,05 ppm. Dari kedua pasar menunjukkan bahwa kadar yang diperoleh masih dibawah Batas Maksimum Residu (BMR) yang diperbolehkan oleh menteri kesehatan yaitu 5 ppm.

Pestisida yang sering digunakan oleh petani adalah golongan piretroid. Piretroid terdiri dari bahan aktif alfametrin, bifentrin, deltametrin, fenvalerat, lambda sihalotrin, permetrin, dan sipermetrin. Pestisida golongan piretroid sering digunakan oleh petani dikarenakan harga yang relatif murah serta efektif untuk mengendalikan sebagian besar hama dan mempunyai sifat stabil bila terkena sinar matahari (Hudayya, 2012). Hasil dari observasi dan survey awal juga menunjukkan adanya produk pestisida golongan piretroid dengan bahan aktif bifentrin dan deltametrin yang dipasarkan di Tangse Kabupate Pidie.

Pada penelitian ini, analisis kandungan residu pestisida pada beras Tangse di adaptasi dari *Association of Official Agricultural Chemists (AOAC) Official Method 2007.01* dan *Europa National (EN) 15662:2008* yang dipadukan dengan SANTE/11813/2017 sebagai panduan validasinya. Instrumen yang digunakan adalah kromatografi gas yang dilengkapi detektor penangkap elektron (*Electron Capture Detector, ECD*) dan memiliki sensitivitas terhadap senyawa piretroid (bifentrin dan deltametrin). Preparasi sampel dilakukan dengan menggunakan metode QuEChERS (*Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged, and Safe*) (Anastassiades *et al.*, 2014). QuEChERS merupakan metode ekstraksi yang sederhana dan efektif untuk pestisida dalam buah-buahan dan sayur-sayuran menggunakan pelarut asetonitril dan purifikasi menggunakan *dispersive solid phase extraction (d-SPE)* serta dikombinasikan dengan metode *clean-up* (Nazmatullaila, 2015).

Berdasarkan uraian latar belakang terkait adanya kebiasaan penggunaan pestisida pada tanaman padi dan dampak residu pestisida yang berbahaya bagi kesehatan, maka perlu dilakukan penelitian serta kajian tentang Analisis Residu Pestisida Pada Beras Tangse.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian latar belakang diatas, rumusuan masalah penelitian ini adalah:

1. Apakah terdapat residu pestisida bifentrin dan deltametrin dalam beras Tangse Kabupaten Pidie ?
2. Berapa kadar residu pestisida bifentrin dan deltametrin yang terdapat dalam beras Tangse Kabupaten Pidie ?
3. Bagaimana metode validasi analisa residu bifentrin dan deltametrin dalam beras Tangse Kabupaten Pidie ?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Untuk mengetahui kandungan residu pestisida bifentrin dan deltametrin dalam beras Tangse Kabupaten Pidie.
2. Untuk menentukan kadar residu pestisida bifentrin dan deltametrin yang terdapat dalam beras Tangse Kabupaten Pidie.
3. Melakukan metode validasi terhadap residu pestisida bifentrin dan deltametrin dalam beras Tangse Kabupaten Pidie.

1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat yang dapat diperoleh dari penelitian ini adalah:

1. Sebagai sumber informasi kepada masyarakat terhadap produk beras Tangse Kabupaten Pidie bagi konsumen.
2. Menjadi dasar pertimbangan untuk melakukan pengawasan yang lebih baik terhadap penggunaan residu pestisida pada beras.
3. Sebagai sumber data bagi peneliti lainnya yang tertarik untuk menganalisa kandungan residu pestisida pada beras.

1.5 Batasan Masalah

Adapun batasan masalah dalam penelitian ini difokuskan pada:

1. Analisis residu pestisida hanya dilakukan pada bifentrin dan deltametrin.

2. Pengambilan sampel dilakukan langsung dari salah satu pabrik penghasil beras yang berada di Tangse Kabupaten Pidie.
3. Analisis residu pestisida bifentrin dan deltametrin hanya dilakukan menggunakan instrumen kromatografi gas dengan detektor ECD (*Elektron Capture Detector*).



BAB II LANDASAN TEORITIS

2.1 Beras

Kata “beras” mengacu pada bagian butir padi (gabah) yang telah dipisah dari kulitnya (sekam). Sekam secara anatomi disebut ‘palea’ (bagian yang ditutupi) dan ‘lemma’ (bagian yang menutupi). Pada salah satu tahap pemrosesan hasil panen padi yaitu dengan cara digiling atau disoroh menggunakan alat pengupas dan pengiling serta alat penyosoh sehingga bagian luarnya (kulit gabah) terlepas dari isinya (Dini *et al.*, 2014). Bagian isi umumnya berwarna putih, kemerahan, ungu bahkan hitam, yang disebut dengan beras. Berikut ini adalah klasifikasi dari beras.

Tabel 2.1 Klasifikasi beras.

Klasifikasi	
Kerajaan	<i>Plantae</i>
Divisi	<i>Spermatophyta</i>
Kelas	<i>Monocotyledons</i>
Bangsa	<i>Cyperales</i>
Suku	<i>Poaceae</i>
Marga	<i>Oryza L</i>
Jenis	<i>Oryza sativa L</i>

Sumber : <http://plants.usda.gov>

Beras merupakan salah satu komoditas penting dalam sendi kehidupan sosial ekonomi masyarakat Indonesia. Posisi komoditas beras bagi sebagian penduduk Indonesia adalah sebagai makanan pokok karena hampir seluruh penduduk Indonesia membutuhkan beras. Beras putih merupakan salah satu beras yang sering di jumpai di pasaran dan di konsumsi oleh masyarakat Indonesia sebagai makanan pokok dikarenakan mengandung nilai gizi yang cukup tinggi (Ikhsan, 2018). Komposisi zat gizi beras putih dapat dilihat pada Tabel 2.2.

Tabel 2.2 Komposisi zat gizi beras putih per 100 gram (Nuryani, 2013).

Komposisi	Kadar
Kalori	232 mg
Protein	4,10 g
Karbohidrat	49,6 g
Lemak	0,205 g
Serat	0,74 g
Thiamin (B1)	0,176 mg
Riboflavin (B2)	0,021 mg
Niacin (B3)	2,050 mg
Vitamin B6	0,103 mg
Folat	4,1 mcg
Vitamin E	0,462 mg
Magnesium	22,6 g
Posfor	57,4 mg
Potasium	57,4 mg
Selenium	19 mg
Zink	0,841 mg
Besi	0,5 mg

Kualitas beras merupakan faktor dominan dari suatu beras. Kualitas beras meliputi persentase berat beras kepala, kadar amilosa dan kualitas nasi antara lain rasa nasi, tekstur nasi dan aroma nasi. Beras dari varietas padi yang berbeda akan berbeda kualitasnya, begitu pula cara budidaya padi juga sangat berpengaruh terhadap kualitas beras yang dihasilkan (Aziez *et al.*, 2016).

2.2 Varietas Padi

Varietas padi yang sangat sering digunakan oleh masyarakat adalah jenis IR 64. Sampel jenis ini memiliki warna beras putih semua. Penjelasan padi jenis IR 64 dapat di lihat pada Tabel 2.3.

Tabel 2.3 Varietas padi IR 64 (Suprihatno *et al.*, 2009).

IR 64	
Nomor seleksi	IR18348-36-3-3
Asal persilangan	IR5657/IR2061
Golongan	Cere
Umur tanaman	110 - 120 hari
Bentuk tanaman	Tegak
Tinggi tanaman	115 – 126 cm
Anakan produktif	20 - 35 batang
Warna kaki	Hijau

Warna batang	Hijau
Warna telinga daun	Tidak berwarna
Warna lidah daun	Tidak berwarna
Warna daun	Hijau
Muka daun	Kasar
Posisi daun	Tegak
Daun bendera	Tegak
Bentuk gabah	Ramping, panjang
Warna gabah	Kuning bersih
Kerontokan	Tahan
Kerebahan	Tahan
Tekstur nasi	Pulen
Kadar amilosa	23%
Indeks Glikemik	70
Bobot 1000 butir	24,1 g
Rata-rata hasil	5,0 t/ha
Potensi hasil	6,0 t/ha
Ketahanan terhadap Hama Penyakit	<ul style="list-style-type: none"> • Tahan wereng coklat biotipe 1, 2 dan agak tahan wereng coklat biotipe 3 • Agak tahan hawar daun bakteri strain IV • Tahan virus kerdil rumput
Anjuran tanam	Baik ditanam di lahan sawah irigasi dataran rendah sampai sedang
Pemulia	Introduksi dari IRRI
Dilepas tahun	1986

2.3 Hama dan Penyakit Pada Tumbuhan Padi

Hama dan Penyakit merupakan organisme yang mengganggu tanaman budidaya sehingga pertumbuhan dan perkembangan tanaman padi menjadi terhambat. Hama dan penyakit pada tanaman padi sangat beragam, di samping faktor lingkungan (curah hujan, suhu, dan musim) yang sangat berpengaruh terhadap produksi padi (Badan Ketahanan Pangan dan Penyuluh Pertanian Aceh, 2009). Terdapat berbagai macam jenis hama pada tanaman padi, yaitu :

1. Ulat penggerek (*Scahnobius Bipunctifer*)

Penggerek batang merupakan hama tanaman padi yang sering menimbulkan kerusakan berat dan menurunkan hasil panen yang tinggi. Kehadiran hama ini di tandai dengan adanya ngengat (kupu-kupu), kematian tunas padi, kematian malai dan adanya ulat (larva). Ulat ini dapat merusak tanaman pada semua fase pertumbuhan, baik pada saat

pembibitan, fase anakan, maupun fase berbunga. Bila serangan terjadi pada fase pembibitan sampai fase anakan, hama tersebut biasanya disebut sundep dan jika terjadi pada saat tanaman berbunga maka disebut beluk. Gangguan dan kerusakan pada tanaman padi, terutama pada daerah pegunungan biasanya daya perusak tertuju pada bagian-bagian pucuk tanaman sehingga menyebabkan tumbuhan padi menjadi mati (Astria *et al.*, 2017).

2. Hama putih palsu (*Leaffolder*)

Hama putih palsu jarang menjadi hama utama untuk tanaman padi. Serangan menjadi berarti bila kerusakan daun pada anakan maksimum dan fase pematangan mencapai $\geq 50\%$. Kerusakan akibat serangan hama putih palsu dapat terlihat ketika adanya warna putih pada permukaan daun tanaman padi. Larva memakan jaringan hijau daun dari dalam lipatan daun dan meninggalkan permukaan bawah daun yang berwarna putih (Apan *et al.*, 2005).

Tanda pertama adanya serangan hama putih palsu adalah kehadiran ngengat yang berwarna kuning kecoklatan yang memiliki 3 buah pita hitam dengan garis lengkap atau terputus pada bagian sayap depan. Penanganan hama ini dapat di cegah dengan perawatan tanaman padi yang baik dan penggunaan insektisida (jika diperlukan) (Apan *et al.*, 2005).

3. Tikus (*Rat*)

Tikus mampu merusak tanaman padi pada semua fase, mulai dari pembenihan hingga panen, bahkan sampai pada penyimpanan. Tikus menyerang padi pada malam hari dan pada siang hari, tikus bersembunyi dalam sarangnya di tanggul-tanggul irigasi, jalan sawah, pematang, dan daerah perkampungan dekat sawah (Astria *et al.*, 2017).

4. Blas (*Blast*)

Penyakit blas dikenal sebagai salah satu kendala utama pada padi gogo. Penyakit ini mampu menurunkan hasil panen yang sangat besar. Penyakit ini disebabkan oleh pathogen *pyricularia griseae*. Penyakit blas menimbulkan dua gejala khas yaitu blas daun dan blas leher. Blas daun

merupakan bercak coklat kehitaman, berbentuk belah ketupat dengan pusat bercak berwarna putih. Sedangkan blas leher berupa bercak coklat kehitaman pada pangkal leher dapat mengakibatkan leher malai tidak mampu menopang malai dan patah (Astria *et al.*, 2017).

2.4 Pestisida

Pestisida menurut WHO adalah senyawa kimia yang digunakan untuk membunuh hama dan berbagai vektor penyakit. Hama merupakan istilah umum dalam pertanian, yang meliputi segala macam organisme (tikus, serangga, jamur dan gulma) yang dapat mengganggu pertumbuhan tanaman. Masyarakat juga banyak menggunakan pestisida untuk membasmi vektor-vektor penyakit seperti nyamuk, lalat, dan kutu. Bagi organisme target, senyawa pestisida adalah racun yang mematikan. Namun potensi toksisitas dari pestisida, juga dapat terlihat pada organisme non-target. Berbagai penelitian telah menunjukkan bahwa akumulasi pestisida dalam tubuh menimbulkan efek samping yang buruk bagi kesehatan (Koureas *et al.*, 2012).

2.4.1 Pengolongan Pestisida

Institute of Food and Agricultural Sciences (IFAS) University of Florida menyebutkan bahwa pestisida dapat dikelompokkan berdasarkan kegunaannya, seperti insektisida, herbisida, acarisida, moluskisida, dan lain-lain. Namun, pengelompokan tersebut tidaklah mutlak, dikarenakan adanya senyawa pestisida yang penggunaannya melebihi dari satu organisme target. Contohnya adalah *Methiocarb* yang dapat digunakan sebagai acarisida, insektisida, dan moluskisida. *2,4-D* (Baca: *Two-Four-D*) awalnya merupakan *plant-growth regulator*, namun juga seringkali digunakan sebagai herbisida untuk menghambat pertumbuhan gulma. Senyawa atraktan dan *repellant* juga dapat dimanfaatkan sebagai pestisida, dikarenakan memiliki kemampuan pengontrol-hama. Selain itu, penggolongan senyawa pestisida juga dapat dilakukan berdasarkan strukturnya (Fishel, 2018). Pengelompokan pestisida yang lebih lengkap dapat diamati pada Tabel 2.4 dan Tabel 2.5 di bawah ini.

Tabel 2.4 Pengelompokan pestisida berdasarkan targetnya (Fishel, 2014).

Kelas Pestisida	Target	Contoh
Acarisida	Kutu	Bifenazate
Algasida	Alga	Tembaga Sulfat
Atraktan	Atraktan	Feromon
Avisida	Burung	Avitrol
Bakterisida	Bakteri	streptosimin
Pengumpan	Berbagai organisme	Antikoagulan
Biopepetisida	Berbagai organisme	<i>Bacillus thuringiensis</i>
<i>Defoliant</i>	Tumbuhan	Tribofus
<i>Desiccant</i>	Menyerap air	Asam borat
Fumigan	Berbagai organisme	<i>Alumunium phosphide</i>
Fungisida	Fungi	<i>Chlorothalonil</i>
Herbisida	Gulma	Atrazine, <i>glyphoside</i> , 2,4-D
<i>Insect-growth regulator</i>	Serangga	Diflubenzuron
Insektisida	Serangga	Karbaril, Imidakloprid
Moluskisida	Keong	Metaldehid
Nematisida	Nematode	Ethoprop
Piscisida	Ikan	Rotenone
<i>plant-growth regulator</i>	Tumbuhan	Asam giberelat, 2,4-D
Predasida	Mamalia predator	striknin
repellant	Vertebrata & Invertebrata	DEET, Methiocarb
Rodentisida	Rodensia	Warfarin
Silvisida	Pepohonan	Tebuthiuron
Termitisida	Termit	Fipronil

Tabel 2.5 Pengelompokan pestisida berdasarkan struktur senyawanya.

Kelas Pestisida	Contoh
Organofosfat	Metidation, klorpirifos, diazinon
Organoklorin	Aldrin, diedtrin, DDT
Karbamat	Benomil, karbaril, oksamil
Piretroid	Permetrin, sipermetrin, deltametrin, bifentrin
Triazol	Enilkonazol, heksakonazol, tebukonazol

2.4.2 Batas Maksimum Residu Pestisida Pada Beras

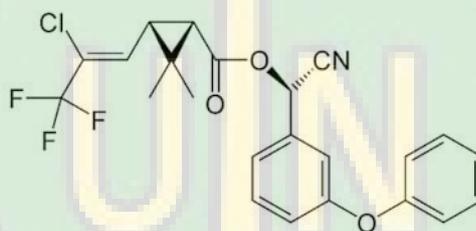
Batas maksimum residu adalah konsentrasi maksimum residu pestisida yang secara hukum diizinkan sebagai konsentrasi yang dapat diterima pada hasil pertanian yang dinyatakan dalam miligram residu pestisida per kilogram hasil pertanian. Setiap negara memiliki panduan batas maksimum residu yang berbeda-beda (Badan Standarisasi Nasional, 2007). Batas maksimum residu pestisida yang akan dianalisis terhimpun dalam Tabel 2.6 di bawah ini.

Tabel 2.6 Batas maksimum residu (BMR) (Badan Standarisasi Nasional, 2008).

Jenis Pestisida	BMR (mg/kg)
Bifentrin	0,05
Deltametrin	1

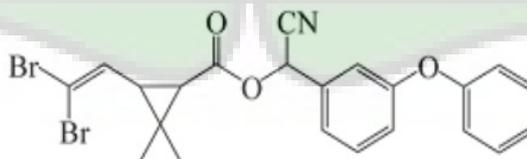
2.4.3 Bifentrin

Bifentrin merupakan insektisida sintesis golongan piretroid dan akarisisida yang mempengaruhi sistem saraf pusat dan paralisis pada serangga. Senyawa ini memiliki rumus molekul $C_{23}H_{22}ClF_3O_2$. Bifentrin biasa diperdagangkan dengan nama talsar, bifentrin, *Brigade*, *Capture*, FMC 54800, OMS3024, *Torant* dan *Zipac*. Struktur senyawa ini dapat dilihat pada Gambar 2.1.

**Gambar 2.1** Struktur senyawa bifentrin (Styarini, 2012).

2.4.4 Deltamentrin

Deltametrin adalah insektisida piretroid sintetik dan salah satu insektisida yang digunakan secara luas dengan rumus molekul $C_{22}H_{19}Br_2NO_3$. Insektisida ini banyak ditemukan dipasaran termasuk di Indonesia dengan merk dan bentuk produk yang beraneka ragam. Insektisida delmamentrin dilaporkan dapat menimbulkan kejang, ataksia, dermamitis, diare, tremor dan muntah (Nazmatullaila, 2015). Struktur senyawa ini dapat dilihat pada Gambar 2.2.

**Gambar 2.2** Struktur senyawa deltametrin (Hadi *et al.*, 2013).

2.5 Kromatografi Gas

Kromatografi gas merupakan suatu teknik pemisahan senyawa yang menggunakan gas sebagai fase geraknya (Ettre, 1993). Berdasarkan fase diam yang digunakan, terdapat dua jenis teknik kromatografi gas yaitu kromatografi gas-cair dan kromatografi gas-padat. Kromatografi gas-cair menggunakan fase diam berupa cairan, sedangkan kromatografi gas-padat menggunakan zat padat sebagai fase diamnya. Senyawa yang dapat dianalisis dengan menggunakan kromatografi gas harus dapat menguap pada suhu sistem kromatografi dan tidak mengalami dekomposisi saat terjadinya penguapan tersebut. Kriteria tersebut didasari oleh prinsip dari kromatografi gas yaitu volatilisasi sampel dalam *inlet injector* yang dilanjutkan dengan pemisahan komponen-komponen sampel dalam campuran serta pendeteksian tiap komponen dengan detektor (Rohman, 2009). Instrumen kromatografi gas dapat dilihat pada Gambar 2.3 di bawah ini.



Gambar 2.3 Kromatografi gas (Dokumen pribadi).

2.5.1 Kontrol dan Penyedia Gas (Fase Gerak)

Fase gerak pada sistem kromatografi gas yaitu suatu gas pembawa yang dapat membawa *solute* ke dalam kolom, karenanya gas pembawa tidak berpengaruh pada selektifitas. Syarat gas pembawa ialah tidak reaktif, murni, dan dapat disimpan dalam tangki bertekanan tinggi. Kemurnian dari gas sampel mempengaruhi sensitifitas detektor. Umumnya, kemurnian dari gas pembawa yang digunakan ialah lebih dari 99.995% atau berada pada grade 5. Grade

tertinggi dari kemurnian gas pembawa adalah 6. Contoh gas pembawa yang sering kali digunakan dalam analisis kromatografi adalah hidrogen, nitrogen, dan argon (Rohman, 2009).

2.5.2 Sistem Penginjeksi Sampel

Penginjeksian sampel dilakukan melalui ruang suntik sampel. Ruang suntik sampel tersusun atas injektor berupa jarum semprit (*syringe*) yang dilengkapi dengan karet pengaman (*septum*). Volume cairan yang diinjeksikan biasanya antara 0.1-3.0 μL tergantung kepada ukuran dari semprit yang digunakan. Komponen-komponen sistem penginjeksi-sampel tersebut tersedia di pasaran dengan berbagai ukuran sehingga dapat dimodifikasi sesuai kebutuhan (Rohman, 2009). Berdasarkan teknik yang digunakan, mekanisme penginjeksian dibedakan menjadi 4, yaitu teknik injeksi langsung (*direct injection*), teknik injeksi terpecah (*split injection*), teknik injeksi tanpa pemecahan (*splitless injection*), dan yang terakhir teknik injeksi langsung ke kolom (*on column injection*) (Permoni, 2016).

2.5.3 Kolom

Pemisahan sampel terjadi di dalam kolom yang di dalamnya terdapat fase diam (Ettre, 1993). Secara umum terdapat 2 jenis kolom kromatografi gas yaitu kolom kemas (*packing column*) dan kolom kapiler (*capillary column*). Kolom yang umum dipakai dalam sistem kromatografi gas ialah kolom kapiler, sebab kolom tersebut mempunyai efisiensi yang tinggi. Efisiensi kolom dilihat dari nilai N atau bilangan lempeng teoretis. Bilangan lempeng teoretis suatu kolom dapat ditingkatkan dengan cara memperpanjang kolom, memperkecil diameter dalam kolom, memperkecil ketebalan fase diam. Temperatur kolom, tipe dan kecepatan gas pembawa, serta sifat fisiko-kimia kolom dan fase diam juga memberi pengaruh terhadap efisiensi kolom. Kolom yang efisien akan menghasilkan *peak-width* yang lebih sempit dan waktu retensi yang lebih lama (Sparkman *et al.*, 2011).

Daya pisah (*resolution*) yang baik diperlihatkan oleh puncak-puncak kromatogram yang terpisah secara sempurna dengan sedikit atau tidak ada

tumpang siuh diantaranya. Daya pisah berkaitan erat dengan nilai faktor retensi analit-analit yang terdapat dalam sampel. Apabila dua atau lebih analit mempunyai nilai faktor retensi yang sama, maka pemisahan analit tersebut tidak mungkin dilakukan karena metode tersebut tidak selektif. Oleh karena itu, pemilihan fase diam dan fase gerak harus dilakukan sedemikian rupa agar tercapai metode yang selektif yang dapat memisahkan analit-analit dengan sempurna. Puncak yang asimetris akan menurunkan resolusi, batas deteksi, dan presisi. Simetrisitas puncak dapat dilihat dengan menghitung faktor pengekoran (*tailing factor*) (Rohman, 2009).

2.5.4 Fase Diam

Pemilihan fase diam bergantung kepada jenis sampel dan analit yang diukur. Polaritas dari sampel harus sesuai dengan polaritas fase diam untuk meningkatkan resolusi dan kemampuan dalam pemisahan. Contoh fase diam non polar adalah metil polisiloksan dan fenil 5%-metil polisiloksan 95%. Sementara itu, untuk fase diam semi polar mengandung metil polisiloksan dan fenil polisiloksan dengan komposisi 50:50. Fase diam polar yang banyak digunakan adalah polietilen glikol. Berbagai jenis fase diam tersebut beredar di pasaran dengan berbagai merek. Contoh untuk fase diam metil polisiloksan tersedia dengan nama HP-1, DB-1, SE-30, dan CPSIL-5. Sementara itu, untuk fase diam fenil 5%+ metil polisiloksan 95% tersedia dengan kode HP-5, DB-5, SE-52, dan CPSIL-8 (Rohman, 2009). Pemilihan fase diam berpengaruh terhadap retensi analit pada kolom. Identifikasi indeks retensi dari berbagai senyawa yang dilakukan dengan fase-fase diam yang berbeda telah dilakukan oleh Kovats (Kováts, 1958). Indeks retensi kovats dapat digunakan sebagai salah satu cara untuk mengidentifikasi waktu retensi senyawa tertentu. Selain itu, McReynolds juga berhasil merumuskan Konstanta McReynolds yang berguna untuk memilih fase diam yang dapat memisahkan senyawa-senyawa yang memiliki titik didih yang identik (McReynolds, 1970).

2.5.5 Termostat dan Suhu Kolom

Kolom kromatografi gas terdapat di dalam suatu ruangan yang temperaturnya dapat diatur sedemikian rupa dengan termostat. Suhu kolom berbanding lurus dengan kecepatan sampel di dalam kolom (Ettre, 1993). Namun, semakin cepat sampel bergerak dalam kolom, mengindikasikan bahwa interaksi sampel dengan fase diam sangat sedikit. Hal ini tentu akan mengurangi performa pemisahan. Oleh karena itu, suhu kolom merupakan suatu variabel yang penting untuk dapat meningkatkan performa pemisahan yang dilakukan (Ettre, 1993).

2.5.6 Detektor

Komponen utama selanjutnya dalam kromatografi gas adalah detektor. Detektor adalah suatu perangkat yang berfungsi mengubah sinyal-sinyal gas yang melewati ujung kolom menjadi sinyal-sinyal elektronik yang dapat dianalisa secara kualitatif maupun kuantitatif. Sinyal elektronik yang keluar melalui detektor memiliki relasi yang linier dengan konsentrasi dan kecepatan dari komponen-komponen analit dalam sampel. Sinyal tersebut diolah oleh sistem operasi komputer kemudian dihasilkan kromatogram sebagai gambaran pemisahan analit-analit dalam sampel (Rohman, 2009). Detektor dapat diklasifikasikan menjadi detektor universal dan detektor selektif. Detektor universal dapat mengukur semua jenis komponen sedangkan detektor selektif hanya dapat mengukur komponen-komponen tertentu dalam sampel yang memiliki karakter struktural yang spesifik (Cordero *et. al.*, 2012).

Detektor penangkap elektron (*elektron capture detector*) merupakan detektor yang dilengkapi dengan sumber radioaktif yaitu (^3H) atau nikel (^{63}Ni) yang menghasilkan partikel β . Partikel radioaktif ini bertubrukan dan meionisasi gas pembawa (*make up*) gas. Dasar kerja dari detektor ini adalah penangkapan elektron oleh senyawa yang memiliki afinitas terhadap elektron bebas, yaitu senyawa yang mempunyai unsur-unsur elektronegatif (Grob, 1995).

. Terdapat banyak jenis detektor lainnya berdasarkan jenis analit yang dapat dideteksinya. Detektor lainnya yang digunakan dalam kromatografi gas dapat dilihat pada Tabel 2.7.

Tabel 2.7 Detektor yang digunakan pada kromatografi gas (Rohman, 2009).

Jenis Detektor	Jenis sampel	Batas deteksi	Kecepatan alir gas pembawa (mL/menit)
Hantar panas	Senyawa umum	5 – 100 mg	15 – 30
Ionisasi nyala	hidrokarbon	10 – 100 pg	20 – 60
Penangkap elektron	Halogen organik	0,05 – 1 pg	30- 60
Nitrogen fosfor	Senyawa nitrogen dan fosfat organik	0,1 – 10 pg	20 – 40
Fotometri nyala	Senyawa sulfur dan fosfor	1 – 100 pg	20 – 40
Fotoionisasi	Senyawa yang terionisasi dengan UV	2 pg C/detik	30 – 40
Konduktivitas elektrolitik	Halogen, nitrogen, sulfur	0,5 pg C, 2 pg S, 4 pg N	20 – 40
Konduktivitas termal	Senyawa organik	-	10 – 20
<i>Fourier-Transform</i> infra merah	Senyawa organik	1000 pg	3 – 10
Selektif massa	Senyawa umum	10 pg – 10 ng	0,5 – 30

2.5.7 Penyaji-Data

Data analisis ditampilkan oleh detektor dalam bentuk kromatogram yang tersaji melalui monitor yang terintegrasi dengan sistem operasi komputer. Sistem operasi adalah suatu perangkat lunak yang terinstalasi dalam perangkat keras yang mengkoordinasi seluruh proses pengolahan data dan informasi dalam komputer. Komputer yang digunakan sebagai perangkat analisis laboratorium hendaknya tidak digunakan untuk keperluan lain, seperti bermain game. Fungsi komputer sebagai bagian dari perangkat kromatografi gas antara lain: memfasilitasi pengaturan parameter-parameter instrumen, melakukan perhitungan matematik-statistik, menampilkan, merekam serta menyimpan data (Rohman, 2009).

2.6 Validasi Metode Analisis

Validitas adalah indeks yang menunjukkan sejauh mana suatu alat pengukur atau metode analisis, telah sesuai dengan tujuan yang diinginkan. Validasi merupakan langkah yang penting dalam menentukan reliabilitas

(keandalan) dan reproduibilitas (keterulangan) suatu metode analisis untuk mengkonfirmasi bahwa metode tersebut cocok untuk diterapkan pada suatu kondisi tertentu (United States Pharmacopoeia, 2011). Tidak semua parameter validasi dibutuhkan untuk memverifikasi suatu metode. Hal ini bergantung kepada kategori metode analisis yang akan dilakukan.

United States Pharmacopoeia (USP) membagi metode analisis ke dalam empat kategori berdasarkan penggunaannya. Analisis kategori I adalah analisis yang dilakukan untuk menghitung komponen-komponen mayor dalam suatu produk. Penentuan batas deteksi dan batas kuantifikasi pada analisis ini tidak penting sebab komponen mayor dalam suatu produk umumnya memiliki konsentrasi yang relatif tinggi. Contoh analisis kategori I adalah analisis keseragaman kandungan atau kuantifikasi zat aktif primer dan sekunder.

Analisis kategori II bertujuan untuk mengidentifikasi dan menghitung zat-zat pengotor (*impurities*), yang dihasilkan dari bahan baku atau degradasi kimiawi antar bahan-bahan yang terjadi pada proses produksi suatu produk atau obat. Zat-zat pengotor tersebut biasanya terdapat dalam jumlah sekelumit, sebab konsentrasinya kurang dari 1% dari konsentrasi komponen mayor. Terdapat 2 jenis analisis kategori II yaitu analisis kuantitatif (*quantitative analysis*) dan pengujian batas (*limit tests*) (United States Pharmacopoeia, 2011).

Analisis kategori III mencakup berbagai metode yang dilakukan untuk menganalisis kinerja produk akhir. Uji disolusi, uji pelepasan obat, dan uji aktivitas merupakan metode-metode yang termasuk ke dalam kategori ini. Jenis kategori analisis terakhir, yaitu analisis kategori IV adalah berbagai metode yang digunakan untuk mengkarakterisasi atau mengidentifikasi suatu zat yang terdapat dalam suatu produk. Contoh metode yang termasuk ke dalam kategori ini adalah uji fitokimia, uji biokimia/enzimatik, dan uji spektra inframerah United States Pharmacopoeia, 2011). Tabel 2.8 merangkum parameter-parameter validasi yang dibutuhkan oleh setiap kategori analisis.

Tabel 2.8 Parameter validasi metode analisis (United States Pharmacopoeia, 2011).

Parameter validasi	Kategori 1	Kategori 2		Kategori 3	Kategori 4
		Analisa kuantitatif	Pengujian batas		
Akurasi	Ya	Ya	-	-	Tidak
Presisi	Ya	Ya	Tidak	Ya	Tidak
Spesifitas	Ya	Ya	Ya	-	Ya
Batas deteksi	Tidak	Tidak	Ya	-	Tidak
Batas kuantifikasi	Tidak	Ya	Tidak	-	Tidak
Linearitas	Ya	Ya	Tidak	-	Tidak
Kisaran	Ya	Ya	-	-	Tidak

Terdapat berbagai macam panduan untuk melakukan validasi metode analisis. SANTE/11813/2017 adalah panduan yang dikeluarkan oleh DG-SANTE (*Directorate General for Health and Food Safety* yang merupakan bagian dari Uni Eropa yang bertugas dalam pengambilan kebijakan dalam bidang keamanan pangan dan kesehatan. Lembaga lainnya seperti FDA (*Food and Drug Administration, US*), USP (*United States Pharmacopoeia*), ANVISA (*Agência Nacional de Vigilância Sanitária, Brazil*) juga mengeluarkan panduan serupa yang berlaku di negara masing-masing.

2.6.1 Selektivitas

Suatu metode disebut “spesifik” apabila memberikan respon hanya untuk satu analit, sedangkan istilah “selektif” berarti bahwa metode tersebut dapat memberikan respon untuk sejumlah analit dalam sampel yang dapat dibedakan satu sama lain. Dalam metode kromatografi gas, pemakaian istilah selektivitas biasanya lebih direkomendasikan dari pada spesifisitas sebab sangat sedikit metode kromatografi gas yang hanya memberikan respon hanya untuk satu analit. Selektivitas dalam bahasan metode kromatografi adalah kemampuan metode untuk memisahkan antara analit-analit dengan komponen lainnya (seperti matriks, pengotor, produk degradasi dan metabolit (Yuwono & Indrayanto, 2005). Selektivitas suatu metode dianggap memenuhi syarat apabila memiliki nilai faktor selektivitas (α) >1 dan daya resolusi (R_S) ≥ 2 .

2.6.2 Linearitas

Linieritas adalah kemampuan metode analisis (dalam kisaran tertentu) untuk menghasilkan hasil pengukuran/respon yang proporsional terhadap konsentrasi analit. Linieritas biasanya disajikan dalam bentuk kurva regresi linier yang dihasilkan dari respon instrumen (luas area atau tinggi puncak) sebagai fungsi dari konsentrasi analit. Kurva regresi linier biasanya diperoleh melalui perantara perangkat lunak, yang secara otomatis dapat mengidentifikasi persamaan kurva ($y = ax \pm b$) dan koefisien determinasi (r^2) (Baumann, 1997). Linearitas yang dapat diterima harus memenuhi persyaratan regresi linear yaitu pada nilai $r^2 \geq 0.98$.

2.6.3 Batas Deteksi dan Batas Kuantifikasi

Batas deteksi didefinisikan sebagai konsentrasi analit terendah dalam sampel yang masih dapat dideteksi dan masih memberikan respon yang cukup bermakna, meskipun tidak selalu dapat di kuantifikasi. Batas deteksi (*Limit of Detection*, LoD) adalah konsentrasi minimum analit yang dapat dideteksi dibawah kondisi analisis yang digunakan. Sedangkan batas kuantifikasi (*Limit of Quantification*, LoQ) adalah konsentrasi minimum analit yang dapat diukur pada saat instrumen dapat mendeteksi analit dengan akurasi dan presisi yang baik LoD dan LoQ untuk metode analisis kromatografi dapat didefinisikan kembali sebagai *signal-to-noise ratio* dimana 2:1 – 3:1 untuk LoD dan 10:1 untuk LoQ (Carr dan Wahlich, 1990).

2.6.4 Akurasi

Akurasi (*trueness, bias*) adalah ketelitian metode analisis atau kedekatan nilai yang diperoleh dari pengukuran dengan nilai yang sebenarnya atau nilai referensi/rujukan. Penentuan akurasi dapat dilakukan dengan dua pendekatan. Pendekatan pertama dilakukan dengan cara menganalisa sampel dengan konsentrasi yang diketahui, kemudian membandingkan hasil analisis dengan nilai yang sebenarnya (*true value*). Sedangkan pendekatan kedua dilakukan dengan membandingkan hasil analisa dari suatu metode baru dengan metode yang sudah ada sebelumnya (Yuwono dan Indrayanto, 2005). SANTE/11813/2017

menyebutkan bahwa uji perolehan kembali (*recovery*) dan uji presisi perlu dilakukan sebanyak minimal 5 (lima) kali pengulangan dan menghasilkan *mean recovery* pada kisaran 70 – 120% dengan nilai $RSD \leq 20\%$.

2.6.5 Presisi

Konsep presisi terbagi ke dalam keterulangan, presisi menengah dan ketertiruan. Keterulangan (*repeatability*) ditentukan ketika suatu analisis dilakukan oleh analis menggunakan peralatan yang sama pada laboratorium yang sama dalam sehari pengerjaan. Presisi menengah (*intermediate precission*) ditentukan bila suatu analisis dilakukan pada suatu laboratorium namun dilakukan oleh analis yang berbeda-beda dengan peralatan dan bahan yang berbeda-beda juga. Sedangkan *reproducibility* adalah penentuan presisi yang dilakukan pada laboratorium yang berbeda untuk memastikan bahwa metode menghasilkan data analisis yang serupa pada kondisi fasilitas laboratorium yang berbeda. Ketepatan yang terjadi pada kondisi percobaan yang berbeda (Yuwono dan Indrayanto, 2005).

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu

Penelitian dilaksanakan di UPTD Laboratorium Keamanan Pangan, Dinas Pangan Provinsi Aceh pada tanggal 10 - 18 Mei 2021.

3.2 Pengambilan Sampel

Sampel diambil berasal dari pasar di Kecamatan Tangse. Sampel yang diambil merupakan beras yang diproduksi langsung oleh kilang pabrik padi yang berada di Tangse dengan nama produksi, yaitu beras HS Tangse. Sampel kemudian dihancurkan menggunakan *grinder* sampai halus.

3.3 Alat dan Bahan

3.3.1 Alat

Alat yang digunakan adalah instrumen kromatografi gas dengan detektor ECD, *Coulom RTX-5*, *Auto sampler*, timbangan analitik, *ceramic homogenizer*, blender, tabung *polyethylene* (PE) 50 mL dan 15 mL, *centrifuge*, *vortex*, mikropipet (1000, 200, 50) μL dan vial 2 mL.

3.3.2 Bahan

Bahan kimia yang digunakan adalah standar pestisida (bifentrin dan deltametrin), beras Tangse, asetonitril (MeCN), 1% asam asetat dalam asetonitril, magnesium sulfat *anhydrat* (MgSO_4), *quechers kits*, dan *primery secondary amine* (PSA).

3.4 Cara Kerja

3.4.1 Penyiapan Larutan

a. Penyiapan larutan stok

Masing-masing standar (bifentrin dan deltametrin) ditimbang dengan berat 10 ± 1 mg dan kemurnian $P\%$ kemudian dimasukkan dalam labu ukur 10 mL. Lalu, ditambahkan asetonitril hingga tanda batas.

Diperoleh larutan standar ± 1 mg/mL, yang dihitung berdasarkan rumus berikut:

$$[C] \text{ Stok} = \frac{w}{V} \times P(\%)$$

Dimana ;

[C] Stok = konsentrasi larutan stok (mg/mL)

w = berat standar yang ditimbang (g)

V = volume labu ukur (mL).

b. Penyiapan larutan standar

Sebanyak 1 mL larutan stok diencerkan di dalam labu ukur 10 mL dengan asetonitril hingga tanda batas. Sehingga diperoleh larutan standar 100 $\mu\text{g/mL}$ yang dihitung berdasarkan rumus berikut:

$$[C] \text{ Standar} = \frac{[C] \text{ Stok}}{V \text{ Standar}} \times V \text{ Stok}$$

Dimana ;

[C] Standar = konsentrasi larutan standar ($\mu\text{g/mL}$)

[C] Stok = konsentrasi larutan stok ($\mu\text{g/mL}$)

V Standar = volume standar/labu ukur (10 mL)

V Stok = volume stok yang digunakan (1 mL).

c. Penyiapan larutan standar campuran 10 $\mu\text{g/mL}$ dan 1 $\mu\text{g/mL}$

Sebanyak masing-masing 1 mL larutan standar (bifentrin dan deltametrin) dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL lalu ditambahkan asetonitril hingga tanda batas. Diperoleh larutan standar campuran 10 $\mu\text{g/mL}$. Lalu, diencerkan 1 mL larutan standar campuran 10 $\mu\text{g/mL}$ di dalam labu ukur 10 mL. Ditambahkan asetonitril hingga tanda batas. Diperoleh larutan standar campuran 1 $\mu\text{g/mL}$.

d. Pembuatan pelarut 1% asam asetat dalam asetonitril

Larutan asam asetat glasial diambil menggunakan pipet ukur sebanyak 1 mL dan dimasukkan dalam labu ukur 100 mL. Lalu diencerkan

dengan larutan asetonitril sampai tanda batas. Aduk dengan cara membolak-balikan labu ukur hingga homogen.

3.4.2 Validasi Metode Analisis

a. Pengujian linieritas dan pembuatan kurva kalibrasi

Dibuat deret konsentrasi standar campuran 0,01; 0,05; 0,1; 0,2; 0,3 dalam satuan $\mu\text{g/mL}$. Kemudian diukur respon masing-masing konsentrasi standar dengan kromatografi gas, sehingga diperoleh kurva kalibrasi dengan persamaan $y = ax \pm b$ yang menggambarkan hubungan antara konsentrasi (x) dan luas area (y). Selain itu juga diperoleh nilai linieritas (koefisien determinasi, r^2). Nilai r^2 yang diharapkan yaitu $\geq 0,98$ (SANTE/11813/2017).

b. Penentuan batas deteksi (LoD) dan batas kuantifikasi (LoQ)

Penentuan nilai LoD dan LoQ dilakukan dengan menggunakan data kurva kalibrasi yang telah dibuat sebelumnya pada uji linieritas. Dihitung nilai standar deviasi (SD) masing-masing standar menggunakan data konsentrasi dan luas area. Penentuan nilai SD dapat dilakukan dengan rumus (i). Kemudian, nilai LoD dan LoQ dapat dihitung berdasarkan rumus (ii) dan (iii).

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(y-y')^2}{n-1}} \dots (i)$$

$$LoD = 3 \times \frac{SD}{a} \dots (ii)$$

$$LoQ = 10 \times \frac{SD}{a} \dots (iii)$$

Dimana:

- y : y grafik
- y' : y tabel
- a : slope
- n : jumlah data dalam satu set perhitungan.

c. Uji presisi

1) Preparasi sampel untuk uji presisi

Sampel beras ditimbang sebanyak $5 \pm 0,01$ gram dan dimasukkan ke dalam tabung PE 50 mL. Ditambahkan (spike) standar dari campuran $10 \mu\text{g/mL}$ sejumlah volume yang tertera pada tabel 3.1, kemudian diamkan

selama 30 menit. Ditambahkan kit *QuEChERS* dan *ceramic homogenizer*. Tambahkan 15 mL pelarut 1% asam asetat dalam asetonitril dan di-*vortex* hingga homogen selama ± 2 menit. Dilakukan sentrifugasi selama 5 menit pada kecepatan 4000 rpm. Diamati terbentuknya dua lapisan yaitu lapisan atas (fase organik, hasil ekstraksi) dan lapisan bawah (*waste*). Pipet 8 mL fase organik ke dalam tabung *clean up* (AOAC *Official Method* 2007.01). Dilakukan proses yang sama untuk preparasi blanko sampel, namun tanpa penambahan standar campuran.

Tabel 3.1 Preparasi sampel untuk uji presisi.

No	Konsentrasi Standar ($\mu\text{g/mL}$) Dalam Sampel Spike	Volume Standar Campuran 10 $\mu\text{g/mL}$ Yang Ditambahkan (mL)
1	0,01	0,015
2	0,05	0,075
3	0,10	0,150

2) *Clean-up* injeksi ke sistem kromatografi gas

Diambil sebanyak 8 mL fase organik dan dimasukkan ke dalam tabung PE 15 mL yang telah berisi absorben dengan komposisi 400 mg MgSO_4 , 400 mg PSA, dan 400 mg C_{18} . Di-*vortex* campuran tersebut selama 30 detik hingga homogen. Dilakukan sentrifugasi selama 2 menit pada 4000 rpm. Diambil fase organik sebanyak 200-1000 μL dan dimasukkan ke dalam vial. Letakkan vial pada *auto sampler* dan diinjeksi sebanyak 6 kali pengulangan untuk setiap konsentrasi sampel spike pada kromatografi gas (AOAC *Official Method* 2007.01).

3) Analisis data uji presisi

Dilakukan perhitungan standar deviasi (SD) dan standar deviasi relatif (RSD) terhadap data luas area dan konsentrasi dari uji presisi. Kepresisian dinyatakan memenuhi syarat apabila nilai $\text{RSD} \leq 20\%$ (SANTE/11813/2017).

d. Uji akurasi (*Recovery*)

1) Preparasi *spiked-sample* dan *blank-sample* untuk uji akurasi

Sampel beras dihancurkan menggunakan mortal, kemudian ditimbang sebanyak $5 \pm 0,01$ gram dan dimasukkan ke dalam tabung PE 50 mL.

Ditambahkan standar dari campuran 10 µg/mL sejumlah volume yang tertera pada tabel 3.2, kemudian diamkan selama 30 menit. Ditambahkan kit *QuEChERS* dan *ceramic homogenizer*. Tambahkan 15 mL pelarut 1% asam asetat dalam asetonitril dan di-*vortex* hingga homogen selama ± 2 menit. Dilakukan sentrifugasi selama 5 menit pada kecepatan 4000 rpm. Diamati terbentuknya dua lapisan yaitu lapisan atas (fase organik, hasil ekstraksi) dan lapisan bawah (*waste*). Pipet 8 mL fase organik ke dalam tabung *clean up* (AOAC Official Method 2007.01). Dilakukan proses yang sama untuk preparasi *blank-sample*, namun tanpa penambahan standar campuran.

Tabel 3.2. Preparasi *spiked-sample* untuk uji akurasi.

No	Konsentrasi Standar (µg/mL) Dalam Sampel Spike	Volume Standar Campuran 10 µg/mL Yang Ditambahkan (mL)
1	0,01	0,015
2	0,05	0,075
3	0,10	0,150

2) *Clean-up* dan injeksi ke sistem kromatografi gas

Diambil sebanyak 8 mL fase organik dan dimasukkan ke dalam tabung PE 15 mL yang telah berisi absorben dengan komposisi 400 mg MgSO₄ dan 400 mg PSA. Di-*vortex* campuran tersebut selama 30 detik hingga homogen. Dilakukan sentrifugasi selama 2 menit pada 4000 rpm. Diambil fase organik sebanyak 200-1000 µL dan dimasukkan kedalam vial. Letakkan vial pada *auto sampler* dan diinjeksi pada kromatografi gas (AOAC Official Method 2007.01).

3) Analisis data uji akurasi

Dilakukan perhitungan rata-rata *%recovery* setiap analit pada setiap *spiked-sample*. Keakuratan dinyatakan memenuhi syarat apabila nilai rata-rata *%recovery* berada pada rentang 70 – 120% (SANTE/11813/2017).

3.4.3 Pemeriksaan Residu Pestisida Pada Sampel

a. Preparasi *spiked-sample* dan *blank-sample*

Sampel beras ditimbang sebanyak 5 ± 0,01 gram dan dimasukkan ke dalam tabung PE 50 mL. Untuk preparasi *spiked-sample* bifentrin 0,05 µg/mL,

ditambahkan standar campuran 10 µg/mL sejumlah 0,075 mL kemudian diamkan selama 30 menit, dan untuk preparasi *spiked-sample* deltametrin 0,01 µg/mL, ditambahkan standar campuran 10 µg/mL sejumlah 0,015 mL. Ditambahkan kit *QuEChERS* dan *ceramic homogenizer*. Tambahkan 15 mL pelarut 1% asam asetat dalam asetonitril dan di-*vortex* hingga homogen selama \pm 2 menit. Dilakukan sentrifugasi selama 5 menit pada kecepatan 4000 rpm. Diamati terbentuknya dua lapisan yaitu lapisan atas (fase organik, hasil ekstraksi) dan lapisan bawah (*waste*). Pipet 8 mL fase organik ke dalam tabung *clean up* (AOAC Official Method 2007.01). Dilakukan proses yang sama untuk preparasi *blank-sample*, namun tanpa penambahan standar campuran.

b. Clean-up dan injeksi ke kromatografi gas

Diambil sebanyak 8 mL fase organik dan dimasukkan ke dalam tabung PE 15 mL yang telah berisi absorben dengan komposisi 400 mg MgSO₄, 400 mg PSA, dan 400 mg C₁₈. Di-*vortex* campuran tersebut selama 30 detik hingga homogen. Dilakukan sentrifugasi selama 2 menit pada 4000 rpm. Diambil fase organik sebanyak 200-500 µL dan dimasukkan kedalam vial. Letakkan vial pada *auto sampler* dan diinjeksi pada kromatografi gas (AOAC Official Method 2007.01).

c. Perhitungan kadar residu pestisida dan perolehan kembali (*recovery*)

Diamati munculnya *peak* analit yang diinginkan pada kromatogram *blank-sample* dan *spiked-sample* untuk mengkonfirmasi adanya residu yang diinginkan. Kemudian dihitung persen perolehan kembali dari *spiked-sample*.

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Validasi Metode Analisis

4.1.1 Selektivitas

Selektivitas merupakan kemampuan metode analisis untuk dapat membedakan antara analit dengan senyawa-senyawa lainnya (SANTE/11813/2017). Uji selektivitas dilakukan dengan menghitung faktor selektivitas dan resolusi dari kromatogram yang dihasilkan oleh standar campuran dengan konsentrasi 0,1 µg/mL. Faktor selektivitas (α), dan waktu retensi (t_R) yang dihasilkan oleh masing-masing analit dalam standar campuran dapat diamati pada Tabel 4.1, dan Tabel 4.2.

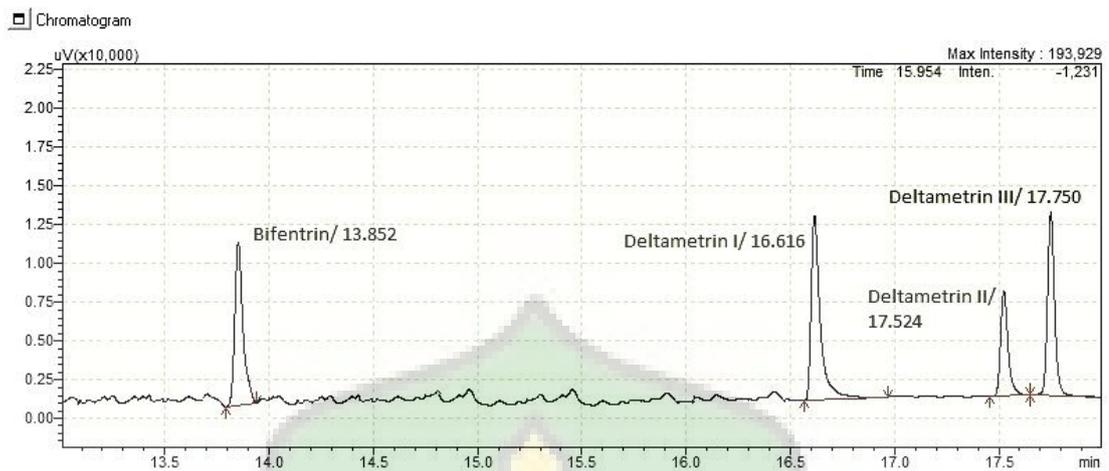
Tabel 4.1 Faktor selektivitas

Analit	α
$\alpha_{\text{BIF-DEL}}$	1,199

Tabel 4.2 Waktu retensi

No	Standar	t_R (menit)
1	Bifentrin	13,852
2	Deltametrin I	16,616
3	Deltametrin II	17,524
4	Deltametrin III	17,750

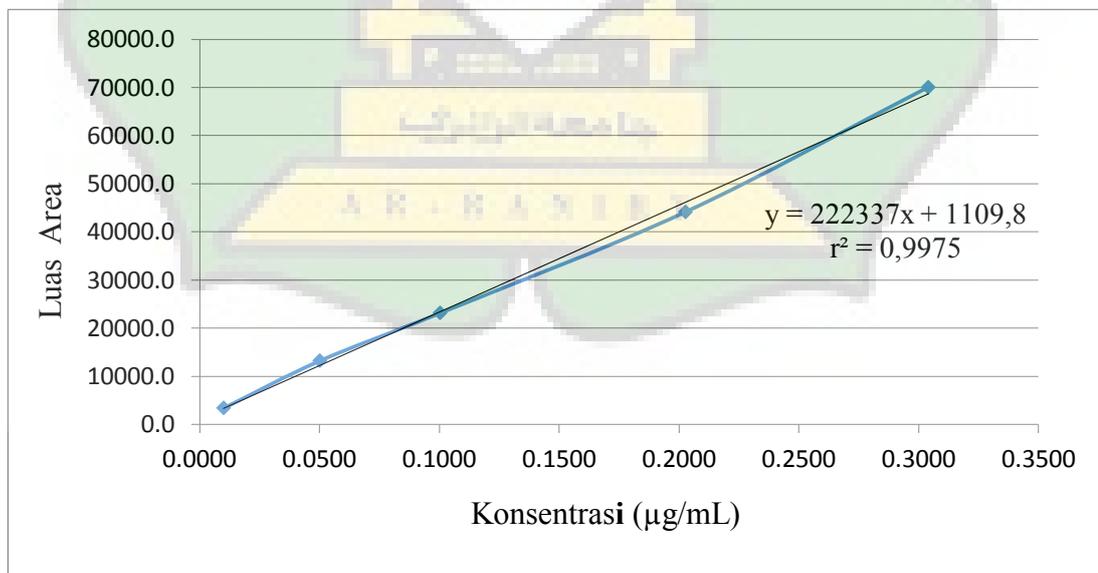
Hasil analisis menunjukkan bahwa nilai faktor selektivitas (α) dan resolusi (R_S) pada kromatogram yang dihasilkan telah memenuhi syarat pemisahan yang baik dengan nilai $\alpha > 1$ dan $R_S \geq 2$). Hasil uji selektivitas juga menunjukkan bahwa kondisi instrumen kromatografi gas yang digunakan dapat memisahkan puncak-puncak analit secara optimum. Kromatogram uji selektivitas dapat diamati pada Gambar 4.1 di bawah ini.



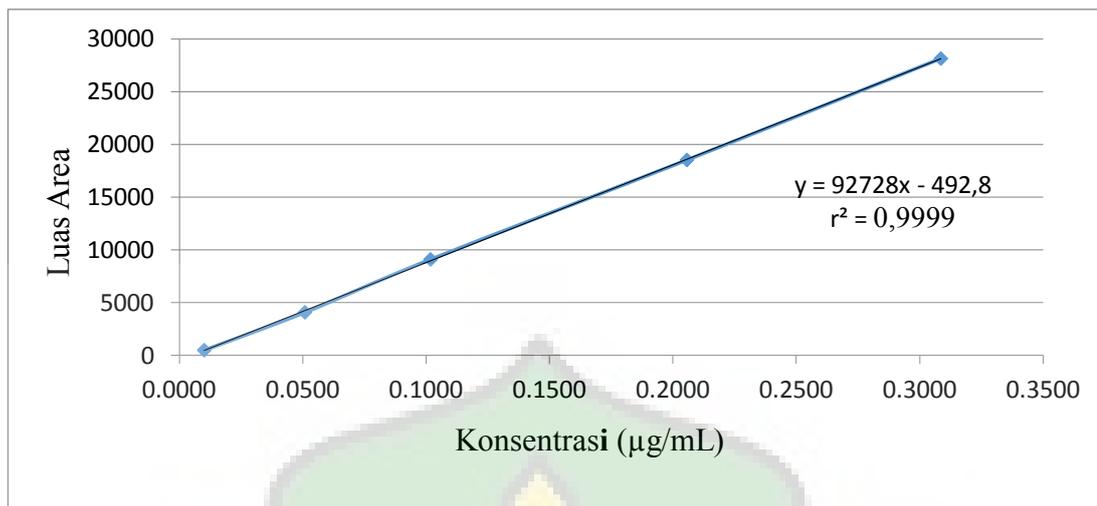
Gambar 4.1 Kromatogram uji selektivitas.

4.1.2 Linieritas

Pengujian linieritas dilakukan dengan cara membuat grafik kurva kalibrasi berdasarkan deret konsentrasi yang telah ditentukan. Kurva kalibrasi adalah hubungan antara respon instrumen terhadap konsentrasi dari analit. Nilai koefisien determinasi (r^2) $\geq 0,98$ menyatakan bahwa linieritas kurva kalibrasi telah memenuhi syarat dan dapat diterima (Skoog, 2014). Kurva kalibrasi masing-masing standar ditunjukkan pada Gambar 4.2 dan Gambar 4.3.



Gambar 4.2 Kurva kalibrasi bifentrin.



Gambar 4.3 Kurva kalibrasi deltametrin.

Berdasarkan uji linieritas yang telah dilakukan, diperoleh nilai r^2 masing-masing kurva kalibrasi dapat diamati pada Tabel 4.4. Kedua kurva menghasilkan nilai koefisien determinasi (r^2) $\geq 0,99$ yang berarti telah memenuhi syarat linieritas sehingga dapat digunakan untuk menghitung konsentrasi analit pada sampel.

Tabel 4.3 Linearitas

No	Standar	Nilai r^2	Keterangan
1	Bifentrin	0,9999	Memenuhi syarat
2	Deltametrin	0,9975	Memenuhi syarat

4.1.3 Batas deteksi (*Limit of Detection/LoD*) dan batas kuantifikasi (*Limit of Quantification/LoQ*)

Batas deteksi dan batas kuantifikasi menyatakan konsentrasi analit terendah dalam sampel yang dapat dideteksi dan dikuantifikasi (Skoog, 2014). Nilai LoD dan LoQ masing-masing standar dapat diamati pada tabel 4.4. Hasil analisis menunjukkan bahwa metode sangat sensitif dengan perolehan LoD sebesar 0,0196 µg/mL (bifentrin), dan 0,0040 µg/mL (deltametrin). Nilai LoQ sebesar 0,0595 µg/mL (bifentrin), dan 0,0120 µg/mL (deltametrin). Nilai LoQ pada bifentrin menyamai perolehan nilai LoQ dengan metode GC – ECD yang dilaporkan oleh Uddin (2010) yaitu sebesar 0,05 µg/mL. Hasil analisis juga menunjukkan bahwa batas deteksi (LoD) dari masing-masing analit masih berada dibawah Batas Maksimum Residu (BMR), yang berarti metode yang digunakan

masih bisa diterapkan untuk menghitung kadar sampel apabila kadarnya diduga kurang dari BMR tersebut.

Tabel 4.4 LoD dan LoQ

No	Standar	LoD ($\mu\text{g/mL}$)	LoQ ($\mu\text{g/mL}$)
1	Bifentrin	0,0196	0,0595
2	Deltametrin	0,0040	0,0120

4.1.4 Presisi

Presisi menunjukkan tingkat kesesuaian antara hasil pengujian secara individual dengan rata-rata hasil pengujian. Parameter ini dinyatakan dalam bentuk persentase standar deviasi relatif (*Relative Standard Deviation*, RSD) yang harus memenuhi syarat $\leq 20\%$ (SANTE/11813/2017). Nilai RSD masing-masing standar dapat diamati pada tabel 4.5. Kepresisian dinyatakan baik karena seluruh nilai RSD analit pada kedua *spiked-sample* telah memenuhi syarat $\leq 20\%$.

Tabel 4.5 Presisi

No	Standar	Spike ke-	Rata-rata %recovery (%)	RSD (%)
1	Bifentrin	I (0,01)	77,56	6,3
		II (0,05)	83,49	2,9
		III (0,1)	87,29	1,6
2	Deltametrin	I (0,01)	109,93	3,5
		II (0,05)	76,29	3,4
		III (0,1)	78,66	3,6

4.1.5 Akurasi

Akurasi adalah kedekatan hasil pengukuran yang diperoleh terhadap hasil yang sebenarnya. Persen perolehan kembali (*%recovery*) menyatakan hasil dari pengujian akurasi yang syaratnya berada pada rentang 70-120% (SANTE/11813/2017). Rata-rata *recovery* setiap *spiked-samples* dapat diamati pada Tabel 4.6.

Tabel 4.6 Akurasi

No	Standar	Spike ke-	Rata-rata %recovery
1	Bifentrin	I (0,01)	75,90
		II (0,05)	81,22
		III (0,1)	85,40
2	Deltametrin	I (0,01)	108,09
		II (0,05)	78,18
		III (0,1)	82,56

4.2 Analisis residu pestisida

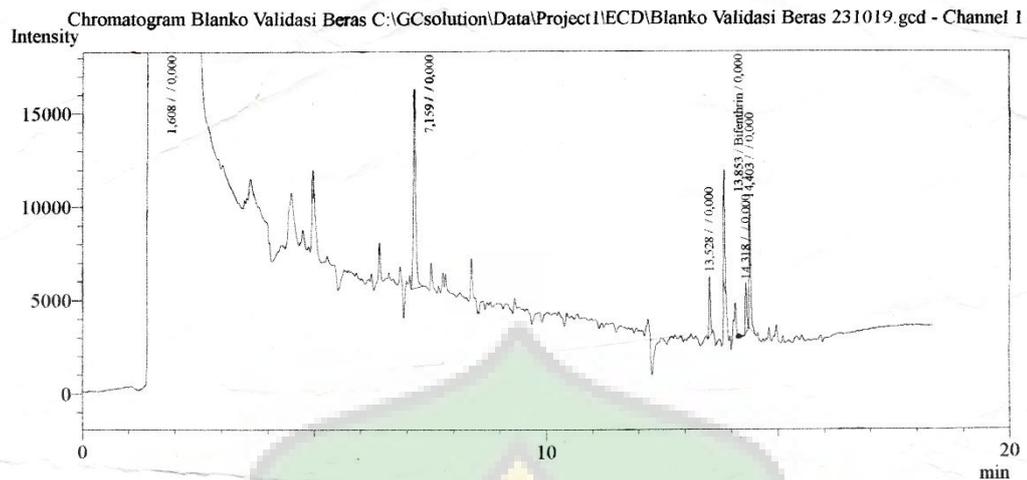
4.2.1 Preparasi Sampel

Sampel dipreparasi dengan metode QuEChERS yang merujuk pada pedoman AOAC Official Method 2007.01. QuEChERS merupakan suatu akronim dari bahasa Inggris yang bermakna: cepat, mudah, efektif, stabil, dan aman. Preparasi sampel yang dilakukan terdiri atas ekstraksi sampel (QuEChERS) serta *clean-up* dengan menggunakan metode dSPE (*dispersive Solid Phase Extraction*) (Anastassiades, et. al., 2003). Satu set kit QuEChERS yang digunakan mengandung 6 g MgSO₄ dan 1,5 g Na-Asetat. Sementara itu, proses *clean-up* dilakukan menggunakan *primary secondary amine* (PSA).

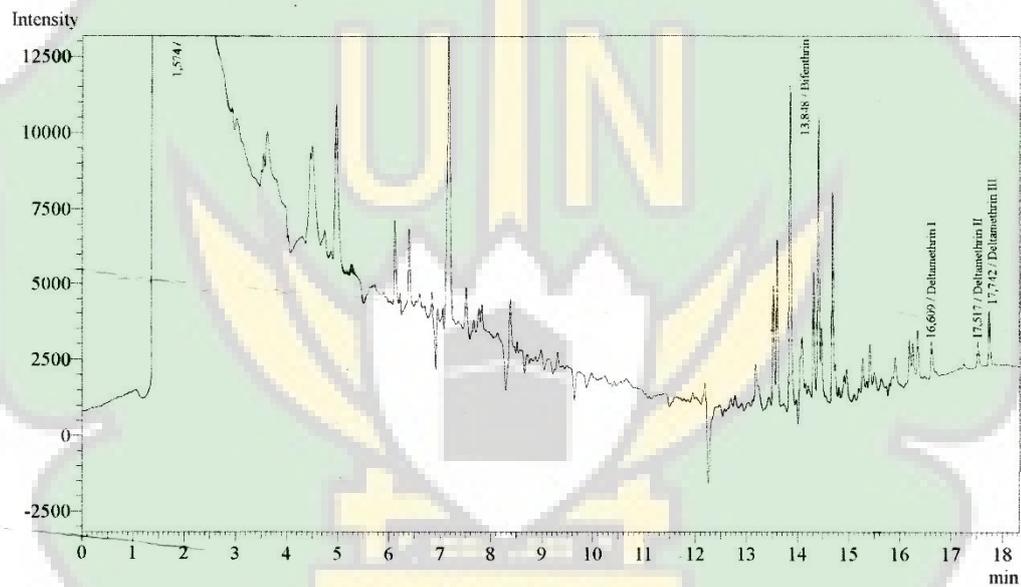
Magnesium sulfat (MgSO₄) merupakan senyawa yang penting dalam proses ekstraksi dan *clean-up*. Magnesium sulfat mampu menarik air yang terdapat dalam fase ekstraksi sehingga diperoleh preparat yang bebas air. Natrium asetat berfungsi sebagai *buffer* untuk menjaga pH fase ekstraksi dalam kisaran 6-8. Sementara *primary secondary amine* (PSA) berperan untuk menghilangkan asam organik polar, pigmen polar, gula dan asam lemak.

4.2.2 Analisis residu bifentrin dan deltametrin

Sampel beras dipreparasi dan diinjeksikan ke sistem kromatografi gas dengan metode yang telah divalidasi sebelumnya. Hasil kromatogram dari *blank-sample* dan *spiked-sample* dapat diamati pada gambar 4.4 dan 4.5 di bawah ini.



Gambar 4.4 Kromatogram *blank-sample*.



Gambar 4.5 Kromatogram *spike-sample*.

Sampel dipreparasi dalam bentuk *blank-sample* dan *spike-sample* untuk mengamati ada atau tidaknya residu pestisida bifentrin dan deltametrin pada sampel. Berdasarkan uji selektivitas diketahui bahwa waktu retensi bifentrin yaitu 13,852 menit, deltametrin I, II, dan III yaitu 16,616 menit, 17,524 menit dan 17,750 menit. Pada kromatogram masing-masing *spiked-sample* teramati munculnya puncak pada menit ke 13,848, menit 16,609, menit 17,517, dan menit 17,742, sehingga dapat disimpulkan bahwa puncak-puncak yang muncul pada waktu retensi tersebut adalah puncak dari analit bifentrin dan deltametrin.

Kromatogram *blank-sample* menunjukkan adanya puncak pada waktu retensi 13,853 menit. Hal ini menunjukkan bahwa adanya senyawa bifentrin didalam sampel. Dan terdapat puncak yang tidak diketahui (*unknown peak*) pada kromatogram *blank-sample* pada waktu retensi 7,2 menit. Puncak tersebut diduga berasal dari senyawa lain yang terdapat dalam sampel. Diperlukan analisis lebih lanjut untuk mengidentifikasi senyawa yang menimbulkan *unknown peak* tersebut.

Tabel 4.7 Hasil perhitungan *blank-sample* dan *spiked-sample* terhadap standar bifentrin

Sampel Beras	Luas Area	Konsentrasi (mg/kg)	Recovery (%)
Blanko	10931	0,0442	-
Spike	21626	0,0431	86,05

Tabel 4.8 Hasil perhitungan *blank-sample* dan *spiked-sample* terhadap standar deltametrin

Sampel Beras	Luas Area	Konsentrasi (mg/kg)	Recovery (%)
Blanko	-	-	-
Spike	489	0,0106	104,9

Berdasarkan data kromatogram sampel yang diperoleh, hasil perhitungan persen *recovery* masing-masing analit pada *spike-sample* berkisar antara 86 – 105% yang menunjukkan bahwa analisis residu pestisida yang dilakukan memiliki kecepatan yang baik (70 - 120%) dalam menunjukkan tingkat kesesuaian suatu pengukuran dibandingkan dengan nilai sebenarnya. Dan pada perhitungan kadar bifentrin pada sampel diperoleh sebesar 0,0442 mg/kg, dan tidak ditemukan adanya kadar residu pestisida deltametrin. Kadar residu pestisida bifentrin dan deltametrin yang diperoleh pada beras Tangse masih aman untuk dikonsumsi dan masih memenuhi baku mutu SNI 7313 : 2008 dengan kadar bifentrin $\leq 0,05$ mg/kg dan deltametrin 1 mg/kg. Adanya kandungan residu bifentrin pada beras Tangse menunjukkan adanya pemakaian pestisida yang mengandung bahan aktif bifentrin pada tanaman padi untuk menghindari dari berbagai macam ancaman hama penyakit yang mampu menurunkan hasil panen.

BAB V KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan riset yang telah dilakukan, maka diperoleh kesimpulan sebagai berikut:

1. Tidak diperoleh adanya residu pestisida deltametrin pada sampel beras Tangse.
2. Diperoleh adanya kadar residu pestisida bifentrin pada sampel beras Tangse sebesar 0,0442 mg/kg.
3. Validasi metode analisis residu pestisida bifentrin dan deltametrin yang dilakukan telah memenuhi syarat yang telah ditentukan. Metode ini linear pada rentang konsentrasi 0,05 – 0,35 $\mu\text{g/mL}$ dengan koefisien korelasi sebesar 0,9975 untuk bifentrin dan 0,9999 untuk deltametrin. Metode ini sangat akurat dengan nilai *recovery* yang di ukur pada rentang konsentrasi yang di *spike* antara 0,01 – 0,10 $\mu\text{g/mL}$ adalah sebesar 75,90% – 85,40% untuk bifentrin dan 78,18% – 108,09% untuk deltametrin. Hasil pengukuran sangat presisi dengan nilai standar deviasi relative sebesar 1,39% – 4,88% untuk bifentrin dan 2,58% – 3,88% untuk deltametrin. Kemampuan instrument GC ECD sangat sensitif dengan nilai limit deteksi sebesar 0,0196 $\mu\text{g/mL}$ untuk bifentrin dan 0,0040 $\mu\text{g/mL}$ untuk deltametrin, serta nilai limit kuantifikasi sebesar 0,0595 $\mu\text{g/mL}$ untuk bifentrin dan 0,0120 $\mu\text{g/mL}$ untuk deltametrin.

5.2 Saran

Saran yang dapat kami berikan untuk riset-riset selanjutnya adalah sebagai berikut:

1. Analisis residu pestisida dilanjutkan dengan metode kromatografi gas detector spektrometri massa (*mass spectrometry*) untuk mengidentifikasi *unknown peak* yang muncul pada menit ke 7,2 menit, dan senyawa-senyawa residu pestisida lainnya yang berpotensi ditemukan pada beras Tangse.

2. Dilakukan analisis lanjutan terhadap beras Tangse dengan metode kromatografi gas detector spektrometri massa (*mass spectrometry*) untuk pemastian kebebasan produk tersebut dari residu pestisida.
3. Riset-riset selanjutnya mengenai beras dan produk unggulan Aceh lainnya semestinya dilakukan di laboratorium-laboratorium yang berada di Aceh sehingga dapat memberdayakan kompetensi masyarakat dalam pengelolaan dan pengembangan produk pada unggulan lainnya.



DAFTAR PUSTAKA

- Anastassiades, M., Lehotay, S. J., Stajnbaher, D., & Schenck, F. (2003). Fast and Easy Multiresidue Method Employing Acetonitrile. *Journal of AOAC International*, 86(2), 412–431.
- Andina, L. (2015). Analisis Residu Endosulfan , Endrin, Dieldrin , Aldrin, P, P-Ddt, & Heptaklor Pada Beras Varietas Siam Unus Di Kalimantan Selatan. *Jurnal Pharmascience*, 2(2), 103–108.
- AOAC. 2007. *AOAC Official Method 2007.01: Pesticide Residues in Foods by Acetonitrile Extraction and Partitioning with Magnesium Sulfate. In AOAC Official Methods of Analysis*. Maryland, Amerika Serikat.
- Apan, A., Datt, B., and Kelly, R. (2005). *Detection of Pests and Diseases in Vegetable Crops Using Hyperspectral Sensing: A Comparison of Reflectance Data For Different Sets of Symptoms*. Melbourne: Spatial Sciences Institute.
- Astria, E., Daniel., Totok, P. (2017). Analisis Jenis dan Tingkat Serangan Hama dan Penyakit Pada Tanaman Padi Menggunakan Alat Spektrometer. *Jurnal AgriTechno*, 10(2), 117-123.
- Aziez, A. F., Indrawera, D., Yudono, P. 2016. Uji Komparasi Beras Varietas Padi Sawah Yang Dibudidayakan Secara Organik dan Konvensional. *Jurnal Agrineca*, 16(2), 24-37.
- Badan Ketahanan Pangan dan Penyuluh Pertanian Aceh. (2009). *Budidaya Tanaman Padi*. Sumatera Utara, Aceh.
- Badan Pusat Statistik Provinsi Aceh, 2019. (2020). *Luas Panen dan Produksi Padi*. 15, 1–12.
- Badan Standardisasi Nasional (BSN). (2008). *SNI 7313:2008*. Batas Maksimum Residu Pestisida Pada Hasil Pertanian.
- Baumann, K. & Waetzig, H. (1997). Regression and Calibration For Analytical Separation Techniques. *Process Control and Quality*, 10, 59-112.
- Carr, G. P., & Wahlich, J. C. (1990). A practical Approach To Method Validation In Pharmaceutical Analysis. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, 8(8-12), 613–618.
- Cordero, C., Liberto, E., Sgorbini, B., Rubiolo, P., & Bicchi, C. (2012). Gas Chromatography. dalam Pico, Y. *Chemical Analysis of Food: Techniques and Applications*, 311–373. Academic Press (Elsevier), Belanda.

- Dini, R. R., Besar, O. I., & Andriani, R. (2014). Pengolahan Brownies Kukus Ketan Hitam Di Hotel Savoy Homann Bidakara Bandung. *Jurnal Pariwisata, 1(1)*, 16-28.
- Ettre, L. S. (1993). Nomen Clature For Chromatography (IUPAC Recommendations 1993). *Pure and Applied Chemistry*, 65 (4): 819–872.
- Fishel, F.M. (2018). *How Are Pesticides Classified?*. Institute of Food and Agricultural Sciences University of Florida, Amerika Serikat.
- Global Rice Science Partnership. (2013). *Rice Almanac, 4th Edition*. Internasional Rice Research Institut, Los Baños (Philippines).
- Grob, L. R. (1995). *Modern Practice of Gas Chromatography*. John Wiley and Sons Inc, New York.
- Hadi, M., Bayu, R. F., Ayu, C. P. (2016). Penentuan Residu Pestisida Deltametrin dan o-Sihalotrin Pada Lada (*Piper nigrum L.*) Menggunakan Metode QuEChERS. *Jurnal Ilmu Kimia*, 32 (2): 117-123.
- Hertz-Picciotto, I., Sass, J. B., Engel, S., Bennett, D. H., Bradman, A., Eskenazi, B., Whyatt, R. (2018). Organophosphate Exposures During Pregnancy and Child Neurodevelopment: Recommendations For Essential Policy Reforms. *PLoS Medicine*, 15(10), 1–15.
- Hudayya, A. & Jayanti, H. (2012). *Pengelompokan Pestisida Berdasarkan Cara Kerjanya*. Yayasan Bina Tani Sejahtera, Bandung Barat.
- Ikhsan, C. (2018). Perlindungan Hukum Terhadap Konsumen Dari Pelaku Usaha Beras Tangse Oplosan. *Jurnal Ilmiah*, 2(3), 511–522.
- Kariyasa, Ketut. (2019). Pusat Data dan Sistem Informasi Pertanian Sekretariat Jenderal Kementerian Pertanian. *Buletin Konsumsi Pangan*, 10(01), 1–107.
- Koureas, M., Tsakalof, A., Tsatsakis, A., & Hadjichristodoulou, C. (2012). Systematic Review of Biomonitoring Studies To Determine The Association Between Exposure To Organophosphorus and Pyrethroid Insecticides And Human Health Outcomes. *Toxicology Letters*, 210(2), 155–168.
- McReynolds, W. O. (1970). Characterization of Some Liquid-Phases. *Journal of Chromatographic Science*. (8):685.
- Mills, K. T., Blair, A., Freeman, L. E. B., Sandler, D. P., & Hoppin, J. A. (2009). Pesticides and Myocardial Infarction Incidence and Mortality Among Male Pesticide Applicators In the Agricultural Health Study. *American Journal of Epidemiology*, 170(7), 892–900.

- Mirza, I., & Darmadi, D. (2015). Eksplorasi, Inventarisasi, Koleksi dan Pemanfaatan Padi Gogo Lokal Varietas Tangse Di Kabupaten Pidie. *Prosiding Seminar Nasional Biotik 2015*, 2(1), 126-129.
- Navarro, A., Requena, M., Parron, T., Garcia, J., Ventura, M. I., Hernandez, A. F., Alarcon, R. (2018). Association Between Environmental Exposure To Pesticides and Epilepsy *Neurotoxicology*.
- Nazmatullaila, S. (2015). Analisis Residu Pestisida Pada Tomat Menggunakan Metode QuEChERS Dengan Perlakuan Sebelum dan Setelah Di Cuci. *Skripsi*, UIN Syarif Hidayatullah, Jakarta.
- Nurjannah., Wulandari, A., & Izzati, M. (2015). Efektivitas Tanaman Lemna (Lemna Perpusilla Torr) Sebagai Agen Fitoremediasi Pada Keramba Jaring Apung (KJA) Disekitar Tanjungmas Semarang. *Bioma: Berkala Ilmiah Biologi*, 17(1), 1.
- Nuryani (2013). Potensi Substitusi Beras Putih Dengan Beras Merah Sebagai Makanan Pokok Untuk Perlindungan Diabetes Melitus. *Media Gizi Masyarakat Indonesia*, 3(3), 157–168.
- Permoni, D. A. Penentuan Kandungan Residu Pestisida Organofosfat (Dimetoat, Klorpirifos Dan Propenofos) Pada Buah Tomat (*Solanum lycopersicum* L). Dari Pasar Kaban Jahe dan Dari Kebun di Desa Ketaren Kecamatan Kaban Jahe Secara Kromatografi Gas FPD. *Skripsi*, Universitas Sumatera Utara, Medan.
- Rohman, A. (2009). *Kromatografi Untuk Analisis Obat*. Graha Ilmu, Yogyakarta.
- Sparkman, O. D., Penton, Z., & Kitson, F. G. (2011). Gas Chromatography. *Gas Chromatography and Mass Spectrometry: A Practical Guide*, 15–83. Academic Press (Elsevier), Belanda.
- Styarini, D. (2012). Studi Penambahan (Spiking) Analit (α -Endosulfan dan Bifentrin) dan Proses Homogenisasi Pada Pengembangan Bahan Acuan Pestisida Dalam Teh Hijau. *Tesis*, Universitas Indonesia, Depok.
- Suparti, S. (2016). Beberapa Faktor Risiko Yang Berpengaruh Terhadap Kejadian Keracunan Pestisida Pada Petani. *Jurnal Kesehatan Pena Medika*, 6(2), 125–138.
- Suprihatno, B., Daradjat, A. A., Satoto, S. E, B., Widiarta, I. N., Setyono, A., Indrasari, S. D., Lesmana, O. S., & Sembiring, H. (2009). *Deskripsi Varietas padi*. Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian Departemen Pertanian. Balai Besar Penelitian Tanaman Padi.

- Susilowati, D. R. 2006. Analisis Residu Pestisida Sipermetrin Secara GC Pada Beras C4 Yang Dijual Beras Dipasar Di Kecamatan Ngaklik Kabupaten Sleman Yogyakarta. *Skripsi*. Universitas Islam Indonesia, Yogyakarta.
- Uddin, R., Iqbal, S., Khan, M. F., Parveen, Z., Ahmed, M., & Abbas, M. (2011). Determination of pesticide residues in rice grain by solvent extraction, column cleanup, and gas chromatography-electron capture detection. *Bulletin of Environmental Contamination and Toxicology*, 86(1), 83–89.
- United States Pharmacopeia. (2011). Chapter 1225: Validation of Compendial Methods. *United States Pharmacopeia 33, National Formulary 28*. Rockville, Amerika Serikat.
- Yuwono, M., & Indrayanto, G. (2005). Validation of Chromatographic Methods of Analysis. *Profiles of Drug Substances, Excipients and Related Methodology*, (32): 243–259.
- Zubaeda. (2019). Faktor Risiko Keluhan Kesehatan Subjektif Petani Penyemprot Pestisida Pada Tanaman Padi Di Desa Rantau Alih Kabupaten Empat Lawang Tahun 2019. *Skripsi*, Universitas Sriwijaya, Palembang.

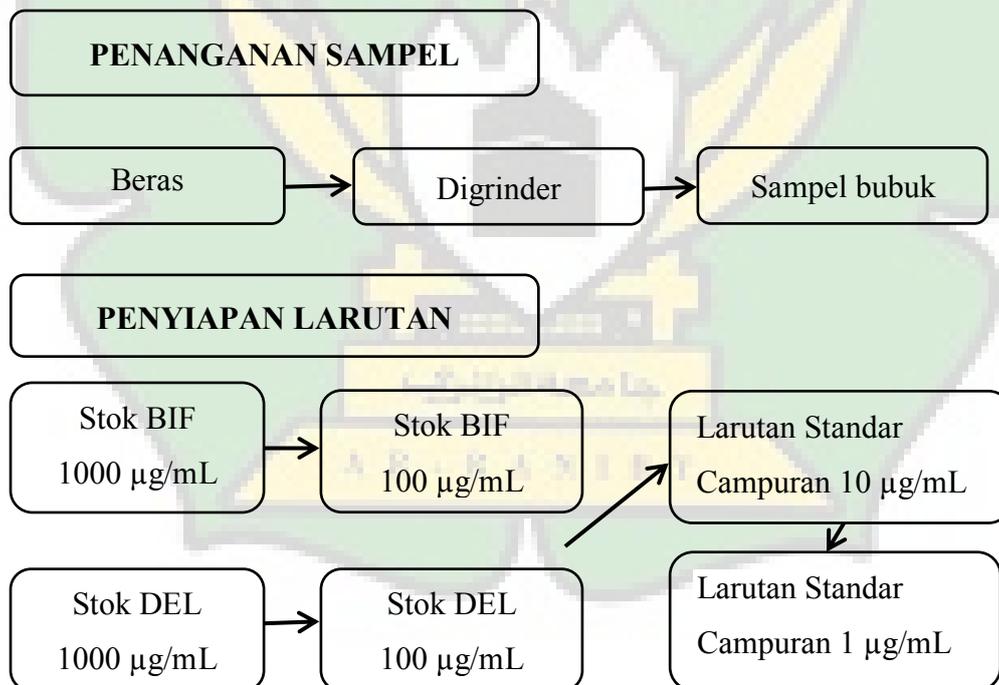


LAMPIRAN

Lampiran 1. Lokasi pengambilan sampel



Lampiran 2. Alur prosedur kerja



VALIDASI METODE: UJI LINEARITAS, LOD, LOQ

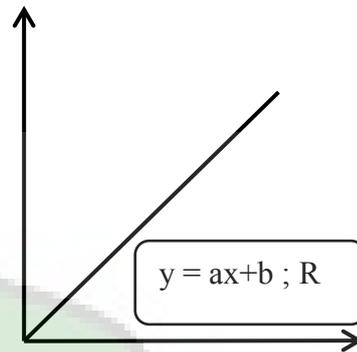
Larutan standar campuran 0,01 µg/mL

Larutan standar campuran 0,05 µg/mL

Larutan standar campuran 0,1 µg/mL

Larutan standar campuran 0,2 µg/mL

Larutan standar campuran 0,3 µg/mL



VALIDASI METODE: UJI PREKISI

Preparasi *blank-sample*

Injeksi *blank-sample*

1x

Preparasi *blank-sample* 0,01 µg/mL

Injeksi *blank-sample* 0,01 µg/mL

6x

Preparasi *blank-sample* 0,05 µg/mL

Injeksi *blank-sample* 0,05 µg/mL

6x

Preparasi *blank-sample* 0,1 µg/mL

Injeksi *blank-sample* 0,1 µg/mL

6x

VALIDASI METODE: UJI AKURASI

Preparasi *blank-sample*

1x

Injeksi *blank-sample*

Preparasi *blank-sample* 0,01 µg/mL

6x

Injeksi *blank-sample* 0,01 µg/mL

Preparasi *blank-sample* 0,05 µg/mL

6x

Injeksi *blank-sample* 0,05 µg/mL

Preparasi *blank-sample* 0,1 µg/mL

6x

Injeksi *blank-sample* 0,1 µg/mL

Lampiran 3. Perhitungan penyiapan larutan stok

Larutan stok dibuat dengan cara melarutkan standar dengan berat w dengan asetonitril di dalam labu ukur 10 mL.

Standar	w (mg)	Kemurnian (%)	V (mL)
Bifentrin	10,3	99,1	10
Deltametrin	10,5	98,6	10

Rumus umum:

$$\begin{aligned}
 [C] \text{ Bifentrin} &: \frac{10,3}{10 \text{ mL}} \times 0,991 \\
 &: 1,02073 \text{ mg/ mL} \\
 &: 1.020,73 \text{ } \mu\text{g/ mL} \\
 [C] \text{ Deltametrin} &: \frac{10,5}{10 \text{ mL}} \times 0,986 \\
 &: 1,0353 \text{ mg/ mL} \\
 &: 1.035,3 \text{ } \mu\text{g/ mL}
 \end{aligned}$$

Lampiran 4. Perhitungan penyiapan larutan standar

Larutan standar dibuat dengan cara mengecurkan 1 mL larutan stok 1000 $\mu\text{g/ mL}$ dengan asetonitril di dalam labu ukur 10 mL, sehingga diperoleh larutan standar $\pm 100 \mu\text{g/ mL}$.

Standar	[C] Stok ($\mu\text{g/ mL}$)
Bifentrin	1.020,73
Deltametrin	1.035,3

Rumus umum:

$$[C] \text{ Standar} = \frac{[C] \text{ Stok}}{V \text{ Standar}} \times V \text{ Stok}$$

$$\begin{aligned}
 [C] \text{ Bifentrin} &: \frac{1.020,73 \text{ } \mu\text{g/ mL}}{10 \text{ mL}} \times 1 \text{ mL} \\
 &: 102,073 \text{ } \mu\text{g/ mL} \\
 [C] \text{ Deltametrin} &: \frac{1.035,3 \text{ } \mu\text{g/ mL}}{10 \text{ mL}} \times 1 \text{ mL} \\
 &: 103,53 \text{ } \mu\text{g/ mL}
 \end{aligned}$$

Lampiran 5. Perhitungan pembuatan standar campuran 10 µg/ mL dan 1 µg/mL

Larutan standar campuran 10 µg/ mL dibuat dengan cara mengencerkan masing-masing 1 mL larutan standar (bifentrin dan deltametrin dengan asetonitril di dalam labu ukur 10 mL, sehingga diperoleh larutan standar campuran 10 µg/ mL.

$$\begin{aligned} \text{[C] Bifentrin} &: \frac{102,073 \text{ } \mu\text{g/ mL}}{10 \text{ mL}} \times 1 \text{ mL} \\ &: 10,2073 \text{ } \mu\text{g/ mL} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{[C] Deltametrin} &: \frac{103,53 \text{ } \mu\text{g/ mL}}{10 \text{ mL}} \times 1 \text{ mL} \\ &: 10,353 \text{ } \mu\text{g/ mL} \end{aligned}$$

Larutan standar campuran 1 µg/ mL dibuat dengan cara mengencerkan 1 mL larutan standar campuran dengan asetonitril di dalam labu ukur 10 mL, sehingga diperoleh larutan standar campuran 1 µg/ mL.

$$\begin{aligned} \text{[C] Bifentrin} &: \frac{10,2073 \text{ } \mu\text{g/ mL}}{10 \text{ mL}} \times 1 \text{ mL} \\ &: 1,02073 \text{ } \mu\text{g/ mL} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{[C] Deltametrin} &: \frac{10,353 \text{ } \mu\text{g/ mL}}{10 \text{ mL}} \times 1 \text{ mL} \\ &: 1,0353 \text{ } \mu\text{g/ mL} \end{aligned}$$

Lampiran 6. Perhitungan untuk pembuatan deret kurva kalibrasi

1. Konsentrasi 0,01 µg/mL

$$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2$$

$$10 \text{ } \mu\text{L} \times 1 \text{ } \mu\text{g/ mL} = 1.000 \text{ } \mu\text{L} \times C_2$$

$$C_2 = 0,01 \text{ } \mu\text{g/ mL}$$

2. Konsentrasi 0,05 µg/mL

$$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2$$

$$50 \text{ } \mu\text{L} \times 1 \text{ } \mu\text{g/ mL} = 1.000 \text{ } \mu\text{L} \times C_2$$

$$C_2 = 0,05 \mu\text{g/ mL}$$

3. Konsentrasi 0,1 $\mu\text{g/mL}$

$$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2$$

$$10 \mu\text{L} \times 10 \mu\text{g/mL} = 1.000 \mu\text{L} \times C_2$$

$$C_2 = 0,1 \mu\text{g/ mL}$$

4. Konsentrasi 0,2 $\mu\text{g/mL}$

$$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2$$

$$20 \mu\text{L} \times 10 \mu\text{g/mL} = 1.000 \mu\text{L} \times C_2$$

$$C_2 = 0,2 \mu\text{g/ mL}$$

5. Konsentrasi 0,3 $\mu\text{g/mL}$

$$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2$$

$$30 \mu\text{L} \times 10 \mu\text{g/mL} = 1.000 \mu\text{L} \times C_2$$

$$C_2 = 0,3 \mu\text{g/ mL}$$

Lampiran 7. Perhitungan konsentrasi standar dalam deret kurva kalibrasi

Konsentrasi 0,01 $\mu\text{g/ mL}$

Bifentrin

$$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2$$

$$10 \mu\text{L} \times 1,02073 \mu\text{g/ mL} = 1.000 \mu\text{L} \times C_2$$

$$C_2 = 0,0102 \mu\text{g/mL}$$

Deltametrin

$$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2$$

$$10 \mu\text{L} \times 1,0353 \mu\text{g/ mL} = 1.000 \mu\text{L} \times C_2$$

$$C_2 = 0,0103 \mu\text{g/mL}$$

Konsentrasi 0,05 $\mu\text{g/ mL}$

Bifentrin

$$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2$$

$$50 \mu\text{L} \times 1,02073 \mu\text{g/mL} = 1.000 \mu\text{L} \times C_2$$

$$C_2 = 0,051 \mu\text{g/mL}$$

Deltametrin

$$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2$$

$$50 \mu\text{L} \times 1,0353 \mu\text{g/mL} = 1.000 \mu\text{L} \times C_2$$

$$C_2 = 0,0517 \mu\text{g/mL}$$

Konsentrasi 0,1 $\mu\text{g/mL}$

Bifentrin

$$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2$$

$$10 \mu\text{L} \times 10,2073 \mu\text{g/mL} = 1.000 \mu\text{L} \times C_2$$

$$C_2 = 0,1020 \mu\text{g/mL}$$

Deltametrin

$$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2$$

$$10 \mu\text{L} \times 10,353 \mu\text{g/mL} = 1.000 \mu\text{L} \times C_2$$

$$C_2 = 0,1035 \mu\text{g/mL}$$

Konsentrasi 0,2 $\mu\text{g/mL}$

Bifentrin

$$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2$$

$$20 \mu\text{L} \times 10,2073 \mu\text{g/mL} = 1.000 \mu\text{L} \times C_2$$

$$C_2 = 0,2041 \mu\text{g/mL}$$

Deltametrin

$$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2$$

$$20 \mu\text{L} \times 10,353 \mu\text{g/mL} = 1.000 \mu\text{L} \times C_2$$

$$C_2 = 0,2070 \mu\text{g/mL}$$

Konsentrasi 0,3 $\mu\text{g/mL}$

Bifentrin

$$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2$$

$$30 \mu\text{L} \times 10,2073 \mu\text{g/mL} = 1.000 \mu\text{L} \times C_2$$

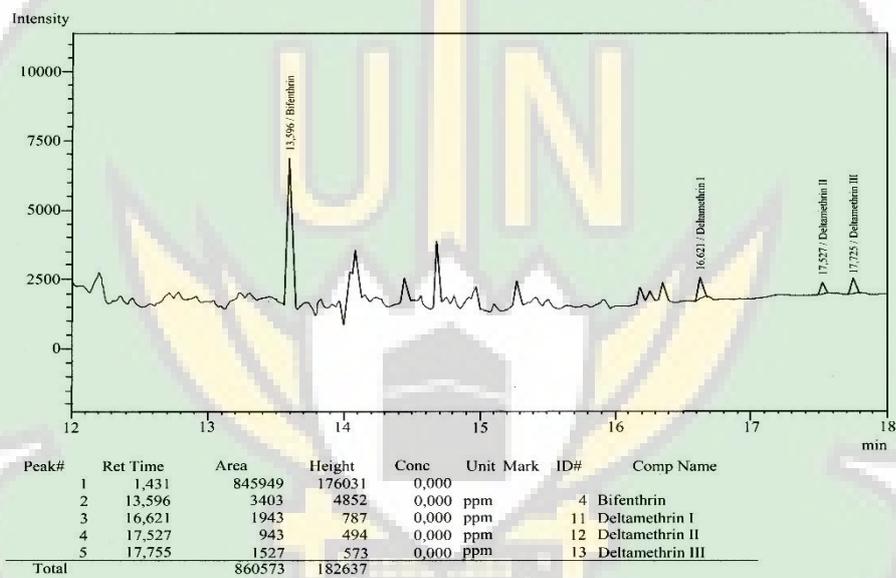
$$C_2 = 0,3062 \mu\text{g/mL}$$

Deltametrin

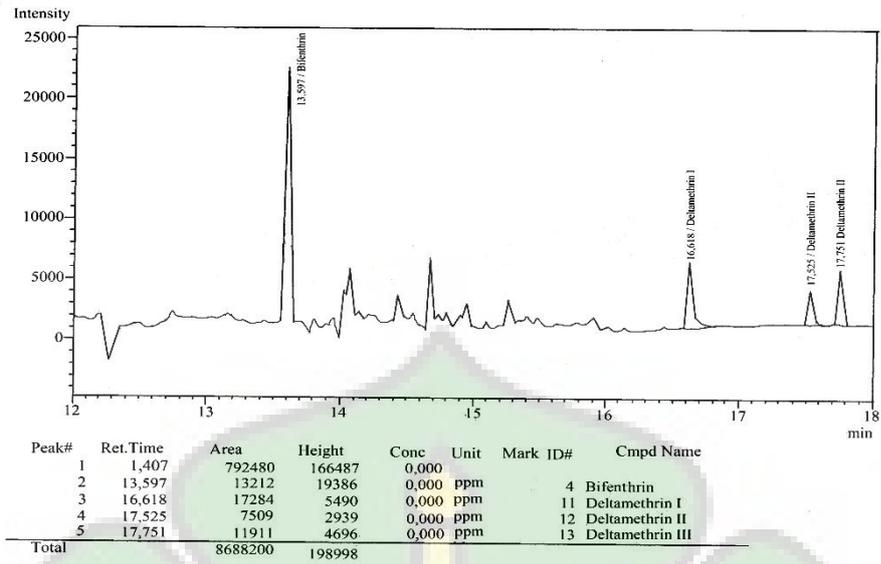
$$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2$$

$$30 \mu\text{L} \times 10,353 \mu\text{g/mL} = 1.000 \mu\text{L} \times C_2$$

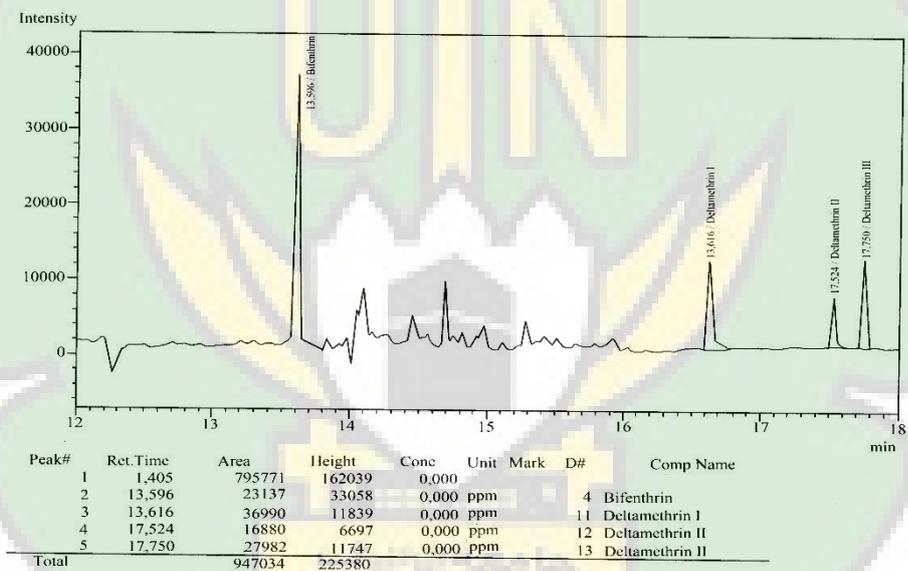
$$C_2 = 0,3106 \mu\text{g/mL}$$

Lampiran 8. Gambar kromatogram deret kurva kalibrasi

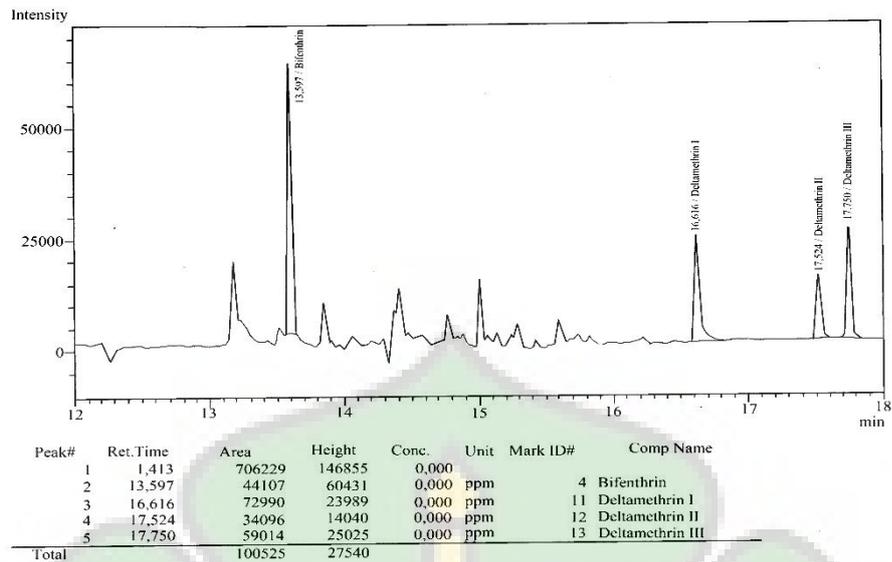
Gambar kromatogram deret 0,01



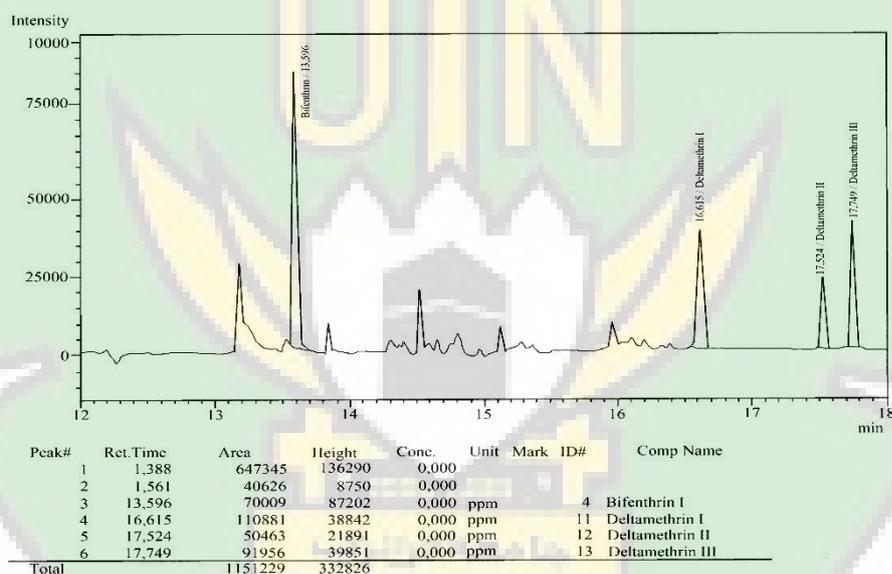
Gambar kromatogram deret 0,05



Gambar kromatogram deret 0,1



Gambar kromatogram deret 0,2



Gambar kromatogram deret 0,3

Lampiran 9. Perhitungan *blank-sample* dan *spiked-sample* terhadap standar

Perhitungan konsentrasi *blank-sample* bifentrin

$$y = ax + b$$

$$10931 = 222337x + 1109,8$$

$$10931 - 1109,8 = 222337x$$

$$9821 = 222337x$$

$$0,0442 = x$$

Perhitungan konsentrasi *spike-sample* bifentrin

$$y = ax + b$$

$$10695 = 222337x + 1109,8$$

$$10695 - 1109,8 = 222337x$$

$$9585,2 = 222337x$$

$$0,0431 = x$$

Perhitungan konsentrasi *spike-blank-sample* deltametrin

$$y = ax + b$$

$$489 = 92728x - 492,8$$

$$489 + 492,8 = 92728x$$

$$981,8 = 92728x$$

$$0,0106 = x$$

Lampiran 10. Perhitungan LoD dan LoQ

1. Perhitungan untuk bifentrin

x ($\mu\text{g/mL}$)	y (luas area)	y'	y-y'	(y-y') ²
0,0102	3403,7	3333,1541438399	70,54585616	4976,717821
0,051	13212,1	12248,8656722147	963,2343278	927820,3702
0,1020	23137,1	23410,1803536216	-273,0803536	74572,87953
0,2041	44107,6	46177,4836081249	-2069,883608	4284418,151
0,3062	70009,4	68700,2162221990	1309,183778	1713962,164
Σ	6653.332574		Sum (Σ):	7005750,2825 51

Perhitungan regresi : $y = 222337x + 1109,8$

a : slope : 222337

b : intercept : 1109,8

n : jumlah data dalam satu set perhitungan : 5 data

Perhitungan Standar Deviasi (SD). LoD dan LoQ

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(y-y')^2}{n-1}}$$

$$SD = \sqrt{\frac{7005750,282551}{5-1}}$$

$$SD = \sqrt{\frac{7005750,282551}{4}}$$

$$SD = 1323,4$$

$$LoD = 3 \times \frac{SD}{a}$$

$$LoD = 3 \times \frac{1323,4}{222337}$$

$$LoD = 0,0196$$

$$LoQ = 10 \times \frac{SD}{a}$$

$$LoQ = 10 \times \frac{1323,4}{222337}$$

$$LoQ = 0,0595$$

2. Perhitungan untuk deltametrin

x (µg/mL)	y (luas area)	y'	y-y'	(y-y') ²
0,0102	490,3	443,7533660542	46,54663395	2166,589132
0,051	4078,2	4227,0471951716	-148,8471952	22155,48751
0,1020	9094,6	8946,8917025753	147,7082974	21817,74113
0,2041	28136,7	18581,3090762345	-59,10907623	3493,882893
0,3062	70009,4	28122,9986599644	13,70134004	187,7267188
Σ	6653.332574		Sum (Σ):	49821,427375

Perhitungan regresi : $y = 92728x - 492,8$

a : slope : 92728

b : intercept : 492,8

n : jumlah data dalam satu set perhitungan : 5 data

Perhitungan Standar Deviasi (SD). LoD dan LoQ

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(y-y')^2}{n-1}}$$

$$SD = \sqrt{\frac{49821,42735}{5-1}}$$

$$SD = \sqrt{\frac{49821,42735}{4}}$$

$$SD = 111,60357$$

$$LoD = 3 \times \frac{SD}{a}$$

$$LoD = 3 \times \frac{111,60357}{92728}$$

$$LoD = 0,0040$$

$$LoQ = 10 \times \frac{SD}{a}$$

$$LoQ = 10 \times \frac{111,60357}{92728}$$

$$LoQ = 0,0120$$

Lampiran 11. Hasil uji *recovery*

1. Bifentrin

Spike ke-	%Recovery
0,01	78,41
	71,98
	77,31
	78,77
	73,17
	75,76
Rata-rata	75,90
0,05	82,40
	81,82
	80,21
	81,03
	81,25
	80,60
Rata-rata	81,22
0,1	85,66
	88,01
	85,18
	84,13
	85,34
	84,04
Rata-rata	84,50

2. Deltametrin

Spike ke-	%Recovery
0,01	109,80
	112,76
	107,30
	107,58

	105,96
	105,16
Rata-rata	108,09
0,05	78,54
	78,14
	78,78
	78,64
	79,42
	75,55
Rata-rata	78,18
0,1	83,12
	85,12
	80,28
	84,30
	80,09
	82,47
Rata-rata	82,56

Lampiran 12. Hasil uji presisi

1. Bifentrin

Spike ke-	Presisi
0,01	85,72
	78,41
	71,98
	77,31
	78,77
	73,17
Rata-rata	77,56
Stadar Deviasi	4,88
RSD	6,3
0,05	85,25
	86,63
	82,40
	81,82
	84,70
	80,16
Rata-rata	83,49
Stadar Deviasi	2,43
RSD	2,9
0,1	89,09
	87,02
	85,66
	88,01
	88,17
	85,76

Rata-rata	87,29
Stadar Deviasi	1,39
RSD	1,6

2. Deltametrin

Spike ke-	Presisi
0,01	116,18
	109,80
	112,76
	107,30
	107,58
	105,96
Rata-rata	109,93
Stadar Deviasi	3,88
RSD	3,5
0,05	76,07
	78,78
	76,17
	76,38
	71,67
	78,64
Rata-rata	76,29
Stadar Deviasi	2,58
RSD	3,4
0,1	79,11
	74,88
	80,09
	75,67
	82,47
	79,76
Rata-rata	78,66
Stadar Deviasi	2,87
RSD	3,6