

**ANALISIS RESIDU PESTISIDA PROFENOFOS PADA KUBIS
DI DAERAH TAWANGMANGU DENGAN METODE
KROMATOGRAFI GAS**

SKRIPSI



Oleh :

WENNI SUSRIA

02613170

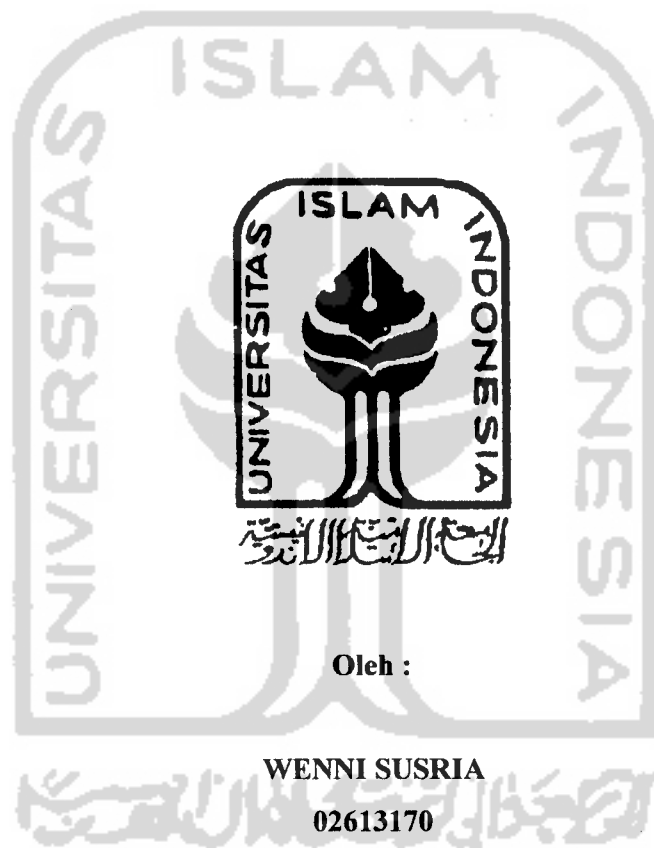
**JURUSAN FARMASI
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
YOGYAKARTA
JULI 2006**

**ANALISIS RESIDU PESTISIDA PROFENOFOS PADA KUBIS
DI DAERAH TAWANGMANGU DENGAN METODE
KROMATOGRAFI GAS**

SKRIPSI

**Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat mencapai gelar Sarjana
Farmasi (S.Farm)**

**Program Studi Farmasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia**



Oleh :

WENNI SUSRIA

02613170

**JURUSAN FARMASI
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
YOGYAKARTA
JULI 2006**

SKRIPSI

**ANALISIS RESIDU PESTISIDA PROFENOFOS PADA KUBIS
DI DAERAH TAWANGMANGU DENGAN METODE
KROMATOGRAFI GAS**



Yang diajukan oleh :

WENNI SUSRIA

02613170

Telah disetujui oleh :

Pembimbing Utama

Pembimbing Pendamping,

Dr. Sudibyo Martono, MS., Apt

M. Hatta Prabowo, SF, Apt

SKRIPSI
**ANALISIS RESIDU PESTISIDA PROFENOFOS PADA KUBIS
DI DAERAH TAWANGMANGU DENGAN METODE
KROMATOGRAFI GAS**

Oleh :
WENNI SUSRIA
02613170

Telah dipertahankan di hadapan Panitia Penguji Skripsi
Jurusan Farmasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia

Tanggal:
Ketua Penguji,


Dr. Sudibyo Martono, MS., Apt

Anggota penguji,

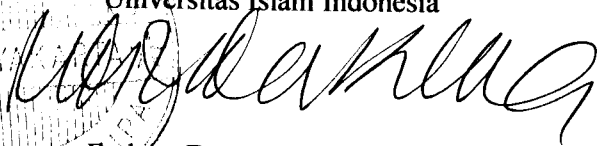

Dra. Suparmi, Msi., Apt

Anggota penguji,


M. Hatta Prabowo, SF, Apt

Mengetahui

Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia


Endang Darmawan, M.Si. Apt

PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa dalam skripsi ini tidak terdapat karya yang pernah diajukan untuk memperoleh gelar kesarjanaan di suatu Perguruan Tinggi dan sepanjang pengetahuan saya, juga tidak terdapat karya atau pendapat yang pernah ditulis atau diterbitkan oleh orang lain kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan diterbitkan dalam daftar pustaka.



Yogyakarta, Juni 2006

Penulis,

Wenni Susria

KATA PENGANTAR



Assalamu'alaikum wr.wb

Alhamdulillah, puji syukur penulis panjatkan kehadiran Allah SWT, yang telah memberikan rahmat dan hidayah-Nya, sehingga penulis dapat melaksanakan dan mengerjakan skripsi ini dengan baik. Tidak lupa pula penulis haturkan sholawat dan salam kepada Rasulullah Muhammad SAW.

Penyusunan skripsi ini dalam rangka memenuhi salah satu syarat yang harus ditempuh untuk memperoleh gelar Sarjana Farmasi (S.Farm) pada Jurusan Farmasi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia Yogyakarta.

Dalam penyusunan skripsi yang berjudul **“ANALISIS RESIDU PESTISIDA PROFENOFOS PADA KUBIS DI DAERAH TAWANGMANGU DENGAN METODE KROMATOGRAFI GAS”**, penulis menyadari sulit kiranya penyelesaian skripsi ini tanpa bantuan dari berbagai pihak, secara langsung maupun tidak langsung. Oleh karena itu, dengan penuh kerendahan hati penulis mengucapkan terima kasih dan penghargaan setinggi-tingginya kepada:

1. Dr. Sudibyo Martono, MS., Apt selaku pembimbing I yang telah banyak membimbing dan memberikan masukan, saran dan kritik selama penelitian.
2. M. Hatta Prabowo, SF, Apt selaku pembimbing II yang selalu memberikan saran, kritik dan dorongan kepada penulis.
3. Dra. Suparmi, Msi., Apt selaku dosen penguji yang telah memberi saran dan kritik.
4. Endang Darmawan, M.Si., Apt selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
5. Yandi Syukri, M.Si., Apt selaku Ketua Jurusan Farmasi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.

6. Yanto operator Kromatografi Gas LPPT UGM yang selalu membantu dari awal sampai akhir penelitian dan memberikan masukan.
7. Seluruh dosen Jurusan Farmasi Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia, terima kasih atas ilmu yang telah diberikan kepada kami selama dibangku kuliah.

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan skripsi ini masih jauh dari sempurna, untuk itu saran dan kritik yang membangun sangat penulis harapkan demi perbaikan skripsi ini. Semoga Allah SWT membalas semua amal dan kebaikan kita semua. Amien. Semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi penulis dan masyarakat luas.

Wassalamu'alaikum Wr. Wb.

Yogyakarta, Juni 2006

Penulis,

Wenni Susria



DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PENGESAHAN PEMBIMBING.....	ii
HALAMAN PENGESAHAN PENGUJI.....	iii
HALAMAN PERNYATAAN.....	iv
HALAMAN PERSEMBAHAN.....	v
KATA PENGANTAR.....	vii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR.....	xii
DAFTAR TABEL.....	xiii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiv
INTISARI.....	xvi
<i>ABSTRACT</i>	xvii
BAB I PENDAHULUAN.....	1
A. Latar Belakang Masalah.....	1
B. Rumusan Masalah.....	3
C. Tujuan Penelitian.....	3
D. Manfaat Penelitian.....	3
E. Batasan Masalah.....	3
BAB II STUDI PUSTAKA.....	4
A. Tinjauan Pustaka.....	4
1. Pestisida.....	4
a. Pengertian Pestisida.....	4
b. Penggolongan pestisida.....	4
c. Sifat pestisida.....	5
d. Insektisida Organofosfat.....	6
e. Profenofos.....	7
2. Tanaman kubis.....	9
a. Nama tanaman.....	9
b. Sistematika tanaman.....	10
c. Uraian tanaman.....	10

d. Morfologi tanaman.....	11
e. Kandungan kimia.....	11
f. Indikasi.....	12
g. Manfaat tanaman.....	12
h. Ekologi.....	13
i. Hama dan penyakit.....	13
j. Pengendalian hama dan penyakit.....	15
3. Kromatografi Gas.....	16
a. Tinjauan umum Kromatografi Gas.....	16
b. Penggolongan Kromatografi Gas.....	16
c. Komponen alat Kromatograf Gas.....	18
d. Analisis Kromatografi Gas.....	24
B. Landasan Teori.....	25
C. Keterangan Empiris.....	26
BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....	27
A. Alat dan Bahan.....	27
1. Bahan.....	27
2. Alat.....	27
B. Skematika Penelitian.....	28
C. Cara Penelitian.....	29
1. Pengambilan sampel.....	29
2. Determinasi sampel.....	29
3. Kondisi Alat kromatograf gas.....	29
a. Kolom.....	29
b. Suhu kolom.....	29
c. Suhu injektor.....	29
d. Suhu detektor.....	29
e. Detektor.....	30
f. Gas pembawa, gas pembakar.....	30
g. Volume injeksi.....	30
4. Preparasi sampel.....	30
5. Praperlakuan (proses pencucian/ <i>clean up</i>).....	30

6. Analisis kualitatif dengan GC.....	32
7. Analisis kuantitatif dengan GC.....	32
D. Analisis Hasil.....	34
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	37
A. Determinasi Sampel.....	37
B. Preparasi Sampel.....	38
C. Proses <i>clean up</i>	39
D. Kondisi Alat Kromatograf Gas.....	40
E. Analisis kualitatif dengan kromatografi gas.....	42
F. Analisis kuantitatif dengan kromatografi gas.....	44
G. Validasi metode.....	49
H. Beberapa penelitian lain tentang analisis residu profenofos.....	50
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	55
A. Kesimpulan.....	55
B. Saran.....	55
DAFTAR PUSTAKA.....	56
LAMPIRAN.....	59



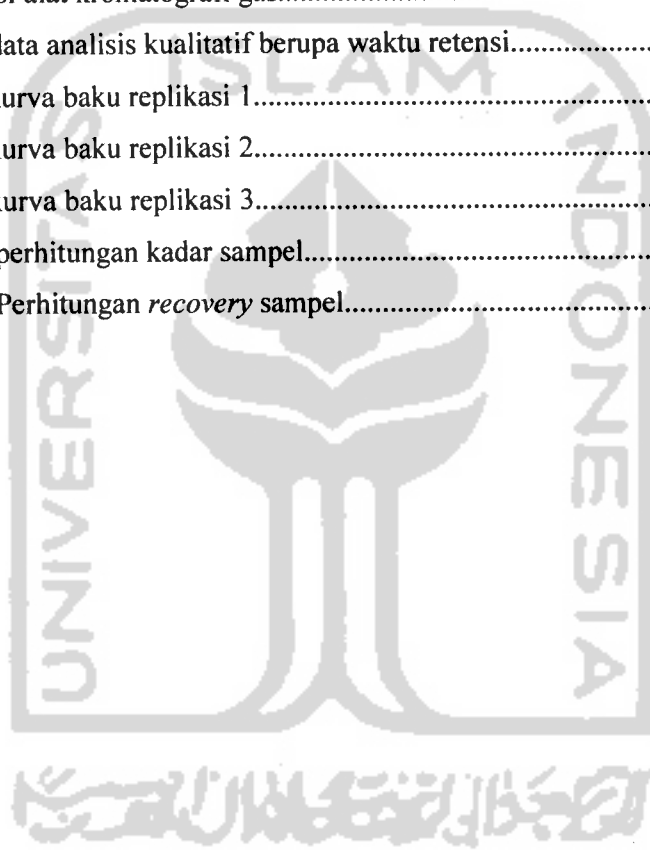
DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Struktur Profenofos.....	8
2. Gambar Kubis.....	10
3. Bagan sistem kromatografi gas.....	24
4. Kurva baku replikasi 1.....	45
5. Kurva baku replikasi 2.....	45
6. Kurva baku replikasi 3.....	46



DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
I. Nilai LD ₅₀ terhadap tikus secara oral pestisida yang banyak dipakai pada pertanian.....	6
II. Persistensi pestisida dalam tanah.....	7
III. Sifat fisikakimia profenofos.....	8
IV. Beberapa nilai <i>lethal dose</i> (LD ₅₀) Profenofos.....	9
V. Beberapa jenis fase <i>stasioner</i> yang sering dipakai.....	22
VI. Kondisi alat kromatografi gas.....	40
VII. Data-data analisis kualitatif berupa waktu retensi.....	43
VIII. Data kurva baku replikasi 1.....	44
IX. Data kurva baku replikasi 2.....	45
X. Data kurva baku replikasi 3.....	46
XI. Hasil perhitungan kadar sampel.....	47
XII. Hasil Perhitungan <i>recovery</i> sampel.....	50



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Kromatogram larutan standar profenofos 0,1904 ppm replikasi 1.....	59
2. Kromatogram larutan standar profenofos 0,476 ppm replikasi 1.....	59
3. Kromatogram larutan standar profenofos 0,952 ppm replikasi 1.....	60
4. Kromatogram larutan standar profenofos 1,904 ppm replikasi 1.....	60
5. Kromatogram larutan standar profenofos 2,856 ppm replikasi 1.....	61
6. Kromatogram larutan standar profenofos 0,1094 ppm replikasi 2.....	61
7. Kromatogram larutan standar profenofos 0,476 ppm replikasi 2.....	62
8. Kromatogram larutan standar profenofos 0,952 ppm replikasi 2.....	62
9. Kromatogram larutan standar profenofos 0,1,904 ppm replikasi 2.....	63
10. Kromatogram larutan standar profenofos 2,856 ppm replikasi 2.....	63
11. Kromatogram larutan standar profenofos 0,1904 ppm replikasi 3.....	64
12. Kromatogram larutan standar profenofos 0,476 ppm replikasi 3.....	64
13. Kromatogram larutan standar profenofos 0,952 ppm replikasi 3.....	65
14. Kromatogram larutan standar profenofos 1,904 ppm replikasi 3.....	65
15. Kromatogram larutan standar profenofos 2,856 ppm replikasi 3.....	66
16. Kromatogram Sampel A replikasi 1 injeksi 1.....	66
17. Kromatogram Sampel A replikasi 1 injeksi 2.....	67
18. Kromatogram Sampel A replikasi 1 injeksi 3.....	67
19. Kromatogram Sampel A replikasi 2 injeksi 1.....	68
20. Kromatogram Sampel A replikasi 2 injeksi 2.....	68
21. Kromatogram Sampel A replikasi 2 injeksi 3.....	69
22. Kromatogram Sampel A replikasi 3 injeksi 1.....	69
23. Kromatogram Sampel A replikasi 3 injeksi 2.....	70
24. Kromatogram Sampel A replikasi 3 injeksi 3.....	70
25. Kromatogram Sampel B replikasi 1 injeksi 1.....	71
26. Kromatogram Sampel B replikasi 1 injeksi 2.....	71
27. Kromatogram Sampel B replikasi 1 injeksi 3.....	72
28. Kromatogram Sampel B replikasi 2 injeksi 1.....	72
29. Kromatogram Sampel B replikasi 2 injeksi 2.....	73

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Kromatogram larutan standar profenofos 0,1904 ppm replikasi 1.....	59
2. Kromatogram larutan standar profenofos 0,476 ppm replikasi 1.....	59
3. Kromatogram larutan standar profenofos 0,952 ppm replikasi 1.....	60
4. Kromatogram larutan standar profenofos 1,904 ppm replikasi 1.....	60
5. Kromatogram larutan standar profenofos 2,856 ppm replikasi 1.....	61
6. Kromatogram larutan standar profenofos 0,1094 ppm replikasi 2.....	61
7. Kromatogram larutan standar profenofos 0,476 ppm replikasi 2.....	62
8. Kromatogram larutan standar profenofos 0,952 ppm replikasi 2.....	62
9. Kromatogram larutan standar profenofos 0,1,904 ppm replikasi 2.....	63
10. Kromatogram larutan standar profenofos 2,856 ppm replikasi 2.....	63
11. Kromatogram larutan standar profenofos 0,1904 ppm replikasi 3.....	64
12. Kromatogram larutan standar profenofos 0,476 ppm replikasi 3.....	64
13. Kromatogram larutan standar profenofos 0,952 ppm replikasi 3.....	65
14. Kromatogram larutan standar profenofos 1,904 ppm replikasi 3.....	65
15. Kromatogram larutan standar profenofos 2,856 ppm replikasi 3.....	66
16. Kromatogram Sampel A replikasi 1 injeksi 1.....	66
17. Kromatogram Sampel A replikasi 1 injeksi 2.....	67
18. Kromatogram Sampel A replikasi 1 injeksi 3.....	67
19. Kromatogram Sampel A replikasi 2 injeksi 1.....	68
20. Kromatogram Sampel A replikasi 2 injeksi 2.....	68
21. Kromatogram Sampel A replikasi 2 injeksi 3.....	69
22. Kromatogram Sampel A replikasi 3 injeksi 1.....	69
23. Kromatogram Sampel A replikasi 3 injeksi 2.....	70
24. Kromatogram Sampel A replikasi 3 injeksi 3.....	70
25. Kromatogram Sampel B replikasi 1 injeksi 1.....	71
26. Kromatogram Sampel B replikasi 1 injeksi 2.....	71
27. Kromatogram Sampel B replikasi 1 injeksi 3.....	72
28. Kromatogram Sampel B replikasi 2 injeksi 1.....	72
29. Kromatogram Sampel B replikasi 2 injeksi 2.....	73

ANALISIS RESIDU PESTISIDA PROFENOFOS PADA KUBIS DI DAERAH TAWANGMANGU DENGAN METODE KROMATOGRAFI GAS

INTISARI

Kubis merupakan salah satu sayuran yang sering dikonsumsi masyarakat. Kubis juga merupakan hasil produksi pertanian yang mudah terserang ulat, serangga, dan jamur. Pencegahan dan penanggulangan, petani kubis daerah Tawangmangu banyak menggunakan pestisida profenofos. Tingkat pengetahuan petani tentang pestisida yang masih rendah menyebabkan penggunaan profenofos tidak sesuai dengan aturan yang dianjurkan. Hal tersebut menyebabkan pencemaran baik tanah, air, hewan, tumbuhan, dan kesehatan manusia. Pengaruh profenofos pada kesehatan manusia yaitu sakit perut, kejang-kejang otot, sakit kepala, sesak nafas, mual, muntah, bahkan kematian. Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui kadar residu pestisida pada kubis daerah Tawangmangu yang disemprot pestisida profenofos. Kadar residu profenofos dalam sampel dibandingkan dengan Batas Maksimum Residu profenofos yang ditetapkan oleh *Food and Drug Administration* yaitu 0,02 ppm. Metode analisis kualitatif dan kuantitatif residu pestisida profenofos menggunakan kromatografi gas dengan detektor fotometri nyala filter P, kolom Silicone DC200 Chromosorb W (A/W), gas pembawa nitrogen. Ekstraksi sampel menggunakan pelarut etil asetat dan *clean up* menggunakan larutan petroleum eter dan dietil eter (1:1 V/V). Parameter analisis kualitatif berupa waktu retensi. Parameter analisis kuantitatif berupa luas area. Kadar residu profenofos dapat diperoleh dengan memplotkan luas area ke dalam persamaan Regresi Linier profenofos standar. Persamaan regresi linier yang diperoleh $Y = 0,584X - 0,006$ dengan koefisien korelasi 0,999. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kadar residu pestisida profenofos pada sampel kubis A adalah 0,01 ppm yang masih aman untuk dikonsumsi, sedangkan sampel B diperoleh kadar residu profenofos yaitu 0,02 ppm yang sudah tidak aman untuk dikonsumsi. Pada penelitian ini, diperoleh *recovery* 94,90% maka metode ini merupakan metode yang tepat untuk menganalisis residu profenofos pada kubis.

Kata kunci : Kubis, Kromatografi Gas, , pestisida, profenofos

THE ANALYSIS OF PROFENOFOS RESIDUES IN CABBAGES AT TAWANGMANGU BY GAS CHROMATOGRAPHY

ABSTRACT

Cabbage was one of vegetables which usually was consumed by people. Cabbage was agricultural product which was easily affected by worm, insect, and fungi. To avoid and controlled it, farmer of cabbages used profenofos pesticide. Minimum of knowledge of farmers at Tawangmangu caused using profenofos was inappropriate on the arrangement. This problem caused pollution in soil, water, animals, agricultural plants, and human healthy. Profenofos influences on human healthy such as abdominal cramps, diarrhea, dizziness, tightness in chest, vomiting, nausea, muscle twitching, and dead. The aim of this research was to know concentration of profenofos residues in cabbages at Tawangmangu which were given profenofos insecticide. Profenofos residue in sample was compared with maximum residues limit which is decided by Food Drug Administration is 0.02 ppm. The method of analysis qualitative and quantitative used a gas chromatography with Flame Photometry Detector filter P, Silicone DC200 Chromosorb W (A/W) column, carrier gas of Nitrogen. The extraction of samples used ethyl acetate and clean up with a mixture of petroleum ether-diethyl ether (1:1 V/V). The parameter of qualitative analysis in this research was retention time. The parameter of quantitative analysis was peak area. Profenofos residues concentration could be obtained to substitute the peak area in the linier regression equation of profenofos. The linier regression equation of profenofos was $Y = 0.584X - 0.006$ with coefficient correlation (r) of 0.999. The result that the concentration of profenofos residues in sample cabbages A at Tawangmangu in sample of cabbages A were 0.01 ppm which were safety to be consumed and the concentration of profenofos residues in sample of cabbages B were 0.02 ppm which were unsafety to be consumed. The recovery of profenofos in cabbage was 94.90%, that the method was accurately method to analyze profenofos residues in cabbages.

Keyword: cabbages, gas chromatography, pesticide, profenofos

BAB I

PENDAHULUAN



A. Latar Belakang Masalah

Kubis adalah salah satu contoh sayuran yang sering sekali dimakan sebagai makanan segar untuk lalapan maupun campuran aneka makanan misalnya sayur sop, gado-gado, sayur lodeh, karedok dan lain-lain. Akan tetapi, kubis juga merupakan tanaman yang sangat mudah sekali terserang penyakit yang disebabkan oleh hama seperti ulat daun, ulat pteulla, ulat croci, ulat tanah, kutu daun, dan sebagainya (Rukman, 1994).

Masalah kerusakan tanaman akibat serangan hama telah merupakan masalah biasa yang terjadi dalam pertanian sejak manusia mengusahakan pertanian ribuan tahun lalu. Mula-mula manusia membunuh hama secara biasa yaitu penggunaan predator sebagai bentuk reaksi pertahanan alami manusia yang dilandasi pengetahuan biologi dan ekologi. Tetapi metode pengendalian tersebut masih dianggap kurang efektif dan kurang praktis.

Konsep pengendalian hama diubah menjadi bertumpukan pada penggunaan pestisida. Ternyata pestisida sangat efektif, praktis, dan mendatangkan keuntungan ekonomi yang besar bagi petani. Disisi lain, pengetahuan para petani di Indonesia tentang pestisida sangat rendah sehingga penggunaan pestisida yang dilakukan oleh petani holtikultura pada umumnya tidak sesuai aturan dosis yang dianjurkan yaitu dengan meningkatkan konsentrasi pestisida dan mengabaikan interval waktu penyemprotan hama.

Petani kubis daerah Tawangmangu menggunakan pestisida dengan nama dagang Curacron 500 EC untuk mengatasi penyakit akar bengkok dan profile 430 EC untuk mengatasi serangga kecil yang dapat menyebabkan daun kubis berlubang-lubang. Petani kubis daerah Tawangmangu menggunakan kedua pestisida tersebut dalam waktu bersamaan dengan takaran yang tertera pada kemasan produk. Pada kenyataannya, Profile 430 EC mengandung profenofos 430 g/l sedangkan Curacron mengandung profenofos 500 g/l. Tingkat pengetahuan yang masih rendah petani kubis di daerah tersebut menyebabkan penyalahgunaan pestisida profenofos. Hal tersebut mengakibatkan dosis profenofos yang

digunakan sangat berlebihan. Padahal profenofos merupakan pestisida yang bekerja sebagai insektisida yang berfungsi membunuh serangga, sedangkan penyakit akar bengkok disebabkan oleh jamur *Plasmodiphora brassicae* Wor., sehingga profenofos tidak efektif mengatasi penyakit akar bengkok. Melihat pertumbuhan tanaman kubis yang tidak terlalu baik maka petani meningkatkan frekuensi penyemprotan pestisida profenofos, yang semula 1x seminggu menjadi 2x seminggu dengan kedua pestisida tersebut pada waktu yang sama. Kondisi tersebut juga sudah tidak sesuai lagi dengan anjuran yang tertera pada label kemasan, sehingga menyebabkan dosis pestisida profenofos menjadi berlebihan. Penggunaan pestisida tersebut akan meninggalkan residu pestisida profenofos pada tanaman kubis akibatnya terjadi akumulasi. Jadi kesalahan dalam memilih jenis pestisida berakibat tidak efektifnya pestisida tersebut, misalnya organisme pengganggu tanaman tidak terkontrol dan tanaman tidak sembuh. Hal ini mendorong pengulangan aplikasi pestisida berkali-kali dalam jangka waktu pendek yang dampaknya antara lain residunya tinggi. Walaupun kandungan residu pestisida profenofos kecil tetapi jika setiap hari kita mengonsumsi sayur kubis yang mengandung residu pestisida profenofos sedikit demi sedikit, maka akan terjadi akumulasi dalam tubuh manusia. Apabila kadar residu pestisida profenofos tersebut telah melampaui batas maksimal residu yang ditetapkan oleh *Food and Drugs Administration* maka akan menimbulkan efek toksik akut maupun kronis bahkan kematian.

Profenofos adalah golongan pestisida organofosfat yang disukai oleh petani kubis karena mempunyai daya basmi yang kuat, cepat dan hasilnya terlihat jelas pada tanaman kubis. Departemen Pertanian Republik Indonesia menganjurkan pemakaian pestisida profenofos karena memiliki sifat mudah terdegradasi di alam. Meskipun demikian, residu pestisida profenofos pada manusia dapat menimbulkan keracunan baik akut maupun kronis, hal ini disebabkan oleh sifat akumulatif dari residu pestisida profenofos (Alegantina dkk., 2005).

Efek toksik yang dapat terjadi akibat pestisida profenofos meliputi penghambatan asetilkolinesterase sehingga terjadi akumulasi asetilkolin. Akumulasi asetilkolin dalam tubuh dapat menyebabkan gejala keracunan baik

ringan, sedang, maupun berat. Gejala keracunan ringan bisa berupa pusing, sakit perut, mata kabur, diare, keluar keringat berlebihan, sakit otot, mual dan muntah. Untuk gejala keracunan sedang sama seperti gejala-gejala keracunan ringan, tetapi ditambah beberapa gejala lain seperti badan lemah, kejang otot, susah konsentrasi, mata mengecil, susah tidur, gelisah terus-menerus. Sedangkan gejala keracunan berat berupa kehilangan kesadaran, koma, sesak nafas, kuku dan bibir membiru (sianosis), kematian (Orme dan Kegley, 2006).

Mengingat toksisitas yang ditimbulkan oleh pestisida profenofos terhadap kesehatan manusia, maka dilakukan penelitian analisis terhadap kadar residu pestisida profenofos yang terkandung pada hasil produksi pertanian khususnya kubis. Penelitian ini berguna untuk mengetahui kadar residu pestisida yang terkandung dalam kubis di daerah Tawangmangu sudah melebihi ambang batas aman atau belum yang diijinkan oleh FDA (*Food and Drugs Administration*).

B. Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas timbul suatu permasalahan, yaitu:

1. Apakah terdapat residu pestisida profenofos pada kubis di daerah Tawangmangu?
2. Berapakah kadar pestisida profenofos pada kubis di daerah Tawangmangu?

C. Tujuan Penelitian

1. Mengetahui ada tidaknya residu pestisida profenofos pada kubis di daerah Tawangmangu.
2. Menetapkan kadar residu pestisida profenofos pada kubis di daerah Tawangmangu.

E. Manfaat Penelitian

Dari hasil penelitian yang diperoleh akan sangat berguna untuk memberi pengetahuan baru bagi petani agar tidak menggunakan pestisida dalam pemberantasan hama melainkan dengan penggunaan predator dan bahan lain yang alami dan tidak berbahaya, sehingga hasil produksi pertanian khususnya kubis lebih aman dan sehat untuk dikonsumsi.

F. Batasan Masalah

Kubis yang dianalisis adalah kubis yang dibudidayakan di Desa Bulak Rejo, Kecamatan Tawangmangu, Kabupaten Karang Anyar, Propinsi Jawa Tengah.



BAB II

STUDI PUSTAKA

A. Tinjauan Pustaka

1. Pestisida

a. Pengertian Pestisida

Istilah pestisida merupakan terjemahan dari *pesticide* (Inggris) yang berasal dari bahasa Latin *pestis* dan *caedo* yang diterjemahkan secara bebas menjadi racun untuk mengendalikan jasad pengganggu tanaman. Istilah jasad pengganggu pada tanaman sering juga disebut dengan organisme pengganggu tanaman (OPT) (Wudianto, 2004).

Menurut Peraturan Pemerintah Nomor 7 tahun 1973 pasal 1 pengertian pestisida adalah semua zat kimia dan bahan lain serta jasad renik dan virus yang digunakan untuk memberantas atau mencegah hama-hama dan penyakit-penyakit yang merusak tanaman, memberantas rerumputan, mematikan daun dan mencegah pertumbuhan yang tidak diinginkan, mengatur atau merangsang tanaman atau bagian-bagian tanaman tidak termasuk pupuk, memberantas atau mencegah hama-hama air, memberantas atau mencegah binatang-binatang yang dapat menyebabkan penyakit pada manusia atau binatang yang perlu dilindungi dengan penggunaan pada tanaman, tanah, dan air (Wudianto, 2004). Pestisida adalah zat untuk membunuh atau mengendalikan hama (Lu, 1995).

b. Penggolongan Pestisida

Pestisida biasanya dikelompokkan berdasarkan penggunaannya dan sifat kimianya sebagai berikut: (Wudianto, 2004; Lu, 1995)

- 1) Insektisida adalah bahan yang mengandung senyawa kimia beracun yang bisa membunuh serangga, yang meliputi insektisida organofosfat, insektisida organoklorin, insektisida karbamat, insektisida tumbuhan dan insektisida lain.
- 2) Herbisida adalah senyawa beracun yang dapat dimanfaatkan untuk membunuh tumbuhan pengganggu yang disebut gulma.

- 3) Fungisida adalah bahan yang mengandung senyawa kimia beracun dan digunakan untuk memberantas dan mencegah fungi atau cendawan.
- 4) Rodentisida adalah bahan yang mengandung senyawa kimia beracun yang digunakan untuk mematikan beberapa jenis binatang pengerat, misalnya tikus.
- 5) Fumigan adalah bahan yang biasanya digunakan untuk membunuh hama, terutama telur.
- 6) Pestisida lain, meliputi pisisida, algisida, alvisida, larvisida, ovisida, termisida, pedukulisida, silvisida, piscisida, arborisida, predasida.

c. Sifat pestisida

Dua sifat yang sangat penting, terutama yang perlu dipertimbangkan mengenai efeknya terhadap lingkungan yaitu toksisitas dan kemudahan terdegradasi. Toksisitas ditunjukkan dengan harga *lethal dose* (LD_{50}), seperti tertera pada tabel I.

Tabel I. Nilai LD_{50} terhadap tikus secara oral pestisida yang banyak dipakai pada pertanian (Hodgson dan Levi, 2000; Lu, 1995)

Nama pestisida	LD_{50} (mg/kg)
Parathion-m-etil	14
Parathion	3-13
Diazinon	250-285
Disulfoton	2-7
Malathion	1000-1375
Diklorvos	56
Fenithrothion	500
Fenthion	15
Azinfosmetil	13
Klorfenvinfos	15
Dimetoat	215
Mevinvos	6,1
Triklorfon	630
DDT	113
Metoksiklor	5000
Mireks	600
Aldrin/dieldrin	55
Klordan	343
Lindan	88
Heptaklor	100

Tabel I. Lanjutan

Nama pestisida	LD ₅₀ (mg/kg)
Endrin	18
Karbaril	250-550
Propoksur	100
Aldicarb	-1
Piretrum	800-1500
Fenvalerat	450

Untuk kecepatan degradasi ditunjukkan dengan data waktu paruh ($t_{1/2}$) yang pada umumnya tergantung struktur kimianya. Secara kasar, dapat diperbandingkan waktu paruh dari keempat golongan pestisida, seperti yang tertera pada tabel II.

Tabel II. Persistensi pestisida dalam tanah (Connell dan Miller, 1995)

Golongan pestisida	$t_{1/2}$ (tahun)
Karbamat	$\pm 0,02$ (1 mg)
Organofosfat	$\pm 0,02-0,2$ (1-10 mg)
Organoklorin	$\pm 2-4$

d. Insektisida Organofosfat

Insektisida organofosfat adalah ester asam fosfat atau asam tiofosfat dan secara luas digunakan untuk mengendalikan serangga (Hodgson and Levi, 2000). Sifat umum insektisida organofosfat antara lain memiliki persistensi yang terbatas dalam lingkungan alamiah, larut dalam air (Connell dan Miller, 1995).

Insektisida organofosfat bekerja menghambat asetilkolinesterase (AChE), mengakibatkan akumulasi asetilkolin (ACh). ACh yang berlebihan menyebabkan berbagai jenis simptom dan tanda-tanda. ACh yang ditimbun dalam sistem saraf pusat akan menginduksi tremor, inkoordinasi, kejang-kejang. Dalam sistem saraf autonom akumulasi ini akan menyebabkan diare, urinasi tanpa sadar, bronkokonstriksi, miosis. Penghambatan AChE yang diinduksi oleh insektisida organofosfat lebih sulit pulih dibandingkan induksi dengan insektisida karbamat. Insektisida organofosfat umumnya tidak bersifat karsinogenik, kecuali senyawa yang mengandung halogen misalnya tetraklorinfos (Lu, 1995).

Golongan organofosfat merupakan derivat dari phosphoric acid dan biasanya sangat toksik terhadap hewan bertulang belakang. Golongan

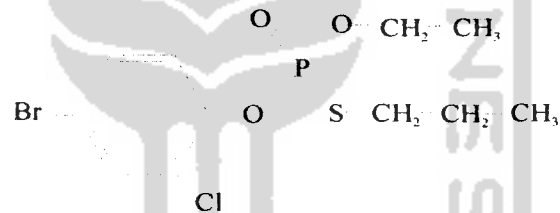
organofosfat juga tidak stabil dan nonpersisten, sehingga golongan ini dapat menggantikan golongan organoklorin (Sudarmo, 1991).

Insektisida organofosfat dibedakan menjadi tiga golongan, antara lain:

- 1) Derivat aliphatic, misalnya tetraethyl pyrophosphate (TEPP), malathion, monocrotophos, dichlorovos, mevinphos, methamidophos.
- 2) Derivat phenil, misalnya ethyl parathion, ronnel, crofomate, profenophos.
- 3) Derivat heterocyclic, misalnya diazinon, chlorpyrifosdialifor, methidathion, phosmet (Sudarmo, 1991).

e. Profenofos

Profenofos adalah insektisida golongan organofosfat yang memiliki daya basmi yang kuat, cepat dan hasilnya terlihat jelas pada tanaman (Alegantina, dkk, 2005). Profenofos juga sebagai insektisida sistemik golongan fenil organofosfat yang memiliki spektrum luas (Sudarmo, 1991). Struktur profenofos dapat dilihat pada gambar 1 sebagai berikut:



Gambar 1. Struktur profenofos

Profenofos memiliki sifat fisikakimia dan data toksikologi yang dapat menunjukkan ketoksikan profenofos. Sifat fisikakimia profenofos dapat dilihat pada tabel III sebagai berikut:

Tabel III. Sifat fisikakimia profenofos (Anonim, 2001)

No.	Sifat fisikakimia	Keterangan
1.	Golongan	Insektisida Organofosfat
2.	Nama kimia	O- (4-bromo-2-chlorpheny) O-ethyl-S-propyl phosphorothioate

Tabel III. Lanjutan

No.	Sifat fisikakimia	Keterangan
3.	Rumus empiris	$C_{11}H_{15}BrClO_3PS$
4.	Pemerian	Cairan, kuning muda
5.	Berat molekul	373,6
6.	Titik didih	110°C/15 mm Hg
7.	Tekanan uap	1,24 x 10 ⁻⁴ pa pada 25° C 1,3 m pa pada 20°C
8.	Indeks bias	1,5493 – 15495
9.	Berat jenis	1,455 mg/ml pada 20°C
10.	Kelarutan	Larut dalam air 20 mg/liter pada 20° C; 25 mg/liter pada 25° C. Campur dengan banyak pelarut organik.
11.	Stabilitas	Relatif stabil pada alam dan kondisi asam lemah. Tidak stabil dibawah kondisi alkali
12.	Hidrolisis	Pada 20° C, kehilangan 50% dalam 93 hari pada pH 5; 14,6 hari pada pH 7; 5,7 jam pada pH 9.
13	Suhu penyimpanan	4° C

Toksisitas profenofos dapat ditunjukkan dengan harga *lethal dose* (LD₅₀). Beberapa nilai *lethal dose* (LD₅₀) profenofos dapat dilihat pada tabel IV sebagai berikut:

Tabel IV. Beberapa nilai lethal dose (LD₅₀) Profenofos (Anonim, 2001)

No.	Sifat toksisitas	Keterangan
1.	LD ₅₀ akut oral untuk tikus	358 mg/kg berat badan
2.	LD ₅₀ akut oral untuk kelinci	700 mg/kg berat badan
3.	Iritasi kulit dan mata	Ringan/moderat
4.	Inhalasi untuk tikus (LC ₅₀ -4 jam)	3 mg/liter
5.	LD ₅₀ akut dermal untuk tikus	> 4640 mg/kg
6.	Bees	racun

Profenofos merupakan insektisida golongan organofosfat yang memiliki sifat sedikit larut dalam air. Profenofos juga dapat mengalami degradasi bila terkena cahaya matahari dan dalam kondisi alkali (Orme dan Kegley, 2006).

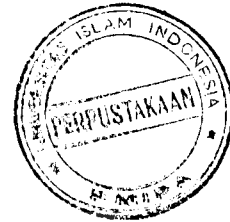
Kerja insektisida profenofos yaitu menghambat enzim asetilkolinesterase pada serangga maupun manusia. Pada serangga, kerja profenofos melalui kontak dengan serangga sehingga serangga akan kejang-kejang bahkan mati jika serangga terkena profenofos. Pada manusia, profenofos bekerja melalui lambung sehingga manusia yang memakan makanan yang mengandung profenofos maka dapat menimbulkan masalah kesehatan pada manusia seperti gejala keracunan ringan, sedang, dan berat. Gejala keracunan ringan bisa berupa pusing, sakit perut, mata kabur, diare, keluar keringat berlebihan, sakit otot, mual dan muntah. Untuk gejala keracunan sedang sama seperti gejala-gejala keracunan ringan, tetapi ditambah beberapa gejala lain seperti badan lemah, kejang otot, susah konsentrasi, mata mengecil (miosis), susah tidur, gelisah terus-menerus. Sedangkan gejala keracunan berat berupa kehilangan kesadaran, koma, sesak nafas, kuku dan bibir membiru (sianosis), pengeluaran air seni dan defekasi tanpa sadar, kematian (Orme dan Kegley, 2006).

Cara yang aman untuk mengendalikan tanpa menggunakan pestisida sebagai berikut:

- 1) Dengan cara kultur teknik yaitu mengatur waktu tanam yang tepat, pergiliran tanaman, melakukan tumpang sari antara tanaman satu dengan tanaman lain, menjaga kebersihan kebun atau sanitasi, menanam benih yang sehat.
- 2) Cara hayati (biologi) dengan melepas predator atau parasitoid.
- 3) Cara mekanis yakni mengumpulkan dan membunuh ulatnya secara langsung (Rukman, 1994).
- 4) Menggunakan bahan alami yang berasal dari tumbuhan dan tidak berbahaya seperti daun mimbi.

2. Tanaman kubis (*Brassica oleracea* var. *capitata*)

Gambar kubis dapat dilihat sebagai berikut:



Gambar 2. Kubis

a. Nama Tanaman

Nama daerah : kol, kobis, kubis telur, kubis krop
 Nama asing : Cabbage
 Nama simplisia : *Brassica capitatae* Folium (daun kubis)

(Dalimartha, 2000)

b. Sistematika Tanaman

Menurut tinjauan sistematika, maka tanaman kubis dapat digolongkan sebagai berikut:

Divisio : Spermatophyta
 Sub division : Angiospermae
 Kelas : Dicotyledonae
 Keluaraga : Cruciferae (Brassicaceae)
 Genus : Brassica
 Spesies : *Brassica oleracea* var. *capitata*

(Reginawanty, 1999)

c. Uraian Tanaman

Kol atau kubis merupakan tanaman sayur famili Brassicaceae berupa tumbuhan berbatang lunak yang dikenal sejak zaman purbakala (2500-2000 SM). Kubis merupakan tanaman yang dipuja dan dimuliakan masyarakat Yunani kuno (Anonim, 2004).

Keluarga kubis-kubisan memiliki jenis yang cukup banyak. Jenis kubis yang ditanam di Indonesia, antara lain kubis, kubis bunga, brokoli, kubis tunas, kubis rabi, dan kale. Jenis kubis-kubisan ini diduga dari kubis liar *Brassica*

oleracea var. *sylvestris*, yang tumbuh di sepanjang pantai Laut Tengah, Pantai Inggris, Denmark, dan sebelah utara Perancis Barat. Kubis liar tersebut ada yang tumbuh sebagai tanaman *biennial* dan ada juga yang *perennial*. Kubis yang telah dibudidayakan dibuat menjadi tanaman *annual*. Untuk memperoleh bijinya, kubis tersebut dibiarkan tumbuh sebagai tanaman *biennial*. Sayuran ini dapat ditanam di dataran rendah maupun dataran tinggi dengan curah hujan rata-rata 850-900 mm. Kubis dapat diperbanyak dengan biji atau setek tunas (Dalimartha, 2000).

Kubis banyak ditanam di dataran tinggi dengan sentra terdapat di Dieng, Wonosobo, Tawangmangu, Kopeng, Salatiga, Purbalingga, Malang, Brastagi, Argalingga, Losari, Cipanas, Lembang, Garut, Pengalengan, dan beberapa daerah lain di Bali, Timor-Timur, Nusa Tenggara Timur, Irian Jaya, Lampung. Tetapi beberapa varietas dapat ditanam di dataran rendah (Anonim, 2004).

d. Morfologi Tanaman

Daunnya bulat, oval, sampai lonjong, membentuk roset akar yang besar dan tebal, warna daun bermacam-macam, antara lain putih (*forma alba*), hijau, dan merah keunguan (*forma rubra*). Awalnya, daunnya yang berlapis lilin tumbuh lurus, daun-daun berikutnya tumbuh membengkok, menutupi daun-daun muda yang terakhir tumbuh. Pertumbuhan daun terhenti ditandai dengan terbentuknya krop atau telur (kepala) dan krop samping pada kubis tunas (*Brussel sprouts*). Selanjutnya krop akan pecah dan keluar malai bunga yang bertangkai panjang, bercabang-cabang, berdaun kecil-kecil, mahkota tegak, berwarna kuning. Buahnya buah polong berbentuk silindris, panjang 5-10 cm, berbiji banyak. Biji berdiameter 2-4 mm, berwarna coklat kelabu (Dalimartha, 2000).

Di daerah subtropik yang suhu udaranya dingin, tanaman kubis tumbuh pada dua musim dan menghasilkan bunga, buah serta biji. Di Indonesia pembungaan kubis hanya dapat dirangsang dengan cara pengaturan suhu rendah (vernalisasi) pada suhu 0-4° C selama 1-2 bulan. Dari ketiak daun akan keluar tangkai bunga tumbuh ke sebelah atas (Rukman, 1994).

Struktur bunga kubis terdiri atas 4 helai daun kelopak berwarna hijau, 4 helai daun mahkota berwarna kuning-muda, 4 helai benangsari bertangkai panjang, 2 helai benangsari bertangkai pendek, dan 1 buah putik yang beruang

dua. Selama 1-2 bulan tanaman kubis dapat berbunga terus dan jumlah bunga yang dihasilkan mencapai lebih dari 500 kuntum. Tanaman kubis termasuk mudah sekali kawin silang, tetapi sukar untuk mengadakan penyerbukan sendiri (Rukman, 1994).

e. Kandungan Kimia

Kubis segar mengandung air, protein, lemak, karbohidrat, serat, kalsium, fosfor, besi, natrium, kalium, vitamin (A, C, E, tiamin, riboflavin, nikotinamid), dan beta karoten. Selain itu, juga mengandung senyawa sianohidroksibutena (CHB), sulforafan, dan iberin yang merangsang pembentukan glutathione yaitu suatu enzim yang bekerja dengan cara menguraikan dan membuang zat-zat beracun yang beredar di dalam tubuh. Tingginya vitamin C dalam kubis dapat mencegah timbulnya *scorbut* (*scurvy*). Adanya zat antosianin menyebabkan warna kubis dapat berubah menjadi merah (Dalimartha, 2000).

Kandungan zat aktifnya, sulforafan dan histidin dapat menghambat pertumbuhan tumor, mencegah kanker kolon, dan rektum, detoksifikasi senyawa kimia berbahaya, seperti kobalt, nikel dan tembaga yang berlebihan di dalam tubuh, serta meningkatkan daya tahan tubuh untuk melawan kanker. Kandungan asam amino dalam sulfurnya, juga berkhasiat menurunkan kadar kolesterol yang tinggi, penenang saraf, dan membangkitkan semangat (Dalimartha, 2000).

f. Indikasi

Kubis digunakan untuk pengobatan sebagai berikut:

- 1) Gatal akibat jamur candida (*candidiasis*),
- 2) Jamur di kulit kepala, tangan dan kaki
- 3) Kadar kolesterol darah tinggi,
- 4) Radang sendi (*arthritis*),
- 5) Melindungi tubuh dari sinar radiasi, seperti : sinar X-ray, komputer, microwave, dan televisi berwarna
- 6) Antidot pada mabuk alkohol (*hangover*), racun di hati,
- 7) Menghilangkan keluhan prahaid (premenstrual sindrom),
- 8) Mencegah tumor membesar,

- 9) Mencegah kanker kolon dan rektum,
- 10) Borok (*ulkus*) pada saluran cerna, dan
- 11) Sulit buang air besar atau sembelit (Dalimartha, 2000).

g. Manfaat Tanaman

Kol atau kubis kini dikenal sebagai bahan pangan untuk keperluan masakan seperti sup, sayur lodeh, pecel, lotek, dan lain-lain atau dimakan langsung (lalapan) bersama menu lain. Manfaat lain dapat dibuat produk makanan instant seperti ini, makanan ringan, dan makanan cepat saji (Anonim, 2004).

Dibidang kesehatan, dapat digunakan sebagai pencegah dan obat sariawan, penyakit beri-beri, penyakit *xerophthalmia*, radang saraf, lemahnya otot-otot, luka-luka pada tepi mulut, dermatitis bibir menjadi merah dan radang lidah, kandungan niacin dapat mencegah penyakit Palagra dan merangsang pembentukan tulang dan gigi (Anonim, 2004).

h. Ekologi

Kondisi fisik tanah yang sesuai adalah bertekstur sedang yaitu liat berpasir, berstruktur remah atau gembur, subur, banyak mengandung bahan organik, tetapi masih toleran terhadap tanah yang agak berat. Jenis tanah yang sesuai untuk tanaman kubis adalah latosol, regosol, dan andosol. Kubis masih dapat hidup pada jenis tanah lain, tetapi hasilnya kurang baik. Keasaman tanah (pH) yang cocok adalah 5,5 - 6,5 (Anonim, 2004).

Kandungan air tanah yang baik adalah pada kandungan air tersedia, yaitu pF antara 2,5 dan 4. Dengan demikian, lahan tanaman kubis memerlukan pengairan yang cukup baik (irigasi maupun drainase). Selain itu, tanaman kubis dapat tumbuh optimal pada ketinggian 200-2000 m dpl (Anonim, 2004).

i. Hama dan Penyakit

Menurut Rukman (1994), hama-hama penting yang sering merugikan tanaman kubis sebagai berikut:

1. Ulat Plutella (*Plutella xylostella* L.)

Gejala dan serangannya yaitu stadium yang membahayakan adalah larva (ulat) karena menyerang permukaan daun dan melubangi daging daun (epidermis), daun berlubang-lubang seperti jendela yang menerawang dan tinggal urat-urat daunnya saja, menyebabkan kehilangan hasil antara 58-100%, terutama dimusim kemarau.

2. Ulat Croci (*Crociodolomia binotalis* Zeller)

Gejala dan serangannya yaitu menyerang krop hingga titik tumbuh dan terdapat kelompok-kelompok kotoran ulat sejenis ramat yang melekat pada daun kubis, krop berlubang-lubang hingga kualitasnya menurun atau rendah.

3. Ulat Tanah (*Agrotis ipsilen* Hufn)

Gejala dan serangannya yaitu stadium ulat memakan atau memotong tanaman yang masih muda pada bagian titik tumbuhnya, tanaman atau tangkai daun rebah dan nampak layu terkulai.

4. Ulat Jengkal (*Plusia orichalcea* L.)

Gejala dan serangannya yaitu larva merusak dan memakan daun, sehingga daun yang diserang menjadi bolong-bolong, tanaman kubis yang terserang parah mengakibatkan produksi menurun dan kualitasnya rendah.

5. Ulat Grayak (*Prodenia litura*)

Gejala dan serangannya yaitu daun-daun kubis yang diserang menjadi rusak dan berlubang-lubang, produksi menurun dan kualitasnya rendah.

Menurut Rukman (1994), penyakit-penyakit yang sering merugikan tanaman kubis antara lain :

1. Bercak Daun (Bercak *Alternaria*)

Penyebabnya adalah cendawan (jamur). Gejala dan akibat serangannya yaitu daun bercak-bercak kecil berwarna kelabu, kemudian meluas menjadi bercak bulat dengan garis tengahnya mencapai 1 cm; terutama daun-daun tua, di dalam bercak terdapat cincin sepusat. Gejala pada akar, batang, dan tangkai daun berupa bercak bergaris. Pada tingkat serangan berat, daun-daun akan cepat mati dan produksi menurun. Akibat serangan penyakit ini dapat menyebabkan kehilangan hasil hingga 11%.

2. Akar Bengkak (Penyakit *akar pekok*, *akar gada*, atau *Clubroot*)

Penyebabnya adalah cendawan *Plasmodiphora brassicae* Wor. Gejala dan akibat serangannya yaitu pada keadaan cuaca panas (siang hari) yang terik, daun-daun tanaman layu seperti kekurangan air; sedangkan pada malam hari segar kembali, lambat laun tanaman menjadi kerdil dan umumnya tidak mampu membentuk krop, bahkan tanaman menjadi mati, sistem perakaran membengkak dan terdapat bercak-bercak hitam. Akibat serangan penyakit ini dapat menyebabkan kehilangan hasil antara 50-100%.

3. Tepung Berbulu (*Downy mildew*)

Penyebabnya adalah jamur *Peronospora parasitica* Pers ex Fr. Gejala dan akibat serangannya yaitu daun-daun yang terserang menguning, kemudian berubah coklat dan pada sisi bawah daun ditutupi kapang putih seperti tepung; penyakit ini terutama menyerang di persemaian. Bila tanaman kubis dewasa terserang, daun-daun luar krop tampak bercak-bercak keunguan ditutupi atapun tanpa tepung jamur. Akibat serangan penyakit ini dapat menghambat pertumbuhan pertumbuhan tanaman dan produksi maupun kualitasnya menurun.

4. Semai Rebah (Semai-roboh atau *dumping-off*)

Penyebabnya adalah jamur *Rizoctonia solani* Kuhn, dan *Phytium debaryanum* Hesse maupun *Fusarium* sp. Gejala dan akibat serangannya yaitu batang bibit (semai) kubis menjadi bercak-bercak berair, busuk dan terputus dengan akarnya, bibit yang terserang penyakit ini menjadi layu dan mati.

5. Kaki Hitam (*Blackleg*)

Penyebabnya adalah jamur *Phoma lingam* (*tode ex Fr*) Desm. Gejala dan akibat serangannya yaitu menyerang tanaman di persemaian dan di lapangan, gejala khas yang tampak pada pangkal batang dekat permukaan tanah adalah terdapat kanker memanjang berwarna coklat-ungu sampai kehitaman, bagian dalam batang menjadi busuk kering berwarna coklat, perakaran rusak, layu dan akhirnya mati, kubis yang terserang penyakit ini umumnya akan rebah dan mati, sehingga dapat menurunkan produksi.

3. Kromatografi Gas

a. Tinjauan umum Kromatografi Gas

Kromatografi gas adalah metode yang tepat dan cepat untuk memisahkan campuran yang sangat rumit seperti senyawa atsiri dengan mengelusikan arus gas melalui fase diam (Gritter, dkk., 1991; McNair dan Bonelli, 1988). Dasar pemisahan secara kromatografi gas ialah penyebaran cuplikan diantara dua fase. Salah satu fase ialah fase diam yang permukaannya nisbi luas, dan fase yang lain ialah gas yang mengelusi fase diam (McNair dan Bonelli, 1988).

Sebagai dasar pemahaman pemisahan yang terjadi pada kromatografi gas harus diketahui sifat-sifat kimia fisika senyawa yang dianalisis. Sifat kimia fisika tersebut akan dapat digunakan untuk menentukan cara analisis dalam penggunaan fase diam, suhu kolom, suhu tempat injeksi, suhu detektor, kemudian jenis detektor yang digunakan. Terutama cara memberikan perlakuan terhadap senyawa yang dianalisis, harus dilakukan pemisahan, derivatisasi, atau tanpa derivatisasi (Sumarno, 2000).

b. Penggolongan Kromatografi Gas

Berdasarkan fase diamnya, kromatografi gas dibedakan menjadi dua yaitu:

1. Kromatografi Gas-Padat (KGP)

Kromatografi gas-padat merupakan kromatografi gas yang fase diamnya berupa zat padat. Dasar kerja kromatografi gas-padat adalah sifat penjerapan kemasam kolom untuk memisahkan cuplikan, terutama cuplikan gas. Kemasam kolom yang lazim dipakai adalah silika gel dan arang (McNair dan Bonelli, 1988).

Dengan dasar pemisahan tersebut maka KGP sangat sukar untuk digunakan secara berulang dengan hasil yang sama. Hal tersebut dapat disebabkan karena aktivitas penjerap (adsorben) tergantung pada cara pembuatannya dan bagaimana diperlakukan setelah pembuatannya. Keadaan tersebut sangat sukar distandarisasi yang dapat menyebabkan "*Reproducibility*" KGP yang rendah. *Reproducibility* KGP meliputi waktu retensi relatif panjang, waktu retensi sangat tergantung pada jumlah cuplikan, penjerap dapat berkelakuan sebagai katalisator yang aktif, puncak-puncak berekor disebabkan permukaan aktif yang tidak homogen penjerap. Itulah sebabnya penggunaan KGP sangat terbatas, baik untuk

senyawa yang mempunyai titik didih yang rendah maupun yang tinggi (Sastrohamidjojo, 2002).

2. Kromatografi Gas-Cair (KGC)

Kromatografi gas-cair merupakan kromatografi gas yang fase diamnya berupa zat cair. Dasar pemisahan KGC yaitu partisi cuplikan yang masuk ke dan keluar dari lapisan zat cair. Fase cair disaputkan berupa lapisan tipis pada zat padat yang lembam. Banyaknya macam fase cair yang dapat digunakan sampai suhu 400°C mengakibatkan KGC merupakan bentuk kromatografi gas yang paling serba guna dan selektif. KGC digunakan untuk menganalisis gas, zat cair, dan zat padat (McNair dan Bonelli, 1988).

Dasar kerja KGC yaitu cuplikan diinjeksikan ke dalam injektor. Aliran gas pengangkut akan membawa cuplikan yang telah teruapkan masuk ke dalam kolom, selanjutnya terjadi pemisahan komponen-komponen cuplikan dalam kolom. Kemudian komponen-komponen dideteksi oleh detektor, dan sinyal dalam bentuk puncak akan dihasilkan oleh pencatat (Sastrohamidjojo, 2002).

Kromatografi gas-cair mempunyai banyak keuntungan sebagai berikut:

1) Kecepatan

Gas yang merupakan fase bergerak sangat cepat mengadakan kesetimbangan antara fase bergerak dengan fase diam, kecepatan gas yang tinggi dapat juga digunakan. Hingga waktu pemisahan sangat cepat (diukur dalam menit).

2) Sederhana

Alat KGC relatif sangat mudah dioperasikan. Interpretasi langsung dari data yang diperoleh dapat dikerjakan. Harga dari alat KGC relatif murah.

3) Sensitif

KGC sangat sensitif dan merupakan alat yang paling sederhana dapat mendeteksi konsentrasi dalam ukuran 0,01% (= 100 ppm). Disebabkan sensitivitas KGC yang tinggi maka hanya memerlukan sejumlah kecil cuplikan dan biasanya dalam ukuran mikroliter (Sastrohamidjojo, 2002).

4) Pemisahan

Dengan KGC memungkinkan untuk memisahkan molekul-molekul suatu campuran, hal ini tidak mungkin dipisahkan dengan cara-cara yang lain seperti

distilasi ataupun ekstraksi. Perbedaan titik didih senyawa yang kecil sekali, hanya dalam derajat ketidakjenuhan, tetapi dengan menggunakan KGC dapat dipisahkan dalam waktu yang singkat (McNair dan Bonelli, 1988; Sastrohamidjojo, 2002).

5) Analisis

Dapat digunakan sebagai analisis kualitatif yaitu dengan membandingkan waktu retensi analisis kuantitatif yaitu dengan perhitungan luas puncak (Sastrohamidjojo, 2002). Ketelitian yang dapat dicapai bergantung pada cara, detektor, metode integrasi, dan konsentrasi cuplikan (McNair dan Bonelli, 1988).

6) Alat KGC dapat dipakai dalam waktu yang lama dan berulang-ulang (Sastrohamidjojo, 2002).

c. Komponen alat Kromatografi Gas

Komponen yang mendukung kromatograf gas sebagai berikut:

1. Gas Pembawa

Beberapa gas yang telah digunakan ialah helium, nitrogen, hidrogen, argon, karbon dioksida, bahkan uap air (Day dan Underwood, 1986). Gas-gas tersebut pada suhu dan tekanan yang normal tidak reaktif dan tidak berbahaya kecuali gas hidrogen yang mudah terbakar. Karena gas pembawa tersebut tidak reaktif, interaksi antara senyawa dalam sampel dengan gas pembawa tidak terjadi (Adnan, 1997).

Gas yang sering dipakai adalah helium atau argon. Gas tersebut sangat baik, tidak mudah terbakar, tetapi sangat mahal. Konduktivitas panas gas-gas tersebut tinggi dan molekulnya kecil (Sastrohamidjojo, 2002).

Hidrogen dan helium, memungkinkan lebih banyak difusi longitudinal zat terlarut, yang cenderung menurunkan efisiensi kolom, terutama pada laju alir yang rendah. Nitrogen bisa menjadi pilihan gas pembawa yang lebih baik untuk melakukan pemisahan yang sangat sulit dan lebih murah dari helium dan lebih aman dalam laboratorium daripada hidrogen (Day dan Underwood, 1986). Namun demikian ada pertimbangan lain yaitu karakteristik dari detektor yang digunakan (Day dan Underwood, 1986).

Gas pembawa harus memenuhi persyaratan-persyaratan sebagai berikut:

- 1) harus inert; tidak bereaksi dengan cuplikan, cuplikan pelarut, dan material dalam kolom,
- 2) murni dan mudah diperoleh, serta murah,
- 3) sesuai atau cocok untuk detektor,
- 4) harus mengurangi difusi gas (Sastrohamidjojo, 2002).

Gas pembawa (*carrier gas*) ditempatkan dalam silinder bertekanan tinggi. Biasanya tekanan silinder sebesar 150 atm. Tetapi tekanan ini sangat besar untuk digunakan secara langsung (Sastrohamidjojo, 2002).

2. Tempat injektor (*The Injector Port*)

Injektor harus dipanaskan lebih dahulu agar sampel yang berupa cairan dapat segera menguap (Adnan, 1997). Dalam kebanyakan alat, suhu tempat injeksi dapat diatur. Aturan pertama untuk suhu ini adalah bahwa suhu tempat injeksi sekitar 50°C lebih tinggi dari titik didih campuran dari cuplikan yang mempunyai titik didih paling tinggi (Sastrohamidjojo, 2002).

Jumlah sampel yang digunakan ditentukan oleh tiga faktor utama, yaitu jumlah yang tersedia, kapasitas kolom, dan kepekaan detektor. Kromatograf yang umum digunakan dilaboratorium biasanya mampu untuk mengadakan pemisahan sampel cair antara 0,1 – 10 µl dan sampel yang berupa gas antara 1-10 ml (Adnan, 1997).

Cuplikan dimasukkan ke dalam kolom dengan cara memasukkan melalui tempat injeksi. Hal ini dapat dilakukan dengan pertolongan jarum injeksi yang sering disebut "*a gas tighi syringe*" (Sastrohamidjojo, 2002).

3. Kolom

Kolom merupakan jantung kromatografi gas. Bentuk dari kolom lurus, bengkok, misal berbentuk V atau W, dan kumparan/spiral. Kolom selalu merupakan bentuk tabung. Tabung ini dapat terbuat dari tembaga (murah dan mudah diperoleh), plastik (Teflon) dipakai pada suhu yang tidak terlalu tinggi, baja (*stainless steel*) mahal, aluminium, gelas (Sastrohamidjojo, 2002). Tembaga

kurang cocok karena dapat menyerap atau bereaksi dengan komponen cuplikan tertentu (amina, asetilena, terpena, dan steroid) (McNair dan Bonelli, 1988).

Ada dua jenis kolom, yaitu kolom dengan isian (*packed column*) dan kolom pipa terbuka atau kolom kapiler (*open tubular column*). Kolom isian merupakan suatu pipa yang diisi bahan penyangga padat yang permukaannya dilapisi dengan cairan (*fase stasioner*) yang *non volatile* (Adnan, 1997). Tetapi cairan itu tidak boleh dibiarkan bergerak-gerak didalam tabung. Cairan tersebut harus dimobilisasi, biasanya dalam bentuk suatu lapisan tipis dengan luas permukaan besar. Padatan harus bersifat *inert* secara kimiawi terhadap zat-zat yang nantinya akan dikromatografikan, stabil pada suhu operasi, dan memiliki luas permukaan yang besar per satuan berat (Day dan Underwood, 1986). Panjang kolom isian biasanya hanya antara 0,7 sampai 2 m (Adnan, 1997).

Kolom pipa terbuka atau kapiler merupakan tabung yang panjang dan tipis dari kaca atau bahan lainnya seperti baja tahan karat dengan diameter sekitar 0,1 sampai 1 mm, dan dengan panjang yang kadang-kadang mencapai ratusan kaki, digulung untuk menghemat ruang (Day dan Underwood, 1986). Pada kolom kapiler fase stasionernya melapisi permukaan dinding kolom. Oleh karena itu, gas pembawa dapat mengalir tanpa terjadi penurunan tekanan dan hal inilah yang memungkinkan kolom jenis ini dapat dipakai lebih panjang (Adnan, 1997).

Kelemahan utama kolom kapiler yang sering juga dinamakan *Wall Coated Open Tubular Column* (WCOT) ialah jumlah *fase stasioner* yang dapat melapisi dinding dalam pipa yang dipakai. Kelemahan ini dapat diatasi dengan meningkatkan luas permukaan pipa bagian dalam dengan melapisinya dengan partikel-partikel penyangga yang halus, meskipun tanpa menaikkan tebal film lapisan *fase stasioner*. Kolom semacam ini dinamakan *Support Coated Open Tubular Column* (SCOT).

Keuntungan kolom kapiler berupa kecilnya penurunan tekanan gas pembawa masih dapat dipertahankan, disamping kapasitas kolom dapat dinaikkan itu diameter pipa dapat dipakai lebih besar (sekitar 0,5 mm), dapat digunakan kecepatan alir gas pembawa yang lebih besar (4-10 ml/menit). Penggunaan sampel *splitter* tidak perlu meskipun lebih baik bila menggunakannya. Volume sampel yang diinjeksikan biasanya 0,5 μ l atau lebih kecil. Bila pemisahan

memerlukan 1000 plat atau lebih, penggunaan kolom SCOT merupakan pemecahan yang paling baik (Adnan, 1997).

4. Penyangga Padat

Zat padat penyangga (solid support) mempunyai fungsi agar fase cair atau fase *stasioner* dapat terdistribusi dengan rata pada permukaan yang luas (Adnan, 1997). Beberapa sifat penyangga padat yang diperlukan adalah lembam (mencegah penyerapan), daya tahan remuknya tinggi (tidak mudah remuk), permukaannya luas, bentuknya teratur, ukurannya seragam (McNair dan Bonelli, 1988).

Penyangga padat umumnya dibuat dari tanah diatomae, yang tersusun dari senyawa silikat yang porous. Tanah diatomae tersebut dicampur dengan tanah liat, kemudian dipanaskan pada suhu 900°C dan dihaluskan untuk dapat diadakan *grading* menurut ukurannya. Penyangga padat yang dihasilkan dengan cara ini disebut chromosorb-P, karena warnanya jingga (pink). Bahan tersebut mempunyai permukaan kira-kira 4 m²/g dan masih aktif terhadap senyawa polar (Adnan, 1997). Jenis fase stasioner untuk beberapa sampel dapat dilihat pada tabel V.

Tabel V. Beberapa jenis fase *stasioner* yang sering dipakai (Adnan, 1997).

Fase <i>stasioner</i>	Jenis sampel	Polaritas	Suhu max (°C)
Squalen	Hidrokarbon	N	125
Apiezon	Hidrokarbon titik didih tinggi, eter, ester	N	300
Metil silikon	Steroid, pestisida, alkaloid, ester	N	300
Dinonil ptalat	ester	L	175
Silicon oil	Semua jenis	L	275
Dietilen glikol suksinat(DEGS)	Semua jenis Ester	P	200

Keterangan : N = nonpolar, P = polar, L = kepolaran sedang

5. Fase *stasioner*

Fase cairan (*liquid phase*) disebut juga fase *stasioner* atau fase diam (Adnan, 1997; Sastroamidjojo, 2002). Dalam GLC, pada fase cairan inilah

pemisahan komponen-komponen cuplikan terjadi. Dasar kerjanya adalah partisi antar fase cairan dan fase bergerak (gas) (Sastrohamidjojo, 2002).

Pemilihan fase cairan biasanya didasarkan atas pedoman *Like Dissolves Like*. Hal ini berarti bahwa fase *stasioner* yang bersifat polar cocok untuk sampel yang bersifat polar juga, demikian juga sebaliknya (Adnan, 1997).

Persyaratan untuk fase cair yang baik adalah sebagai berikut :

- 1) Cuplikan-cuplikan harus menunjukkan koefisien distribusi yang berbeda.
- 2) Cuplikan-cuplikan harus mempunyai kelarutan yang tertentu dalam pelarut (fase cair)
- 3) Fase cair harus mempunyai tekanan uap yang sangat rendah pada suhu-suhu yang tinggi : 0,01-0,1 mmHg.
- 4) Secara kimia fase cair harus stabil dan inert.
- 5) Harus mempunyai kekentalan yang rendah, sehingga tidak mengikat gas.
- 6) Harus tersebar dengan baik dan mengikat pada padatan pendukung.
- 7) Harus larut dengan baik pada pelarut organik yang mempunyai titik didih rendah. Ini penting pada pembuatan kolom (Sastrohamidjojo, 2002).

Polaritas mempunyai peranan yang sangat penting untuk menentukan terjadinya pemisahan dengan baik. Polaritas fase *stasioner* dapat diukur dengan menentukan besarnya konstante dielektrik, tetapi didalam kromatografi, polaritas merupakan fungsi dari setiap interaksi antara senyawa yang dianalisis dengan fase *stasioner* (Adnan, 1997).

6. Suhu

Supaya tepat, pada pelaporan hasil analisis harus dilaporkan juga suhu ruang suntik, suhu kolom, dan suhu detektor (McNair dan Bonelli, 1988). Suhu kolom harus cukup tinggi sehingga analisis dapat diselesaikan dalam waktu yang layak, dan harus cukup rendah sehingga pemisahan yang dikehendaki tercapai (McNair dan Bonelli, 1988). Pada umumnya ada aturan yaitu suhu kolom yang paling baik adalah harga rata-rata titik didih cuplikan (Sastrohamidjojo, 2002).

Pengaruh suhu detektor sangat bergantung pada jenis detektor yang digunakan. Sebagai patokan umum dapat dikatakan bahwa detektor dan

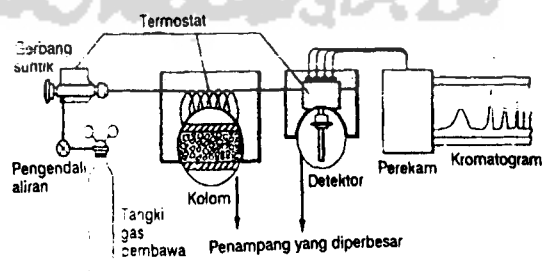
sambungan antara kolom dan detektor harus cukup panas sehingga cuplikan dan fase diam tidak mengembun (McNair dan Bonelli, 1988).

7. Detektor

Detektor adalah gawai yang ditempatkan pada ujung kolom kromatografi gas yang menganalisis aliran gas yang keluar dan memberikan data kepada perekam data yang menyajikan hasil kromatogram secara grafik (Gritter dkk., 1991). Detektor menunjukkan adanya komponen dalam efluen dan mengukur kuantitasnya (McNair dan Bonelli, 1988).

Ciri detektor yang dikehendaki adalah kepekaannya tinggi, tingkat deraunya rendah, kelinieran tanggapannya lebar, tanggap terhadap semua jenis senyawa, kuat, tidak peka terhadap perubahan aliran dan suhu, seta murah harganya (McNair dan Bonelli, 1988). Syarat lain yaitu volume internalnya kecil, mudah dilakukan kalibrasi, waktu respon yang cepat, noisnya rendah, stabil, sederhana, dan aman dipakai (Adnan, 1997). Detektor dapat dievaluasi dengan membuat kurva respon, yaitu kurva yang menghubungkan besarnya signal dengan jumlah zat yang diukur. Berdasarkan jenis respon yang diberikan, detektor dapat digolongkan menjadi detektor integral dan detektor diferensial. Pada detektor integral besarnya signal bersifat kumulatif, sedangkan pada detektor diferensial besarnya signal bersifat individual dari masing-masing komponen senyawa yang melalui detektor tersebut (Adnan, 1997).

Kromatograf gas merupakan alat analisis yang sederhana dan sensitif. Komponen dasarnya terdiri dari bagian-bagian yang pokok seperti ditunjukkan pada bagan berikut:



Gambar 3. Bagan sistem Kromtografi Gas (McNair dan Bonelli, 1988).

d. Analisis Kromatografi Gas

Analisis dengan kromatografi Gas Cairan dibedakan menjadi 2 adalah sebagai berikut :

1. Analisis Kualitatif

Analisis kualitatif berarti penentuan sifat-sifat suatu komponen atau campuran komponen. Tujuan analisis kualitatif pada kromatografi gas cairan adalah identifikasi suatu komponen atau lebih suatu cuplikan. Hal ini terutama dilakukan dengan membandingkan dengan senyawa-senyawa *referensi standard* (Sastrohamidjojo, 2002).

Data kualitatif Kromatografi Gas biasanya terdiri atas waktu tambat atau waktu retensi berbagai komponen campuran (Gritter dkk., 1991; Sastrohamidjojo, 2002). Waktu tambat atau retensi diukur mulai dari titik penyuntikkan sampai ke titik maksimum puncak dan sangat khas untuk senyawa tertentu pada kondisi tertentu (Gritter dkk., 1991).

Waktu retensi adalah waktu yang dibutuhkan untuk mengeluskan senyawa setelah diinjeksikan. Tetapi waktu retensi yang tidak terkoreksi jarang digunakan, karena waktu retensi tergantung pada panjang dan diameter kolom, fase cair (jenis dan jumlah), suhu kolom, kecepatan aliran, jenis dari gas pengangkut, "*dead volume*" dari peralatan. Cara yang paling baik adalah menggunakan waktu retensi relatif. Waktu retensi relatif (*adjusted*) hanya tergantung pada suhu kolom dan jenis fase diam (Sastrohamidjojo, 2002).

Sistem yang paling baik untuk digunakan adalah indeks retensi (I), juga disebut indeks Kovats. Keuntungan indeks retensi adalah harga-harganya hanya tergantung pada fase diam (Sastrohamidjojo, 2002).

2. Analisis Kuantitatif

Analisis kuantitatif dalam kromatografi gas cairan berarti menentukan jumlah (%) dari komponen-komponen yang terpisah dari suatu cuplikan (Sastrohamidjojo, 2002). Analisis kuantitatif dengan KGC tergantung pada hubungan antara jumlah suatu zat terlarut dan ukuran dari pita elusi yang dihasilkan (Day dan Underwood, 1986).

Agar hasil analisisnya baik, berbagai standardisasi harus dilakukan sebelum pengambilan data dikerjakan, senyawa standar yang digunakan harus

murni, atau kolom perlu dimurnikan terlebih dahulu (Adnan, 1997). Senyawa standard tersebut harus dianalisis untuk menentukan kelurusan. Selain itu harus ditentukan faktor koreksi untuk masing-masing kolom yang digunakan untuk masing-masing kolom yang digunakan dan masing-masing zat yang dianalisis (Adnan, 1997).

B. Landasan Teori

Kubis atau kol dikonsumsi sebagai sayuran daun, diantaranya sebagai lalap (mentah dan masak), sayur lodeh, lotek, gado-gado, asinan, dan aneka makanan lainnya. Tanaman kubis merupakan tanaman yang sering diserang oleh hama dan penyakit.

Banyak petani kubis yang menggunakan pestisida profenofos untuk mencegah dan mengendalikan serangga hama dan penyakit yang menyerang kubis. Pestisida profenofos dalam program intensifikasi, ternyata dapat membantu menurunkan populasi hama dengan cepat sehingga meluasnya serangga dapat dicegah serta mencegah kehilangan hasil karena hama dapat ditekan. Akibatnya penggunaan pestisida dalam pertanian semakin meningkat.

Pestisida adalah semua zat atau campuran zat yang khusus untuk memberantas atau mencegah serangga hama dan penyakit. Pada umumnya pestisida yang digunakan untuk pengendalian jasad pengganggu tersebut adalah racun yang berbahaya, yang dapat mengancam kesehatan manusia. Untuk itu, penggunaan pestisida yang tidak bijaksana dan tidak sesuai aturan yang dianjurkan maka akan meninggalkan residu pestisida produksi pertanian yang dapat menimbulkan efek samping bagi kesehatan manusia, sumber daya hayati dan lingkungan.

Efek samping yang ditimbulkan residu pestisida profenofos terhadap kesehatan yaitu penghambatan enzim asetilkolinesterase sehingga terjadi akumulasi asetilkolin. Akumulasi asetilkolin dalam tubuh dapat menyebabkan gejala keracunan baik ringan, sedang, maupun berat. Gejala keracunan ringan bisa berupa pusing, sakit perut, mata kabur, diare, keluar keringat berlebihan, sakit otot, mual dan muntah. Untuk gejala keracunan sedang sama seperti gejala-gejala

keracunan ringan, tetapi ditambah beberapa gejala lain seperti badan lemah, kejang otot, susah konsentrasi, mata mengecil (miosis), susah tidur, gelisah terus-menerus. Sedangkan gejala keracunan berat berupa kehilangan kesadaran, koma, sesak nafas, kuku dan bibir membiru (sianosis), pengeluaran air seni dan defekasi tanpa sadar, kematian.

Untuk itu, dilakukan analisis residu pestisida dalam kubis baik kualitatif maupun kuantitatif dengan menggunakan metode Kromatografi gas. Digunakan metode kromatografi gas karena pestisida profenofos merupakan golongan organofosfat bersifat non polar dan mudah menguap. Pada penelitian ini digunakan kromatograf gas yang dilengkapi detektor fotometri nyala (FPD) karena detektor ini spesifik untuk senyawa yang mengandung unsur fosfor, sedangkan profenofos merupakan insektisida sistemik golongan organofosfat derivat phenil yang mengandung unsur fosfor.

Oleh karena itu, penelitian ini penting dilakukan guna mengetahui apakah residu pestisida pada kubis daerah Tawangmangu melebihi /tidak melebihi batas kandungan yang diijinkan (menurut *Food and Drugs Administration*). Untuk selanjutnya dapat diinformasikan pada konsumen apakah kubis tersebut layak atau tidak dikonsumsi oleh masyarakat.

C. Keterangan Empiris

Menurut Ir Supriyadi, salah seorang anggota Tim Peneliti Praktek Penggunaan Pestisida oleh Petani Jateng, hasil analisis pada tanaman juga menunjukkan residu insektisida selalu dijumpai pada semua komoditas tanaman. Untuk tanaman melon, bawang putih, bawang merah dan kubis memiliki kandungan residu insektisida lebih tinggi dibanding padi dan kedelai (Pristiyanto, 2001). Oleh karena itu, pada tanaman kubis di daerah Tawangmangu kemungkinan mengandung residu pestisida.

BAB III METODE PENELITIAN

A. Bahan dan Alat

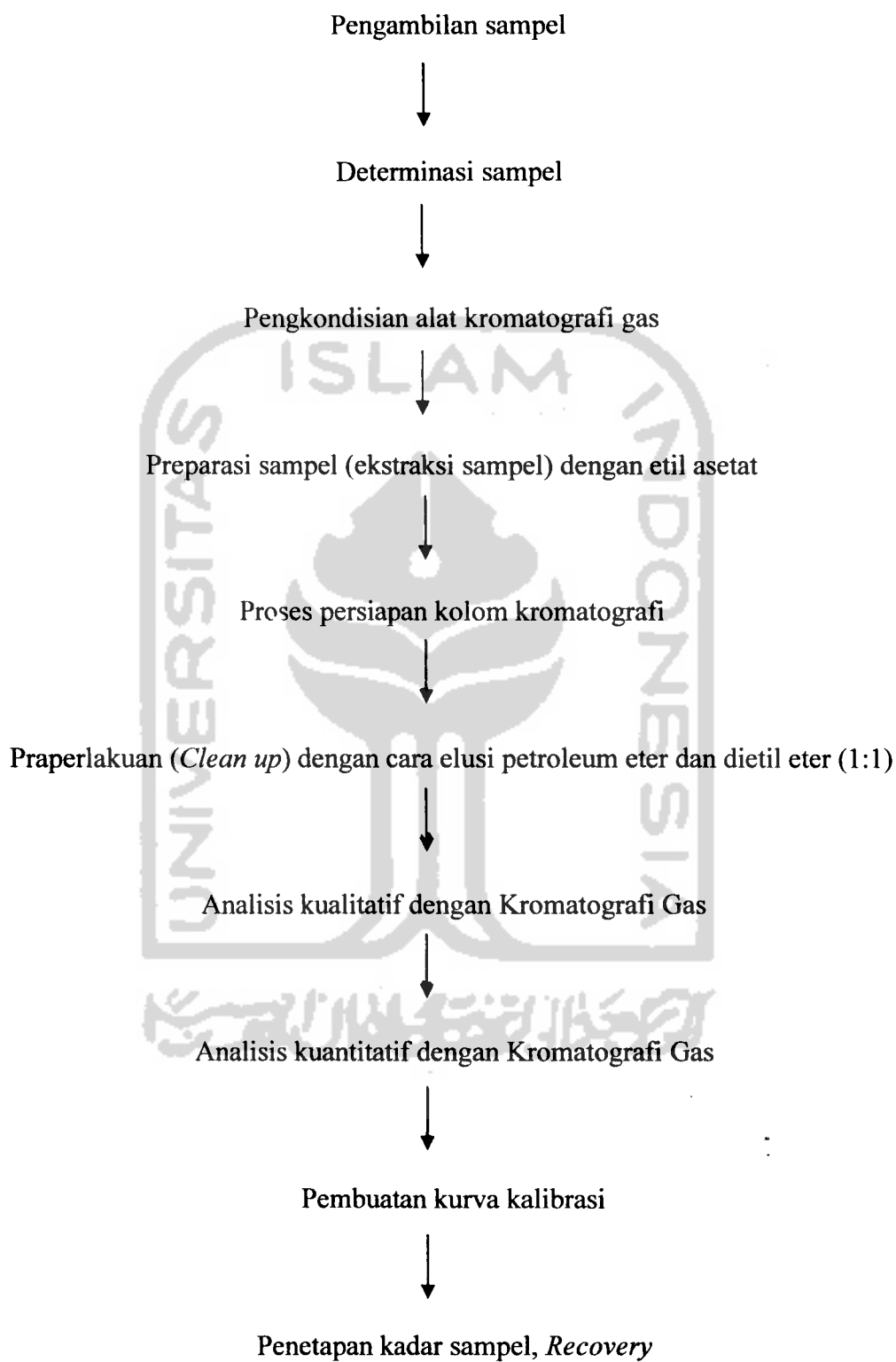
1. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah kubis yang berumur 3 bulan 8 hari diambil pada tanggal 20 April 2006 di Desa Bulak Rejo, Kecamatan Tawangmangu, Kabupaten Karang Anyar, Provinsi Jawa Tengah dengan ketinggian \pm 2000 m dpl. Larutan standar pestisida profenofos, Etil asetat, natrium sulfat anhidrat, petroleum eter, dietil eter, dan florisil (p. a. E. Merck). Glasswool (Trade Mark), kapas (Wellness cotton), gas Nitrogen UHP (*Ultra High Pure*), gas oksigen UHP dan gas hidrogen UHP (PROX AIR).

2. Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi kromatograf gas (GC) Hitachi G 163 dilengkapi kolom isian dengan panjang 1m dan diameter 0,5 cm yang dilapisi fase diam Silicone DC200 dengan padatan pendukung Chromosorb W (Shimadzu) serta dilengkapi detektor fotometri nyala dan integrator Shimadzu C-RGA Chromatopac, timbangan analitik (Metler Toledo PL 303), kolom kromatografi (350 mm x 9 mm) untuk *clean up*, pencincang (pisau), blender tahan ledakan (Miyako), *rotary evaporator* dengan tangas air (Heidolph Type W1), pipet *volumetric*, mikropipet, tabung reaksi dan rak, vial bertutup teflon, apendrof, erlenmeyer, corong biasa, gelas ukur, labu takar, batang pengaduk (Pyrex), jarum suntik (*micro syringe*), spatula, statif, oven, baskom.

B. Skematika penelitian



C. Cara penelitian

1. Pengambilan Sampel

Sampel yang digunakan adalah kubis yang berumur 3 bulan 8 hari diambil pada tanggal 20 April 2006 di Desa Bulak Rejo, Kecamatan Tawangmangu, Kabupaten Karang Anyar, Propinsi Jawa Tengah dengan ketinggian \pm 2000 m dpl. Sampel diambil pada bulan Maret 2006.

2. Determinasi sampel

Tanaman kubis (*Brassica oleracea* L.) dideterminasi berdasarkan buku "Flora of Java" yang ditulis oleh Backer dan Bakhuizen Van Den Brink (1965). Determinasi tanaman kubis dilakukan di Laboratorium Biologi Farmasi Fakultas Matematika Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia.

3. Kondisi alat kromatografi gas

a. Kolom

Kolom yang digunakan yaitu kolom silicone DC 200, dengan panjang 1 m dan diameter 0,5 cm, dilapisi dengan fase diam silicone DC200 dan padatan pendukung Chromosorb W (AW-DMC) (Anonim, 1997).

b. Suhu kolom

Suhu kolom yang digunakan yaitu 200°C (Anonim, 1997).

c. Suhu injektor

Suhu injektor yang digunakan yaitu 225°C (Anonim, 1997).

d. Suhu detektor

Suhu detektor yang digunakan yaitu 225°C (Anonim, 1997).

e. Detektor

Detektor yang digunakan adalah Detektor Fotometri nyala (FPD) (Anonim, 1997).

f. Gas pembawa, gas pembakar

Gas pembawa yang digunakan adalah nitrogen dengan kecepatan alir gas pembawa: 50 ml/menit, gas pembakar adalah hidrogen dengan kecepatan alir 100ml/menit dan oksigen dengan kecepatan alir 15 ml/menit (Anonim, 1997).

g. Volume injeksi: 1 μ l (Anonim, 1997).

4. Preparasi sampel (Ekstraksi)

- a. Cincang bagian lembaran kubis (crop) kemudian dicampur, ambil 50 g sampel secara acak dan masukkan ke dalam blender (sebaiknya kubis diblender terlebih dahulu sebelum ditimbang dan diproses untuk mendapatkan hasil yang lebih homogen dan hasil analisis yang diperoleh lebih teliti dan valid).
- b. Tambahkan 50 g natrium sulfat anhidrat, 100 ml etil asetat, lumatkan selama 2-3 menit.
- c. Enap tuangkan cairan ke dalam corong yang telah diberi kapas, saringan ditampung dalam labu alas bulat.
- d. Saringan dipekatkan, menggunakan *rotary evaporator* dengan tangas air pada suhu 45° C dengan aliran gas nitrogen hingga volume menjadi 2 ml (Anonim, 1997).

5. Praperlakuan (Proses pencucian /clean up)

a. Proses persiapan kolom kromatografi

- (1) Siapkan kolom kromatografi dengan panjang 350 mm 9 mm dan diameter dalam 9 mm. Masukkan *glass wool* atau kapas bebas lemak yang ke dalam dasar kolom. Masukkan petroleum eter ke dalam kolom sampai setengah panjang kolom.

- (2) Masukkan florisil yang telah diaktifkan (dipanaskan pada suhu 130°C selama 5 jam) sedikit demi sedikit sampai mencapai tinggi 10 cm dari dasar kolom. Hindarkan timbulnya gelembung udara pada kolom dengan cara mengetuk-ketuk kolom secara perlahan-lahan pada saat florisil dituangkan. Florisil yang masuk ke dalam kolom harus terendam sempurna, pelarut petroleum eter harus berada 5 cm di atas florisil.
 - (3) Masukkan serbuk natrium sulfat anhidrat setinggi 1 cm di atas florisil. Cuci kolom yang telah berisi florisil tersebut dengan ± 30 ml petroleum eter, dengan aliran ± 20 tetes/menit, sampai tersisa 1 cm di atas lapisan natrium sulfat anhidrat (Anonim, 1997).
- b. Proses pencucian (*clean up*) dengan cara elusi
- (1) Siapkan Erlenmeyer 250 ml sebagai penampung dan letakkan di bawah kolom florisil. Masukkan ekstrak pekat ke dalam kolom florisil, buka kolom dan tunggu sampai larutan petroleum eter mengalir ke dalam dan dihentikan sampai batas cairan ekstrak sampel uji $\pm 0,5$ cm di atas lapisan natrium sulfat anhidrat. Bilas wadah ekstrak pekat dengan 2 x 5ml petroleum eter, tuangkan bilasan ke dalam kolom, biarkan mengalir dengan aliran ± 20 tetes/menit, sampai tersisa 1 cm di atas lapisan natrium sulfat anhidrat.
 - (2) Masukkan secara bertahap 200 ml larutan elusi yang berisi campuran petroleum eter : dietileter (1:1), alirkan dengan kecepatan alir 20 tetes/menit.
 - (3) Pindahkan hasil elusi ke dalam tabung reaksi. Pekatkan hasil elusi dengan *rotary evaporator* dengan tangas air pada suhu 25° C dengan aliran gas nitrogen sampai kering.

- (4) Bilas hasil elusi yang telah dipekatkan dengan etil asetat 1 ml, kemudian hasil bilasan dimasukkan ke dalam apendrof (Anonim, 1997).

6. Analisis kualitatif dengan GC

Suntikkan 1 μ l larutan standar profenofos dengan kadar 0,1904; 0,476; 0,952; 1,904 dan 2,856 ppm ke GC dengan yang sudah dikondisikan. Identifikasi jenis senyawa pestisida profenofos dilakukan dengan cara membandingkan waktu retensi profenofos (Anonim, 1997).

7. Analisis kuantitatif dengan GC

Setelah diketahui waktu retensi profenofos, dilakukan analisis kuantitatif dengan tahap sebagai berikut:

a. Pembuatan kurva kalibrasi

- (1) Pembuatan larutan induk pestisida profenofos 476 ppm (sudah tersedia di laboratorium penelitian dan pengujian terpadu UGM)
Siapkan labu takar 100 ml. Timbang dengan tepat 47,6 mg standar pestisida profenofos, masukkan ke dalam labu takar 100 ml. Tambahkan etil asetat hingga 100 ml kemudian kocok sampai larut. Tutup dan simpan pada temperatur tidak lebih dari 4° C (Anonim, 1997).
- (2) Pembuatan larutan baku pestisida profenofos 9,52 ppm
Siapkan labu takar 10 ml. Ambil 0,2 ml larutan induk pestisida profenofos 476 ppm dengan menggunakan *micro syringe*, masukkan ke dalam labu takar 10 ml. Tambahkan etil asetat hingga 10 ml. Tutup, kemudian dikocok. Simpan pada temperatur tidak lebih dari 4° C (Anonim, 1997).
- (3) Pembuatan larutan kerja untuk kurva kalibrasi dengan konsentrasi 0,1904; 0,476; 0,952; 1,904 dan 2,856 ppm
Siapkan 5 buah apendroff. Ambil masing-masing 0,02; 0,05; 0,10; 0,20 dan 0,30 ml larutan baku profenofos 9,52 ppm dengan menggunakan *micro*

syringe, masukkan ke dalam masing-masing apendrof. Tambahkan ke dalam masing-masing apendrof dengan etil asetat menggunakan *micro syringe*, hingga volume 1 ml. Masing-masing larutan kerja profenofos dengan kadar tersebut dilakukan replikasi 3x. Simpan pada temperatur tidak lebih dari 4° C (Anonim, 1997).

(6) Pembuatan kurva kalibrasi

Kondisikan alat GC untuk pengujian kadar larutan pestisida profenofos untuk kurva kalibrasi. Suntikkan 1µl masing-masing larutan kerja ke dalam GC dan catat luas area masing-masing puncak yang dihasilkan. Buat kurva kalibrasi dari data-data dan tentukan persamaan regresi linier (Anonim, 1997).

b. Penetapan kadar pestisida

Suntikkan 1 µl larutan sampel uji ke dalam GC. Tentukan kadar masing-masing pestisida profenofos dalam sampel uji berdasarkan luas area hasil kromatogram dari GC dengan cara memplotkan pada kurva kalibrasi. Hitung kadar masing-masing pestisida per berat sampel uji dengan rumus perhitungan sebagai berikut:

$$A = \frac{C \times V}{B}$$

Keterangan : A = kadar pestisida residu (ppm)

B = berat sampel uji (50g)

C = kadar pestisida pestisida yang diperoleh dari kurva kalibrasi (ppm)

V = volume akhir pengenceran (1ml) (Anonim, 1997).

c. *Recovery*

Untuk mengetahui reliabilitas metode yang digunakan untuk penetapan kadar dalam sampel, maka perlu diketahui *recovery*-nya.

- (1) Cincang cuplikan, timbang 50 g cuplikan yang telah diketahui kadarnya 0,0175 ppm, tambahkan larutan standar profenofos dengan kadar 0,0286 ppm.

- (2) Masukkan cuplikan ke dalam blender, tambahkan 50 g natrium sulfat anhidrat dan 100 ml etil asetat, lumatkan selama 3 menit.
- (3) Enap tuangkan cairan ke dalam corong yang telah diberi kapas, saringan ditampung dalam tabung reaksi. Saringan dipekatkan menggunakan *rotary evaporator* dengan tangas air pada suhu 45°C hingga volume menjadi 2 ml. Lakukan proses pencucian (*clean up*).
- (4) Suntikkan 1 µl larutan *recovery* ke dalam GC. Ulangi sebanyak 6x dan catat luas area masing-masing puncak yang dihasilkan. Tentukan kadar masing-masing pestisida dalam larutan *recovery* dengan cara memplotkan pada kurva kalibrasi. Hitung % *recovery* dengan rumus:

$$R = \frac{As}{S} \times 100\%$$

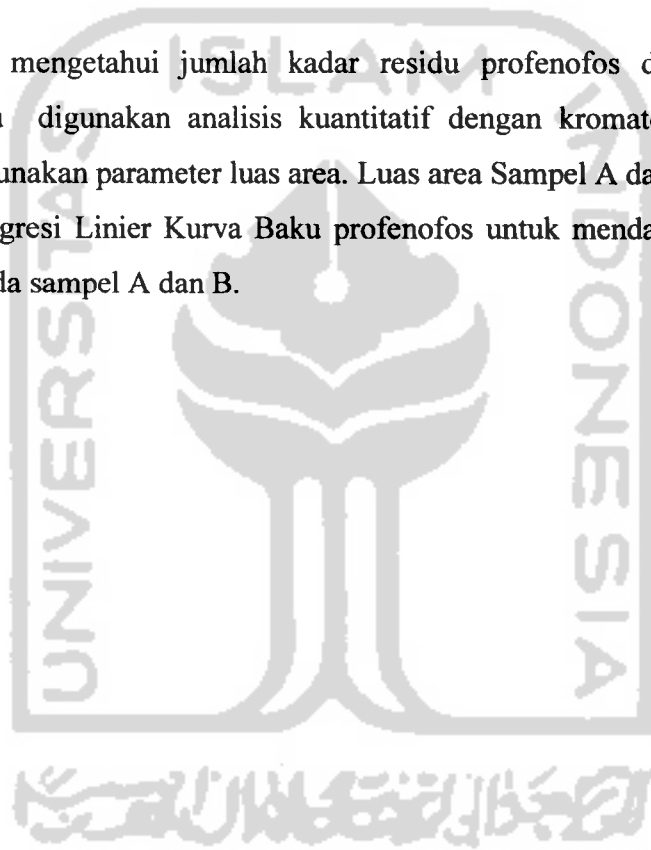
Keterangan: R = persen *recovery* (%)
 As = kadar larutan *recovery* terukur (ppm)
 S = kadar total (kadar sampel sebenarnya + kadar larutan baku profenofos yang ditambahkan (*target value*) (ppm)

(Anonim, 1997).

D. Cara Analisis

Untuk mengetahui adanya kandungan residu pestisida profenofos dalam kubis daerah Tawangmangu, maka dilakukan dengan analisis kualitatif dengan kromatografi gas. Analisis kualitatif digunakan parameter waktu retensi, yaitu waktu retensi pada kromatogram larutan standar profenofos 0,1904; 0,476; 0,952; 1,904 dan 0,952 ppm dibandingkan dengan waktu retensi pada kromatogram sampel A dan sampel B.

Untuk mengetahui jumlah kadar residu profenofos dalam kubis daerah Tawangmangu digunakan analisis kuantitatif dengan kromatografi gas. Analisis kuantitatif digunakan parameter luas area. Luas area Sampel A dan B diplotkan dalam persamaan Regresi Linier Kurva Baku profenofos untuk mendapatkan kadar residu profenofos pada sampel A dan B.



BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN



Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui apakah terdapat residu pestisida profenofos dalam kubis yang dikonsumsi oleh masyarakat dari daerah Tawangmangu, serta untuk mengetahui jumlah kandungan residu pestisida profenofos dalam sampel kubis tersebut sudah melebihi ambang batas aman atau belum yang diijinkan oleh FDA (*Food and Drug Administration*).

Pada penelitian ini sampel yang dianalisis yaitu kubis. Sampel penelitian diambil dari dua perkebunan kubis daerah Tawangmangu. Hal tersebut disebabkan banyak tanaman kubis di daerah Tawangmangu diserang penyakit akar bengkak dan serangga kecil yang menyebabkan daun kubis berlubang-lubang sehingga mengakibatkan hasil produksi menurun dan kualitas tanaman kubis rendah. Oleh karena itu, petani daerah Tawangmangu hanya sedikit sekali yang bercocok tanam kubis, petani daerah Tawangmangu lebih banyak menanam sayuran lain seperti wortel, bawang merah, cabe, tomat. Sampel kubis ini tidak diberi perlakuan pencucian, hal ini disebabkan karena ingin mengetahui kadar residu pestisida profenofos pada sampel kubis A dan B daerah Tawangmangu tanpa dicuci (murni dari habitatnya).

A. Determinasi Tanaman

Determinasi tanaman kubis dalam penelitian analisis ini, merupakan langkah awal dilakukan untuk menghindari kesalahan dalam pengumpulan sampel kubis dan kemungkinan tercampurnya tanaman kubis yang akan diteliti dengan tanaman lain. Determinasi tanaman kubis dilakukan dengan mencocokkan kunci-kunci determinasi sesuai literatur yang ditulis oleh Backer dan Bakhuizen Van Den Brink (1965). Hasil determinasi tanaman kubis sebagai berikut:

1b - 2b - 3b - 4a - 5b - 6b - 8b - 9b - 10b - 11b - 12b - 13b - 14b - 17b-18b
- 19b - 20b - 21b - 23b - 24b - 25b - 26b - 27b - 799b - 800b - 801b - 802a
- 803b - 804b - 805c - 806b - 807b - 809b - 810b - 811b - 825b - 826b -
829b - 830b - 831b - 832b - 833b - 834a - 835a - 836a - 837c - 851a -

852b - 853b - 854a - 855c - 856b - 857a - 858b - 860a - 861b - 862b -
 863b - 877c - 916a - 917a - 918b - 919b.....(32. Brassicaceae)
 1b - 6b - 7b - 10a.....(3. Brassica)
 1b.....(*Brassica oleracea* L.)

Dari hasil determinasi tersebut, maka dapat diidentifikasi bahwa tanaman pada penelitian ini benar-benar tanaman kubis.

B. Preparasi sampel

Pada penelitian ini, pemisahan residu pestisida profenofos dari sampel kubis menggunakan pelarut etil asetat karena profenofos merupakan insektisida golongan organofosfat yang bersifat relatif semi polar, sehingga ekstraksi residu pestisida organofosfat biasanya digunakan pelarut yang semi polar yaitu etil asetat. Selain itu, dengan pertimbangan kadar air dalam kubis tinggi maka digunakan etil asetat karena etil asetat praktis tidak campur dengan air. Pelarut etil asetat juga merupakan pelarut yang harganya murah.

Langkah awal prosedur preparasi sampel yaitu mencincang masing-masing sampel, tujuannya agar kandungan sampel menjadi homogen kemudian sampel yang sudah homogen ditimbang 50 g sampel (sampel sebaiknya yang digunakan 10 lembar bagian luar crop kubis dan diblender sebelum diproses dan dianalisis untuk mendapatkan hasil yang homogen dan valid), masukkan dalam blender. Mengingat kadar air dalam sampel kubis tinggi maka ditambahkan 50 g natrium sulfat anhidrat guna menyerap air yang terkandung dalam kubis, kemudian ditambahkan 100 ml etil asetat sebagai pelarut dan lumatkan selama 3 menit agar semua kandungan residu profenofos yang ada dalam kubis dapat keluar. Setelah 3 menit cairan hasil lumatan dituangkan ke dalam tabung reaksi yang sudah diberi corong berisi kapas, dengan tujuan agar memisahkan cairan dari endapan.

Cairan hasil saringan akan terbentuk dua fase yaitu fase air dan fase etil asetat. Pemisahan cairan tersebut berdasarkan pada perbedaan berat jenis air dan etil asetat. Fase etil asetat berada di atas dan fase air berada di bawah, karena berat jenis etil asetat lebih kecil dari berat jenis air. Dari dua fase tersebut, yang diambil hanya fase etil asetat, karena residu profenofos larut dalam etil asetat. Kemudian fase etil asetat diuapkan dengan *rotary evaporator* dengan tangas air pada suhu

45° C yang dialiri gas nitrogen sampai volume menjadi 2 ml. Tujuan digunakan *rotary evaporator* dengan tangas air pada suhu 45° C dengan aliran gas nitrogen adalah untuk menjaga agar temperatur penguapan lebih rendah dibandingkan titik didih pelarut yaitu etil asetat sehingga komponen dalam etil asetat yaitu residu profenofos tidak mengalami kerusakan. Sisa penguapan berupa ekstrak pekat 2 ml tersebut dilakukan proses *clean up* dengan kromatografi kolom.

C. Proses *clean up*

Proses *clean up* digunakan kromatografi kolom dengan fase diam florisil dan fase gerak petroleum eter dan dietil eter dengan perbandingan 1:1. Mekanisme pemisahan dengan kromatografi kolom ini terjadi secara partisi, yang sangat ditentukan oleh kelarutan analit terhadap fase diam dan fase gerak. Dalam penelitian ini, florisil digunakan sebagai fase diam yang bersifat polar. Sebelum digunakan florisil harus diaktivasi dengan cara dipanaskan terlebih dahulu pada suhu 675° C, untuk menghilangkan kadar air masih terkandung dalam florisil.

Prinsip pemisahannya sesuai dengan aturan *like dissolves like* yaitu senyawa polar akan larut dalam pelarut polar, sedangkan senyawa non polar akan larut dalam pelarut non polar. Jadi sebagai larutan elusi (fase gerak) digunakan eluen yang terdiri dari petroleum eter dan dietil eter 1:1 sebanyak 200 ml karena petroleum eter dan dietil eter merupakan pelarut organik yang bersifat non polar, sehingga larutan elusi akan membawa komponen-komponen cuplikan yang bersifat semi polar dan akan melewati fase diam yang bersifat polar. Komponen-komponen yang bersifat polar akan tertahan pada fase diam florisil. Oleh karena itu, larutan cuplikan tidak boleh mengandung air sebab jika mengandung air maka cuplikan akan berikatan dengan fase diam sehingga cuplikan akan tertahan pada fase diam dan sangat lama akan terelusi.

Clean up diawali dengan memberi sumbatan *glass wool* pada dasar kolom kromatografi sebagai penyangga isi kolom, kemudian penyiapan kolom florisil dengan mengisi florisil hingga mencapai tinggi 10 cm dari dasar kolom dan ditambahkan natrium sulfat anhidrat 1 cm di atas florisil. Tujuan penambahan natrium sulfat anhidrat adalah untuk menghilangkan kandungan air yang ada dalam cuplikan, sebelum cuplikan melewati fase diam. Kemudian kolom dibasahi

dengan 50 ml petroleum eter dan alirkan dengan mengatur kecepatan 20 tetes/menit hingga petroleum eter mendekati batas limit, ekstrak pekat dialirkan dan cairan mulai ditampung. Wadah ekstrak pekat dibilas dengan petroleum eter 5 ml sebanyak 2 kali. Elusi ekstrak dalam kolom dengan larutan elusi 200 ml sedikit demi sedikit melalui dinding kolom agar tidak timbul gelembung udara. Setelah larutan elusi habis dan tidak ada lagi cairan yang menetes maka elusi selesai.

Cairan hasil elusi dipekatkan hingga kering dengan menggunakan *rotary evaporator* dengan tangas air pada suhu 25° C dengan aliran gas nitrogen. Tujuan digunakan *rotary evaporator* dengan tangas air pada suhu 25° C dengan aliran gas nitrogen adalah untuk menjaga agar temperatur penguapan lebih rendah dibandingkan titik didih pelarut yaitu petroleum eter dan dietil eter, sehingga residu profenofos tidak mengalami kerusakan. Maksud pengeringan hasil elusi tersebut adalah untuk mendapatkan volume akhir 1 ml dengan konsentrasi residu profenofos yang lebih tepat dan murni setelah *diclean up*. Hasil pekatan yang kering dilarutkan etil asetat 1 ml dan ditempatkan pada apendrof untuk siap dianalisis baik kualitatif maupun kuantitatif. Volume injeksi dibuat sebanyak 1 µl, karena dengan volume tersebut luas puncak yang dihasilkan baik, pembakaran ion P yang terjadi dalam detektor hanya sedikit, waktu retensinya sama dengan volume lain.

D. Kondisi Alat Kromatografi Gas

Metode penelitian yang digunakan adalah kromatografi gas cair, karena pestisida profenofos merupakan senyawa yang bersifat mudah menguap dan memiliki titik didih rendah. Kromatograf gas cair (KGC) juga dapat digunakan analisis kualitatif dan kuantitatif, daya pemisahan baik, sensitivitasnya tinggi, pemilihan detektor dapat disesuaikan dengan sampel, dapat dipakai dalam waktu yang lama dan berulang-ulang. Pada penelitian ini, dipakai KGC dengan kondisi yang tertera pada table VI sebagai berikut:

Tabel VI. Kondisi alat kromatografi gas

No.	Komponen alat kromatografi gas	Kondisi alat
1	Suhu injektor	225°C
2	Kolom	Silicone DC 200 Chromsorb W

Tabel VI. Lanjutan

No.	Komponen alat kromatografi gas	Kondisi alat
3	Suhu kolom	200°C
4	Gas	Nitrogen
5	Aliran gas	50 ml/menit
6	Detektor	Detektor Fotometri Nyala filter P
7	Suhu detektor	225°C

Dipilih detektor FPD dengan filter P karena profenofos merupakan senyawa yang memiliki unsur fosfor, sedangkan detektor FPD dengan filter P merupakan detektor yang spesifik digunakan untuk senyawa yang mengandung unsur fosfor yang mudah menguap.

Gas pembawa yang digunakan adalah gas nitrogen dengan kecepatan 50 ml/menit. Digunakan gas nitrogen karena nitrogen merupakan gas pembawa yang lebih baik untuk melakukan pemisahan yang sangat sulit, lebih murah dari helium serta lebih aman dalam laboratorium. Selain itu, nitrogen juga mudah diperoleh.

Proses pemisahan komponen-komponen senyawa terjadi di dalam kolom. Pada penelitian ini, kolom yang digunakan adalah kolom isian (*packed column*) dengan panjang 1m, diameter 0,5 cm. Kolom isian merupakan suatu pipa yang diisi bahan penyangga padat (padatan pendukung) Chromosorb W yang permukaannya dilapisi dengan fase diam Silicone DC200. Padatan pendukung yang dipakai adalah Chromosorb W (A/W-DMCS) dengan pertimbangan polaritas senyawa yang akan dianalisis, karena profenofos bersifat semi polar. Chromosorb W bersifat polar. Pada padatan pendukung yang digunakan tertulis (A/W DMCS) artinya chromosorb ini dicuci dengan asam berupa DMCS (Dimetil Chlorosilan) yang dikenal dengan proses silanisasi. Tujuan dilakukan proses silanisasi yaitu untuk mengurangi sifat polaritas chromosorb W menjadi semi polar. Fungsi padatan pendukung di dalam kolom yaitu untuk mengikat fase diam.

Fase diam yang digunakan sebagai isi *packed kolom* adalah silicone DC 200 yang memiliki sifat semi polar. Pemilihan fase diam didasarkan interaksi cuplikan dengan fase diam, karena pemisahan dengan KGC didasarkan pada prinsip *like dissolves like* yang berarti komponen cuplikan dan fase diam

mempunyai sifat kepolaran yang sama untuk memperoleh pemisahan yang baik dan sempurna, sehingga senyawa polar akan terpisah dengan baik pada fase diam yang polar dan senyawa yang non polar akan terpisah dengan baik pada fase diam yang non polar. Jadi profenofos yang bersifat semi polar akan terpisah dengan baik dan sempurna pada fase diam silicone DC 200 yang bersifat semi polar.

Pada alat KG, injektor harus dipanaskan lebih dahulu agar sampel berupa cairan dapat segera menguap, sehingga sampel yang telah menguap dapat langsung masuk kolom dengan perantaraan gas pembawa. Suhu injektor yang digunakan adalah 225° C. Dengan suhu tersebut puncak-puncak diperoleh baik. Suhu kolom yang digunakan harus memperhatikan suhu maksimum fase diam pada padatan pendukung karena jika suhu kolom terlalu tinggi yang melebihi titik didih fase diam akan mengakibatkan fase diam menguap (*column bleeding*). Suhu kolom yang digunakan pada penelitian ini 200° C, karena suhu maksimal fase diam silicone DC 200 adalah 250° C. Selain itu, jika suhu kurang dari 200°C akan terjadi *tailing* dan waktu retensi menjadi sangat lama serta jika suhu lebih dari 200° C, maka akan terjadi *fronting*. Suhu detektor diatur lebih tinggi dari suhu kolom agar semua gas yang mengandung cuplikan yang masuk ke dalam detektor tidak terjadi pengembunan. Suhu detektor yang digunakan adalah 225° C.

Jadi prinsip kerja KGC yang dilengkapi detektor fotometri nyala yaitu sampel diinjeksikan ke dalam injektor yang sudah dipanaskan pada suhu 225°C agar sampel yang berupa cairan dapat segera menguap. Aliran gas pembawa nitrogen akan membawa sampel yang telah teruapkan masuk ke dalam kolom, selanjutnya terjadi pemisahan komponen-komponen cuplikan dalam kolom. Kemudian komponen-komponen cuplikan masuk ke dalam detektor. Komponen-komponen cuplikan yang hanya berupa ion-ion P akan dibakar dalam detektor. Ion-ion P yang telah terbakar, ditangkap oleh filter unsur P yang kemudian diubah menjadi arus. Arus tersebut akan dihantarkan ke amplifier, kemudian arus dalam bentuk puncak akan dihasilkan oleh integrator.

E. Analisis kualitatif dengan kromatografi gas

Analisis kualitatif dengan kromatografi gas pada penelitian ini, bertujuan untuk mengetahui apakah dalam sampel kubis daerah Tawangmangu baik sampel

A maupun B terdapat residu pestisida profenofos. Analisis kualitatif ini, dilakukan dengan membandingkan waktu retensi dari larutan standar profenofos dengan waktu retensi dari salah satu larutan sampel A dan B. Larutan standar profenofos dibuat dengan melarutkan larutan induk standar profenofos dalam pelarut etil asetat dengan konsentrasi 0,476 ppm dan 0,952 ppm. Kemudian larutan standar profenofos 0,1904; 0,476; 0,952; 1,904 dan 2,856 ppm dengan 3 replikasi dan larutan sampel masing-masing 1µl diinjeksikan ke alat KGC.

Pada penelitian, diperoleh kromatogram dari masing-masing larutan standar profenofos dan larutan sampel A serta B (dapat dilihat pada lampiran 1-39). Dari kromatogram yang diperoleh parameter analisis kualitatif berupa waktu retensi. Data-data waktu retensi kromatogram larutan standar profenofos sampel A dan B dapat dilihat pada tabel VII sebagai berikut:

Tabel VII. Data-data analisis kualitatif berupa waktu retensi

No.	Waktu retensi profenofos (tR, menit)			
	Standar		Sampel A	Sampel B
1	6,287	6,31	6,253	6,172
2	6,31	6,282	6,2	6,19
3	6,3	6,303	6,22	6,147
4	6,317	6,282	6,18	6,225
5	6,312	6,325	6,172	6,185
6	6,247	6,317	6,212	6,203
7	6,295		6,197	6,21
8	6,292		6,175	6,172
9	6,305		6,18	6,21
$\bar{tR} \pm SD$	6,3 ± 0,02		6,2 ± 0,03	6,2 ± 0,02

Pada tabel VII, dapat dilihat data-data waktu retensi yang menunjukkan bahwa waktu retensi rata-rata profenofos pada larutan standar profenofos pada waktu 6,3 menit dengan standar deviasi 0,02. Pada sampel A terdapat residu profenofos dengan waktu retensi rata-rata 6,2 menit dengan standar deviasi 0,03. Waktu retensi rata-rata sampel B 6,2 menit dengan standar deviasi 0,02. Waktu retensi sampel A dan B mendekati waktu retensi profenofos pada larutan standar

profenofos. Jadi semua sampel A dan B positif mengandung residu profenofos. Selisih waktu retensi yang sangat sedikit, dapat disebabkan oleh cara penyiapan sampel, waktu penyuntikan cuplikan ke GC secara manual dan sebagainya. Nilai standar deviasi pada larutan standar profenofos dan sampel A dan B yang hampir mendekati angka nol menunjukkan bahwa waktu perbedaan waktu retensi larutan standar profenofos dan sampel A dan B hanya sedikit, sehingga hasil analisis kualitatif disimpulkan memiliki tingkat ketelitian yang tinggi.

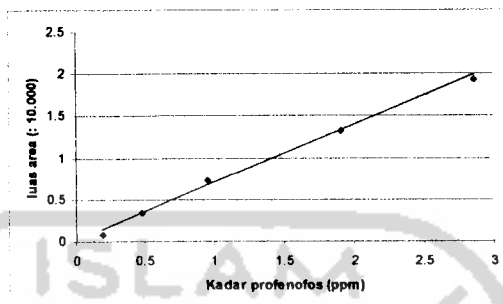
F. Analisis kuantitatif dengan kromatografi gas

Analisis kuantitatif dengan kromatografi gas pada penelitian ini bertujuan untuk mengetahui jumlah kadar residu pestisida profenofos yang terdapat pada kubis daerah Tawangmangu baik pada sampel A maupun B berdasarkan pada suatu kenyataan bahawa pencatat (integrator) menghasilkan sinyal berupa luas area yang sebanding dengan jumlah kadar yang terkandung dalam sampel yang dianalisis. Analisis kuantitatif ini diawali dengan pembuatan larutan induk standar profenofos 476 ppm kemudian pembuatan larutan standar profenofos 9,52 ppm. Dari larutan standar profenofos 9,52 ppm, dibuat larutan kerja untuk kurva kalibrasi dengan kadar 0,1904; 0,476; 0,952; 1,904; dan 2,856 ppm. Larutan kerja untuk kuva baku tersebut dianalisis dengan kromatograf gas yang dilengkapi detektor fotometri nyala. Kurva baku dibuat 3x pembuatan yang bertujuan untuk mengetahui ketepatan peneliti dalam menyiapkan larutan kerja untuk kurva baku baik dalam mengambil larutan standar profenofos maupun pelarut dengan mikropipet. Dari analisis tersebut diperoleh data-data kuantitatif berupa luas area. Untuk data kurva baku replikasi 1 dapat dilihat pada tabel VIII sebagai berikut:

Tabel VIII. Data kurva baku replikasi 1

Kadar (x, ppm)	Luas area (y)	Luas area (y)/10.000
0,1904	790	0,0790
0,476	3363	0,3363
0,952	7158	0,7158
1,904	13150	1,3150
2,856	19256	1,9256

Dari data pada tabel VIII, dapat digunakan untuk membuat suatu kurva baku antara kadar larutan standar profenofos dengan luas area dibagi 10.000 pada masing-masing larutan standar profenofos seperti yang disajikan pada gambar 8 sebagai berikut:



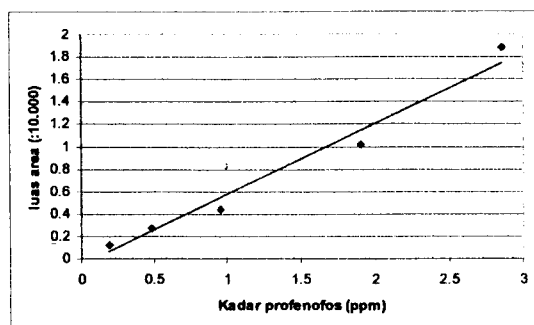
Gambar 8. Kurva baku replikasi 1

Pada kurva baku replikasi 1, diperoleh persamaan garis linier regresi $Y = 0,682 X + 0,004$ dengan koefisien korelasi $(r) = 0,998$. Sementara data untuk kurva baku replikasi 2 dapat dilihat pada tabel IX sebagai berikut:

Tabel IX. Data kurva baku replikasi 2

Kadar (X, ppm)	Luas area (Y)	Luas area (Y)/10.000
0,1904	1121	0,1121
0,476	2698	0,2698
0,952	4340	0,4340
1,904	10174	1,0174
2,856	18774	1,8774

Dari data pada tabel IX, dapat diperoleh kurva baku replikasi 2 antara kadar larutan standar profenofos dengan luas area dibagi 10.000 pada masing-masing larutan standar profenofos seperti yang disajikan pada gambar 9 sebagai berikut:



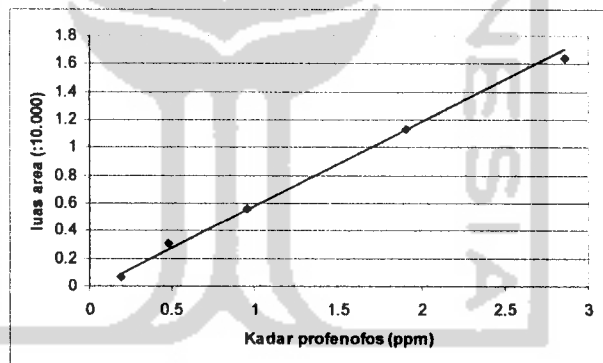
Gambar 9. Kurva baku replikasi 2

Pada kurva baku replikasi 2, diperoleh persamaan garis linier regresi $Y = 0,650 X - 0,087$ dengan koefisien korelasi $(r) = 0,989$. Koefisien korelasi kurva baku replikasi 2 kurang bagus dibandingkan kuva baku replikasi 1, sedangkan data untuk kurva baku replikasi 3 dapat dilihat pada tabel X sebagai berikut:

Tabel X. Data kurva baku replikasi 3

Kadar (X, ppm)	Luas area (Y)	Luas area (Y)/10.000
0,1904	639	0,0639
0,476	3026	0,3026
0,952	5563	0,5563
1,904	11290	1,1290
2,856	16400	1,6400

Dari data pada tabel X, diperoleh kurva baku replikasi 3 antara kadar larutan standar profenofos dengan luas area dibagi 10.000 pada masing-masing larutan standar profenofos seperti yang disajikan pada gambar 10 sebagai berikut:



Gambar 9. Kurva baku replikasi 3

Pada kurva baku replikasi 3, didapatkan persamaan linier regresi $Y = 0,584 X - 0,006$ dengan koefisien korelasi $(r) = 0,999$. Dari nilai koefisien korelasi tersebut dapat diketahui bahwa kurva baku replikasi 3 merupakan kurva baku yang paling bagus. Selain itu, dapat ditunjukkan bahwa r_{tabel} pada $p = 0,05$; derajat bebas = $5-2 = 3$ adalah 0,878. Jadi ada korelasi yang baik dan linier antara kadar profenofos dan luas area yang dihasilkan pada uji GC ($r_{hitung} = 0,999 > r_{tabel,0,05;(3)} = 0,878$). Oleh karena itu, ketiga kurva baku tersebut merupakan kurva baku yang paling linier dibanding kedua kurva baku yang lain.

Koefisien korelasi (r) pada persamaan regresi linier $Y = BX + A$ berfungsi sebagai parameter adanya hubungan linier antara kadar residu profenofos (X) dengan luas area (Y). Linearitas adalah kemampuan metode analisis yang memberikan respon yang secara langsung atau dengan bantuan transformasi matematik yang baik, proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel.

Kurva baku yang dipilih dari ketiga replikasi tersebut, yaitu kuva baku replikasi 3 digunakan untuk menghitung kadar residu profenofos regresi sampel. Kadar residu profenofos regresi sampel digunakan untuk menghitung kadar residu profenofos dalam sampel kubis 50 g. Hasil perhitungan kadar residu profenofos dalam sampel kubis A dan B pada tabel XI (perhitungan dapat dilihat pada lampiran 40) sebagai berikut:

Tabel XI. Hasil perhitungan kadar sampel

No.	Sampel	Replikasi	Kadar, ppm	$\bar{X} \pm SD, CV$	$\bar{X} \pm SD, CV$
1.	A	1	0,007	$0,010 \pm 0,003$ CV = 30%	$0,01 \pm 0,004$ CV = 40%
			0,012		
			0,011		
		2	0,004	$0,006 \pm 0,003$ CV = 50%	
			0,009		
			0,006		
		3	0,014	$0,013 \pm 0,001$ CV = 7,69%	
			0,012		
			0,012		
2	B	1	0,017	$0,018 \pm 0,001$ CV = 5,56%	$0,02 \pm 0,002$ CV = 10%
			0,017		
			0,019		
		2	0,013	$0,014 \pm 0,001$ CV = 7,14%	
			0,015		
			0,013		
		3	0,018	$0,018 \pm 0,002$ CV = 11,11%	
			0,020		
			0,017		

Pada tabel XI, terlihat bahwa perbedaan kadar residu profenofos pada sampel kubis A dan B antar injeksi dalam satu replikasi yang dapat disebabkan adanya kesalahan pada saat penyuntikkan sampel ke dalam kromatograf gas (*human error*) secara manual. Perbedaan kadar residu profenofos antar replikasi dalam satu sampel dapat disebabkan adanya kesalahan pada waktu preparasi sampel, residu profenofos pada masing-masing kubis dalam satu tempat sudah ada yang terdegradasi sehingga dapat menyebabkan kadar residu berkurang, penyuntikkan sampel pada GC dilakukan secara manual.

Dari tabel XI juga, dapat dilihat hasil analisis statistik dari masing-masing kadar. Pada sampel A, digambarkan hasil pengukuran yang berulang-ulang dengan 3 replikasi terjadi perbedaan kadar sedikit, yang dapat disebabkan penyuntikkan dilakukan secara manual (*human error*). Kadar rata-rata sampel A 0,01 ppm dengan standar deviasi 0,004 dan koefisien variasi 40%. Sampel B digambarkan hasil pengukuran yang berulang-ulang dengan 3 replikasi juga terjadi perbedaan kadar. Tetapi perbedaan kadar pada sampel B lebih kecil dibanding sampel A. Pada sampel B diperoleh kadar rata-rata 0,02 ppm, standar deviasi 0,002 dan koefisien variasi 10%, walaupun kadar residu profenofos pada sampel B sebenarnya hampir mendekati batas maksimum residu (BMR) profenofos menurut FDA tetapi ditulis sama dengan BMR menurut FDA karena untuk menjaga keamanan masyarakat untuk mengkonsumsi kubis sampel B. Dari angka tersebut yang berfungsi sebagai parameter ketelitian (*precision*) adalah standar deviasi (simpangan baku) dan koefisien variasi (CV).

Ketelitian menunjukkan bahwa pengukuran yang berulang-ulang mendapatkan hasil yang sama atau tidak mempunyai perbedaan hasil. Tingkat ketelitian yang tinggi jika nilai standar deviasi sama dengan nol atau mendekati nol, sedangkan nilai koefisien variasi kurang dari 5% (Murson, 1981). Jadi dapat disimpulkan bahwa hasil analisis pada penelitian ini mempunyai tingkat ketelitian cukup tinggi yang ditunjukkan dengan harga standar deviasi sampel A 0,004 dan sampel B 0,002 yang mendekati angka nol, walaupun nilai koefisien variasi pada penetapan kadar sampel A dan B yaitu 40% dan 10% yang lebih dari 5%. Nilai koefisien variasi pada sampel A dan B besar menunjukkan bahwa variasi kadar residu profenofos pada sampel A dan B antar replikasi dan antar injeksi besar

yang mungkin disebabkan karena penyemprotan profenofos pada kubis-kubis tidak merata, residu profenofos yang tertinggal pada kubis sudah ada yang terdegradasi di alam, adanya kesalahan pada preparasi sampel dan penyuntikkan sampel pada KGC dilakukan secara manual. Dari sampel A dan B dapat disimpulkan bahwa hasil analisis sampel B memiliki tingkat ketelitian yang lebih tinggi dibandingkan prosedur analisis sampel A karena standar deviasi dan koefisien variasi sampel B lebih kecil dibandingkan sampel A.

Tabel XI menunjukkan bahwa kadar rata-rata residu pestisida profenofos pada sampel kubis A dibawah batas maksimum residu profenofos yang ditetapkan oleh FDA yaitu 0,02 ppm. Jadi sampel kubis A dari daerah Tawangmangu aman untuk dikonsumsi. Tetapi, tetap harus hati-hati karena jika kita mengkonsumsi kubis yang banyak maka residu profenofos yang tertinggal pada sampel kubis daerah Tawangmangu dapat mengalami akumulasi dalam tubuh kita. Akumulasi profenofos dalam tubuh manusia, dapat menyebabkan penghambatan enzim asetilkolinesterase dalam darah. Penghambatan ini dapat mengakibatkan akumulasi asetilkolin dalam tubuh. Akumulasi asetilkolin dalam tubuh dapat menyebabkan gejala keracunan baik ringan, sedang, maupun berat.

Kadar rata-rata residu pestisida profenofos pada sampel B diperoleh 0,02 ppm, sehingga dapat disimpulkan sampel B tidak aman untuk dikonsumsi karena sampel B mengandung residu pestisida profenofos yang mencapai batas maksimum residu yang telah ditetapkan oleh *Food and Drug Administration* yaitu 0,02 ppm. Oleh karena itu, masyarakat harus hati-hati mengkonsumsi kubis sampel B terutama dalam pencucian kubis sebelum dimasak. Untuk keracunan pestisida profenofos, antidot yang direkomendasikan yaitu atropin 1,2-3mg intravena (Eddleston, 2005).

G. Validasi metode

Pada penelitian ini, telah dilakukan pengujian untuk mengetahui ketepatan metode yang digunakan untuk mendapatkan hasil analisis yang tepat. Untuk itu, dilakukan *recovery* (perolehan kembali) dengan cara menambahkan larutan standar profenofos yang telah diketahui kadarnya yaitu 0,0238 ppm ke dalam sampel kubis A yang telah diketahui kadarnya yaitu 0,018 ppm, jadi kadar

sebenarnya adalah 0,0418 ppm. Setelah itu, sampel kubis dilakukan preparasi sampel, proses *clean up*, analisis dengan kromatografi gas sama seperti pada penetapan kadar residu pestisida profenofos pada sampel. *Recovery* ini, dibuat satu kadar dengan 6 kali injeksi. Kemudian kadar residu profenofos yang terukur dibandingkan dengan kadar yang sebenarnya. *Recovery* yang baik biasanya berkisar antara 80-120% (Anonim, 1997). *Recovery* pada masing-masing injeksi dapat dilihat pada tabel XII sebagai berikut:

Tabel XII. Hasil Perhitungan *recovery* sampel

Injeksi	Luas area	Kadar (ppm)	<i>Recovery</i> (%)	<i>Recovery</i> ± SD, CV
1	1,1143	0,038	90,909	94,90% ± 0,05 CV = 5,27%
2	1,1744	0,040	95,694	
3	1,1281	0,039	93,301	
4	1,2136	0,042	100,478	
5	1,2330	0,042	100,478	
6	1,0715	0,037	88,517	

Pada penelitian ini, diperoleh nilai *recovery* rata-rata 94,90%. Nilai *recovery* tersebut menunjukkan bahwa *recovery* yang diperoleh baik, berarti metode analisis yang digunakan untuk menganalisis residu profenofos dalam kubis dengan kromatografi gas adalah metode yang tepat. Standar deviasi dan koefisien variasi yang diperoleh 0,05 dan 5,27% menunjukkan bahwa metode kromatografi gas yang digunakan untuk mengetahui kadar residu pestisida profenofos pada kubis, mempunyai akurasi yang baik, sehingga didapatkan hasil yang teliti. Nilai standar deviasi dan koefisien variasi yang tidak terlalu bagus dapat disebabkan karena penyuntikkan sampel pada kromatograf gas dilakukan secara manual. *Recovery* sebaiknya dilakukan dengan membuat 3 seri kadar dengan 3x replikasi atau 1 seri kadar dengan 6x replikasi untuk mendapatkan hasil analisis yang tepat dan dapat dipertanggungjawabkan.

H. Beberapa penelitian lain tentang analisis residu Profenofos

Penelitian lain yang dilakukan Chen dan kawan-kawan berupa analisis residu profenofos pada tomat dan kubis yang menggunakan kromatografi gas

dengan detektor fotometri nyala, kolom 5% OV 101 chromosorb W-HP dan pelarut yang digunakan hexane:aseton (1:1 V/V) diperoleh kadar profenofos dalam tomat 0,06 ppm dan kubis 0,06 ppm. Nilai *recovery* analisis profenofos pada tomat diperoleh 96,2-105,9% dan kubis diperoleh 94,7-102,3% dengan standar deviasi untuk tomat 3,7-4,9% dan kubis 3.7-5.0% (Chen dkk., 2001). Hasil yang diperoleh pada penelitian analisis residu pestisida profenofos pada kubis di daerah Tawangmangu dengan kromatografi gas yang dilengkapi dengan FPD (*Flame Photometry Detector*) yaitu kadar residu pestisida profenofos pada sampel kubis A 0,01 ppm dan B 0,02 ppm dengan *recovery* 94,90%, SD 0,05 dan CV 5,27% hampir mendekati dengan hasil penelitian analisis profenofos pada tomat dan kubis dengan kromatografi gas dalam hitungan *recovery* dan koefisien variasi *recovery*. Jadi dapat disimpulkan bahwa analisis residu profenofos pada kubis daerah Tawangmangu merupakan penelitian yang memiliki tingkat ketelitian dan ketepatan yang tinggi karena metode kromatografi gas dengan detektor fotometri nyala untuk analisis residu profenofos pada kubis merupakan metode analisis yang tepat dan teliti sehingga memberikan hasil yang tepat dan teliti.

Dari hasil penelitian Rustman (1988), tomat dan kubis di daerah Lembang mengandung residu profenofos 0,11 ppm dan 0,41 ppm. Hasil analisis residu profenofos pada kubis di daerah Pengalengan yaitu 0,03 ppm sedangkan kubis di daerah Cisarupan-Garut yaitu 0,07 ppm. Kadar residu profenofos pada tomat dan kubis di daerah Lembang, Pengalengan, dan Cisarupan-Garut lebih tinggi dibandingkan kadar residu profenofos pada kubis daerah Tawangmangu, yang dapat disebabkan karena kubis dan tomat di daerah Lembang, Pengalengan, dan Cisarupan-Garut mendapatkan frekuensi penyemprotan dan dosis profenofos lebih banyak, metode yang digunakan Rustman lebih tepat dan teliti dari metode penelitian ini, analisis memiliki ketelitian yang sangat tinggi dalam analisis, residu profenofos pada sampel kubis A dan B di daerah Tawangmangu sudah ada yang terdegradasi di alam menjadi bentuk senyawa lain sehingga mengakibatkan kadar residu profenofos menjadi berkurang.

Penelitian Choy dan Seeneevassen (1998) tentang *Monitoring Insecticide residues in vegetables and fruits at the market level* menggunakan metode

kromatografi gas cair yang dilengkapi dengan detektor nitrogen fosfor dan sampel sayuran dan buah-buahan diambil yang beredar pada pasar Port Louis, Vacoas, Curepipe, Rose Hill, Quatre Bornes, Chemin Grenier dan Mahebourg. Diperoleh hasil analisis residu profenofos pada kubis tidak ada, sedangkan tomat 0,011-0,076 ppm; buncis 0,15-0,28 ppm dan seledri 0,003 ppm (Choy dan Seeneevassen, 1998). Dari hasil penelitian tersebut dapat disebabkan karena penyemprotan profenofos pada kubis hanya sedikit dengan dosis yang kecil atau kubis memang tidak disemprot dengan profenofos. Selain itu juga, dapat disebabkan karena residu profenofos pada kubis sudah terdegradasi di alam. Kadar residu profenofos pada tomat dan buncis lebih tinggi dapat disebabkan karena frekuensi penyemprotan profenofos dan dosisnya tinggi sehingga kadar residu profenofosnya tinggi dibanding dengan seledri. Kadar residu profenofos yang terdapat pada tomat dan kubis sudah melebihi batas maksimum residu yang ditetapkan oleh *Food and Drug Administration*, sehingga tomat dan buncis yang beredar pada pasar Port Louis, Vacoas, Curepipe, Rose Hill, Quatre Bornes, Chemin Grenier dan Mahebourg tidak aman untuk dikonsumsi. Alat analisis kromatograf gas yang dilengkapi detektor nitrogen fosfor yang digunakan pada penelitian yang dilakukan oleh Choy dan Seeneevassen lebih selektif dan sensitif dibandingkan dengan detektor fotometri nyala filter P karena detektor nitrogen fosfor merupakan detektor yang digunakan untuk mendeteksi senyawa yang mengandung unsur nitrogen atau fosfor bahkan senyawa yang mengandung nitrogen dan fosfor.

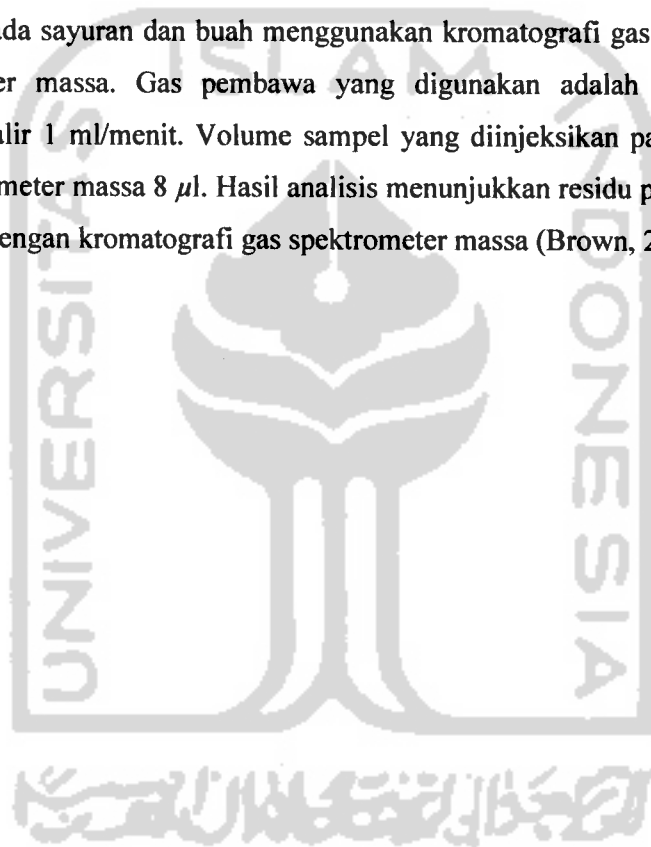
Penelitian lain yang dilakukan oleh Chang dkk., (1999-2000) yaitu memonitor residu pestisida pada pasar sayur-sayuran dan buah-buahan yang beredar di negara Taiwan bagian Tengah dengan menggunakan banyak metode yaitu kromatografi gas dengan detektor fotometri nyala, kromatografi gas dengan detektor penangkap elektron, tes ditiokarbamat, HPLC-flouresensi, HPLC-UV, *Gas Chromatography mass spectrometer (GC/MS)*. Ekstraksi sampel menggunakan pelarut aseton, petroleum eter, dan diklorometan, kemudian *diclean up* dengan fase diam florisisil dan fase gerak n-heksan. Hasil penelitian menunjukkan bahwa profenofos dapat dideteksi pada metode kromatografi gas dengan detektor penangkap elektron dan tidak terdeteksi oleh metode lain. Hal

tersebut dapat disebabkan karena detektor penangkap elektron merupakan detektor yang selektif dan peka terhadap senyawa yang memiliki lone pair elektron, elektronegativitas (golongan halogen), dan fosfor sedangkan profenofos merupakan insektisida organofosfat yang mengandung fosfor, lone pair elektron, dan unsure halogen (Cl dan Br). Pada alat kromatograf gas dengan detektor fotometri nyala filter P tidak terdeteksi profenofos dapat disebabkan ada gangguan pada detektor fotometri nyala filter P sehingga ion P yang terdapat pada profenofos dalam sampel sayur-sayuran dan buah-buahan yang beredar pada pasar di negara Taiwan bagian Tengah tidak terdeteksi oleh detektor. Batas limit profenofos yang terdeteksi oleh kromatografi gas dengan detektor penangkap elektron adalah 0,05 ppm. Residu profenofos ditemukan pada apel Cina (2003) 0,69 ppm; bawang putih (2004) 0,57 ppm; dan apel Cina (2004) 0,64 ppm. Kadar residu profenofos tersebut sudah melebihi batas maksimum residu profenofos yang ditetapkan oleh FDA (*Food and Drug Administration*). Jadi apel Cina (2003-2004) dan Bawang putih (2004) tidak aman untuk dikonsumsi oleh masyarakat.

Pada penelitian lain yang menganalisis beberapa pestisida pada produk pertanian seperti *broccoli*, wortel, asparagus, bunga kol, jeruk, kedelai, padi, wijen yang dianalisis dengan metode kromatografi gas. Ekstraksi sampel menggunakan pelarut etil asetat dan *clean up* dengan aseton-n heksan. Analisis pestisida organofosfat menggunakan KGC dengan detektor Fotometri nyala, analisis pestisida organoklorin dan piretroid menggunakan KGC dengan detektor penangkap elektron dan analisis pestisida organonitrogen menggunakan KGC dengan detektor nitrogen fosfor. Analisis residu profenofos yang termasuk pestisida organofosfat menggunakan kromatografi gas dengan detektor fotometri nyala. Kolom yang dipakai adalah kolom kapiler DB-5. Gas pembawa yang digunakan adalah Helium dengan kecepatan alir 2 ml/menit dan volume injeksi 2 μ l. Hasil analisis menunjukkan residu profenofos positif ditemukan pada lada dari Negara Thailand dengan konsentrasi 0,62 ppm dengan LOD 0,0013 ppm dan LOQ 0,02 ppm (Hirahara dkk., 2005). Kadar residu profenofos pada lada dari Thailand besar melebihi BMR yang ditetapkan oleh FDA 0,02 ppm sehingga tidak aman untuk dikonsumsi oleh masyarakat.. Hal tersebut disebabkan karena

penyemprotan profenofos pada lada lebih sering dengan dosis yang tinggi, preparasi sampel dilakukan lebih teliti dan tepat dibandingkan analisis residu profenofos pada kubis daerah Tawangmangu dengan GC. Pada penelitian ini juga, digunakan kromatografi gas dengan detektor spektrometer massa dengan kolom kapiler DB-5 diperoleh limit of quantification 0,02 ppm. Jadi dapat disimpulkan bahwa pestisida profenofos juga dapat dideteksi dengan kromatografi gas menggunakan detektor spektrometer massa.

Penelitian lain yang dilakukan oleh Don Brown menganalisis residu pestisida pada sayuran dan buah menggunakan kromatografi gas dengan detektor spektrometer massa. Gas pembawa yang digunakan adalah Helium dengan kecepatan alir 1 ml/menit. Volume sampel yang diinjeksikan pada kromatografi gas spektrometer massa 8 μ l. Hasil analisis menunjukkan residu profenofos positif terdeteksi dengan kromatografi gas spektrometer massa (Brown, 2005).



BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

A. KESIMPULAN

1. Pada penelitian ini, diketahui bahwa dalam sampel kubis A dan B yang berasal dari daerah Tawangmangu terdapat residu pestisida profenofos dengan menggunakan metode kromatografi gas.
2. Kadar residu profenofos pada sampel kubis A adalah $0,01 \text{ ppm} \pm 0,004$ yang aman untuk dikonsumsi, sedangkan kadar residu profenofos pada sampel kubis B adalah $0,02 \text{ ppm} \pm 0,002$ yang tidak aman dikonsumsi.
3. *Recovery* yang diperoleh pada penelitian ini adalah 94,90% berarti metode analisis kromatografi gas yang digunakan untuk menganalisis residu profenofos dalam sampel kubis A dan B merupakan metode analisis yang tepat.

B. SARAN

1. Perlu dilakukan reaksi identifikasi kualitatif pada analisis residu pestisida profenofos sebelum melakukan analisis kuantitatif untuk mengetahui senyawa yang terdapat pada sampel.
2. Pada penyiapan sampel sebaiknya 10 lembar bagian luar crop kubis dan diblender untuk mendapatkan hasil yang homogen.
3. *Recovery* sebaiknya dilakukan dengan membuat 3 seri kadar yang berbeda (rendah, medium, dan tinggi) dengan 3x replikasi atau 1 seri kadar dengan 6x replikasi untuk mendapatkan hasil analisis yang tepat dan dapat dipertanggungjawabkan.
4. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai uji ketoksikan subakut profenofos dengan kadar yang didapat dari penelitian analisis residu pestisida profenofos pada kubis daerah Tawangmangu dengan kromatografi gas.
5. Perlu dilakukan penelitian analisis residu pestisida lain pada beberapa hasil pertanian yang sering dikonsumsi oleh masyarakat banyak.

DAFTAR PUSTAKA

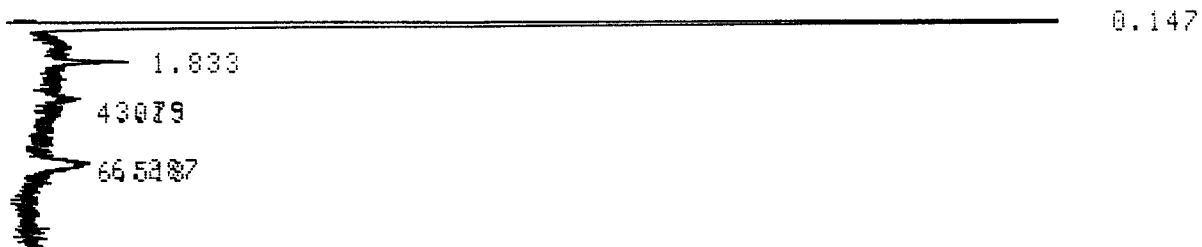
- Adnan, M., 1997, *Teknik Kromatografi untuk Analisis Bahan Makanan*, Edisi I, 65-73, 75-76, 88-98, Penerbit ANDI, Yogyakarta.
- Alegantina, S., Raini, M., dan Lastari, P., 2005, *Penelitian Kandungan Organofosfat Dalam Tomat Dan Kubis Yang Beredar Di Beberapa Jenis Pasar DKI Jakarta*, <http://www.litbang.depkes.go.id/media/index.php?option=content&task=view&id=73&Hemid=31> (diakses 12 April 2006).
- Anonim, 1997, *Metode Pengujian Residu Pestisida Dalam Hasil Pertanian*, 211-215, Komisi Pestisida Departemen Pertanian, Jakarta.
- Anonim, 2001, *Profenofos*, http://www.piindustries.com/pro_body.html (diakses 12 April, 2006).
- Anonim, 2004, *Kubis*, <http://www.kpel.or.id/TTGP/komoditi/BLUMKOL.1.htm> (diakses 20 Agustus 2005).
- Backer, C.A. and Brink, B. V., 1965, *Flora of Java*, volume 1, 3-189, N. V. P. Noordhoff Groningen, Netherlands.
- Brown, D., *The Determination of Multiple Pesticide Residues in Fruit and Vegetables using Triple Quad GC/MS/MS*, <http://www.varianinc.com/media/sci/apps/gcms76.pdf> (diakses 23 Mei 2006).
- Chang, M. J., Chen, T. H., and Fang, T. J., 2005, *Pesticide Residue Monitoring in Marketed Fresh Vegetables and Fruits in Central Taiwan (1999-2004) and an Introduction to the HACCP System*, <http://www.nfld.gov.tw/upload-file/doc/ISSUEJEDA2/P368-378.pdf> (diakses 15 Mei 2006).
- Chen Y. J., Lu, Y. H., Zhang, J., and Liu, J., *Extraction and Analysis of Profenofos Residue in Tomato and Cabbage by Gas Chromatography-Flame Photometric Detector*, http://www.ncbi.nlm.nih.gov/enterz/query.fcgi?cmd=Retrieve&db=PubMed&list_uids=12541821&dopt=Abstract (diakses 11 Mei 2006).
- Choy, L. H., and Seeneevassen, S., 2001, *Monitoring Insecticide Residues In Vegetables and Fruits At The Market Level*, <http://www.gov.mu/portal/sites/nch/moa/farc/amas98/542pdf-> (diakses 11 Mei 2006).
- Connell, D.W. and Miller, G.J., 1995, *Kimia dan Ekotoksikologi Pencemaran*, 195-200, diterjemahkan oleh Yanti Koestoer, UI Press, Jakarta.
- Dalimartha, S, 2000, *Atlas Tumbuhan Obat Indonesia*, Jilid 1, 121-123, Trubus Agriwidya, Jakarta.

- Day, R. A. and Underwood, A. L., 1986, *Analisis Kimia Kuantitatif*, Edisi Kelima, 507-510, diterjemahkan oleh Iis Sopyan, Penerbit Erlangga, Jakarta.
- Dibiyantoro, A. L. H., 1998, *Pesticide Residues on Some Vegetables, and Reductions Possible by Integrated Pest Management*, [http://www.aciar.gov.au/web.nsf/att/JFRN-6BN9DT/\\$file/pr85-part5.pdf](http://www.aciar.gov.au/web.nsf/att/JFRN-6BN9DT/$file/pr85-part5.pdf) (diakses 11 Mei 2006).
- Eddleston, M., 2005, *Organophosphorus and carbamate pesticides*, <http://www.aic.cuhk.edu.hk/web8/pesticides.html> (diakses 12 April 2006).
- Gritter, R. J., Bobbit, J. M., and Schwarting, A. E., 1991, *Pengantar Kromatografi*, Edisi Kedua, 35, 79, diterjemahkan oleh Kosasih Padmawinata, Penerbit ITB, Bandung.
- Hirahara, Y., Kimura, M., dkk, 2005, *Validatio of Multiresidue Screening Methods for the Determination of 186 Pesticides in 11 Agricultural Products Using Gas Chromatography (GC)*, http://jhs.pharm.or.jp/S1_617.pdf (diakses 23 Mei 2006).
- Hodgson, E. and Levi, P. E., 2000, *A Textbook of Modern Toxicology*, 254, 256-258, McGraw Hill, Singapore.
- Lu, F. C., 1995, *Toksikologi Dasar Asas, Organ sasaran, dan Pemilihan Risiko*, Edisi Kedua, 327-336, diterjemahkan oleh Edi Nugroho, Penerbit Universitas Indonesia, Jakarta.
- McNair, M. H. and Bonelli, E. J., 1988, *Dasar Kromatografi Gas*, 1, 7-14, 104-106, diterjemahkan oleh Kosasih Padmawinata, Penerbit ITB, Bandung.
- Murson, J. W., 1981, *Pharmaceutical Analysis Modern Methods*, part A, 283, Marcel Dekker, inc., New York.
- Orme, S., and Kegley, S., 2006, *Profenofos*, <http://www.pesticideinfo.org/Detail-chemical.jsp?Rec.id=PC34257> (diakses 12 April 2006).
- Prabowo, H., 2005, *Petunjuk Praktikum Kimia Farmasi Analisis*, 2, Jurusan Farmasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia, Yogyakarta.
- Pristiyanto, D., 2001, *Penggunaan Insektisida Lampaui Batas*, <http://www.suaramerdeka.com/harian/0104/06/slo6.htm> (diakses 19 Agustus 2005).
- Reginawanty, 1999, *Kol Bunga Putih/Blumkol*, <http://www.mail-archive.com/envorum@ypb.or.id/msg02037.html> (diakses 19 Agustus 2005).

- Rukman, R, 1994, *Bertanam Kubis*, 13-16, 26-27, Penerbit Kanisius, Yogyakarta.
- Sastrohamidjojo, H, 2002, *Kromatografi*, Edisi Kedua, 41, 49, 53-62, 85, 9397-104, Penerbit Liberty, Yogyakarta.
- Sudarmo, S., 1991, *Pestisida*, 41, 49, 53-62, 85, 9397-104, Penerbit Kanisius, Yogyakarta.
- Sumarno, 2000, *Kromatografi Teori Dasar dan Petunjuk Praktikum*, 124, Bagian Kimia Farmasi, Fakultas Farmasi Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.
- Wudianto, R., *Petunjuk Penggunaan Pestisida*, 2-19, Penerbit PT Penebar Swadaya, Jakarta.

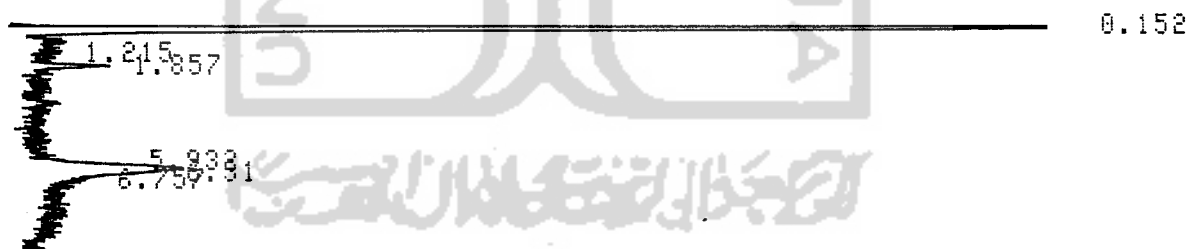


Lampiran 1. Kromatogram larutan standar profenofos 0,1904 ppm replikasi 1

ZERO
START

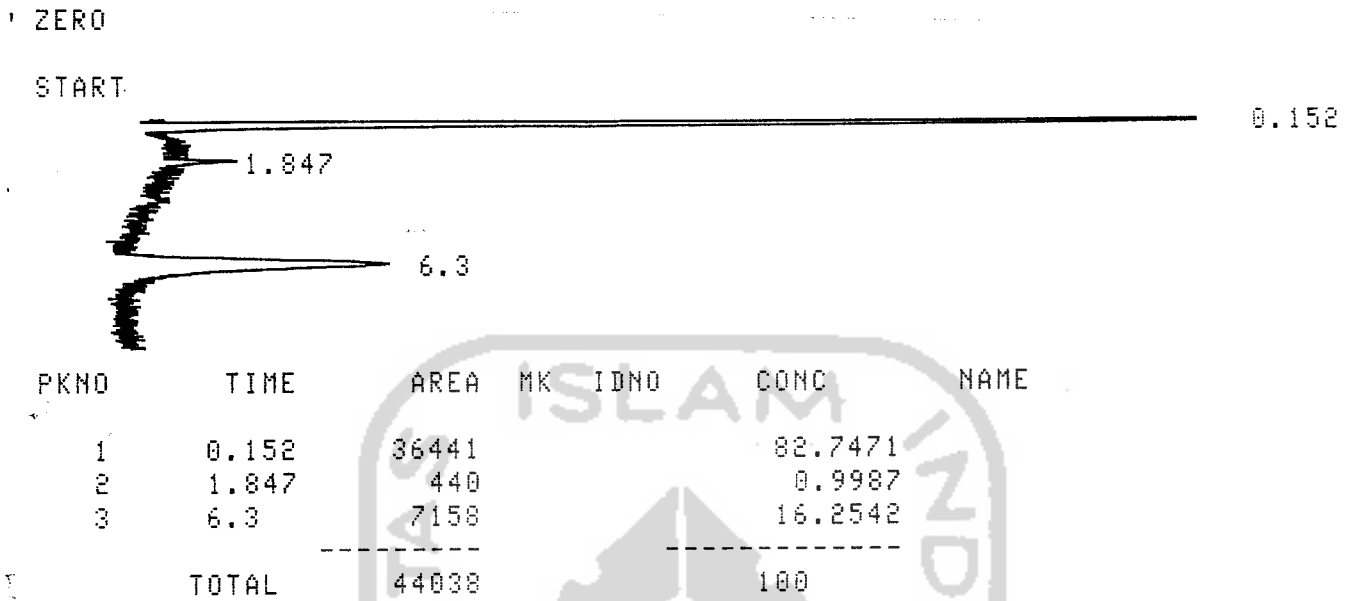
PKNO	TIME	AREA	MK	IDNO	CONC	NAME
1	0.147	31331			95.309	
2	1.833	428			1.3011	
3	3.79	218			0.6616	
4	6.287	790			2.4029	
5	6.518	107	V		0.3254	
TOTAL		32874			100	

Lampiran 2. Kromatogram larutan standar profenofos 0,476 ppm replikasi 1

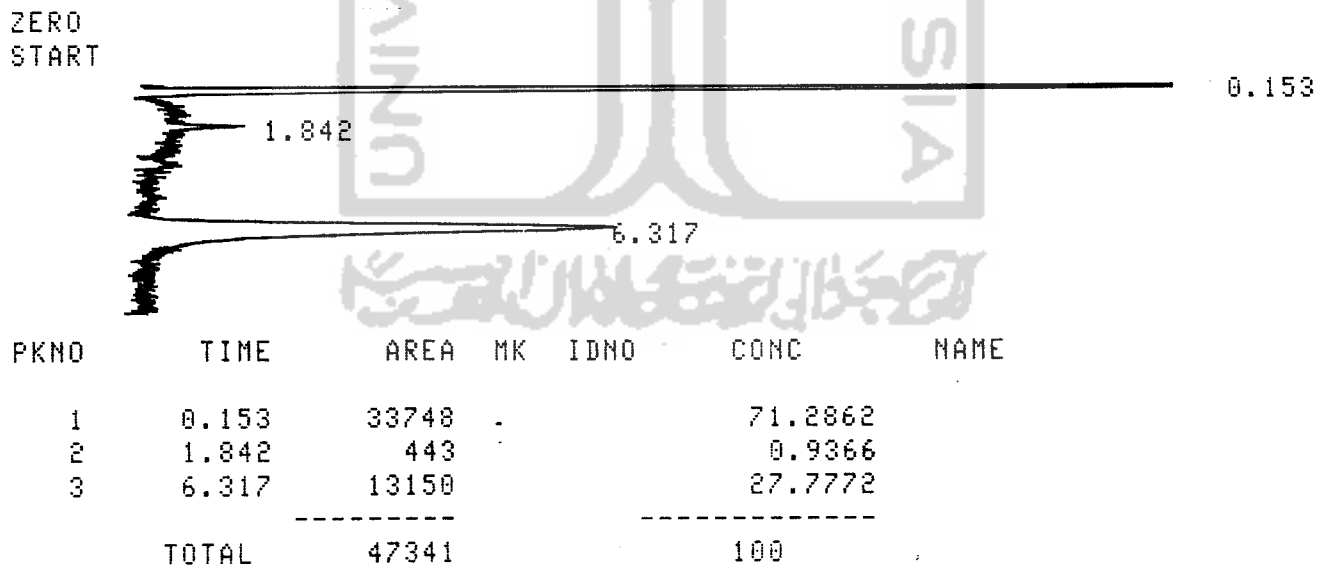
ZERO
START

PKNO	TIME	AREA	MK	IDNO	CONC	NAME
1	0.152	34397			89.5327	
2	1.857	497			1.2929	
3	6.31	3363	V		8.753	
4	6.757	162	V		0.4214	
TOTAL		38418			100	

Lampiran 3. Kromatogram larutan standar profenofos 0,952 ppm replikasi 1



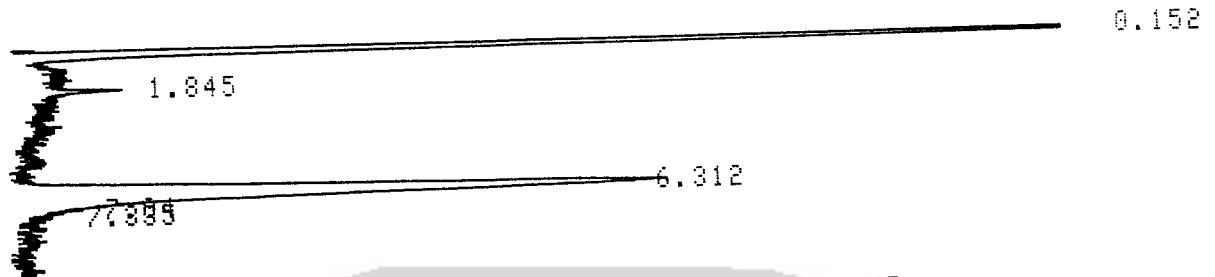
Lampiran 4. Kromatogram larutan standar profenofos 1,904 ppm replikasi 1



Lampiran 5. Kromatogram larutan standar profenofos 2,856 ppm replikasi 1

ZERO

START



PKNO	TIME	AREA	MK	IDNO	CONC	NAME
1	0.152	32901			62.5281	
2	1.845	461			0.8752	
3	6.312	19256	S		36.5967	
TOTAL		52617			100	

Lampiran 6. Kromatogram larutan standar profenofos 0,1094 ppm replikasi 2

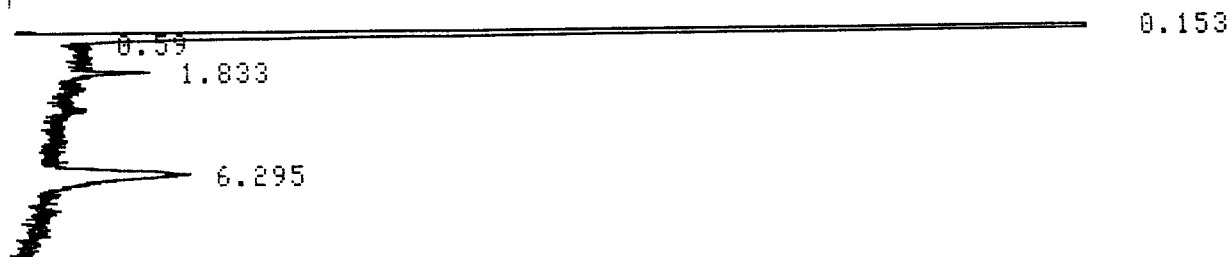
ZERO

START



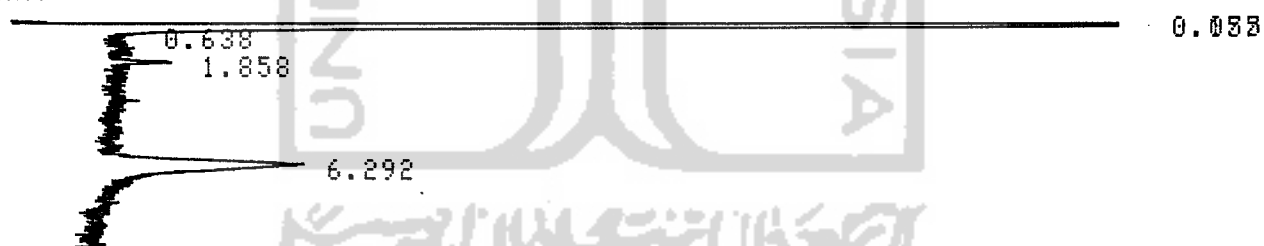
PKNO	TIME	AREA	MK	IDNO	CONC	NAME
1	0.153	35473			95.4106	
2	1.832	369	V		0.9937	
3	6.247	1211			3.257	
4	6.543	126	V		0.3387	
TOTAL		37180			100	

Lampiran 7. Kromatogram larutan standar profenofos 0,476 ppm replikasi 2

ZERO
START

PKNO	TIME	AREA	MK	IDNO	CONC	NAME
1	0.153	39748	S		92.4862	
2	1.833	532			1.2372	
3	6.295	2698			6.2766	
TOTAL		42978			100	

Lampiran 8. Kromatogram larutan standar profenofos 0,952 ppm replikasi 2

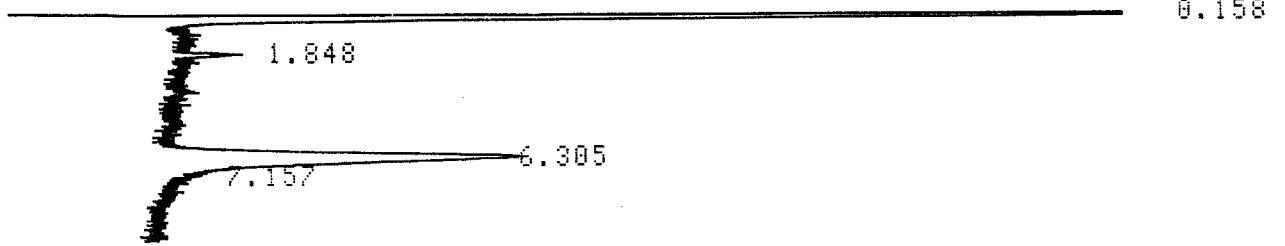
ZERO
START

PKNO	TIME	AREA	MK	IDNO	CONC	NAME
1	0.157	40192	S		89.4972	
2	1.858	377			0.8395	
3	6.292	4340			9.6633	
TOTAL		44909			100	

ZERO

Lampiran 9. Kromatogram larutan standar profenofos 0,1,904 ppm replikasi 2

START
ZERO

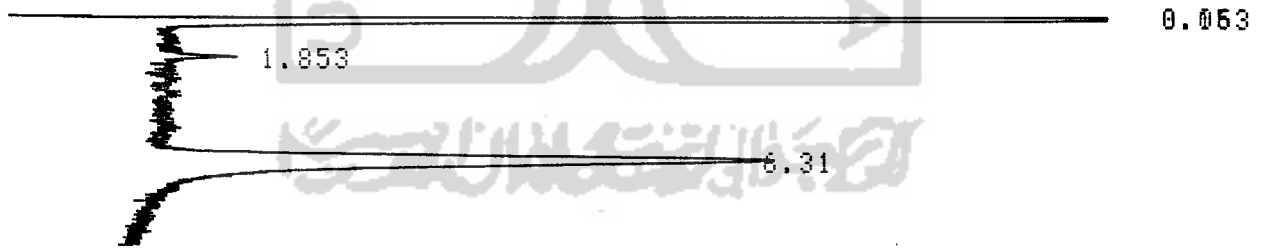


PKNO	TIME	AREA	MK	IDNO	CONC	NAME
1	0.158	38780			78.3282	
2	1.848	556			1.1232	
3	6.305	10174	S		20.5486	
TOTAL		49510			100	

ZERO

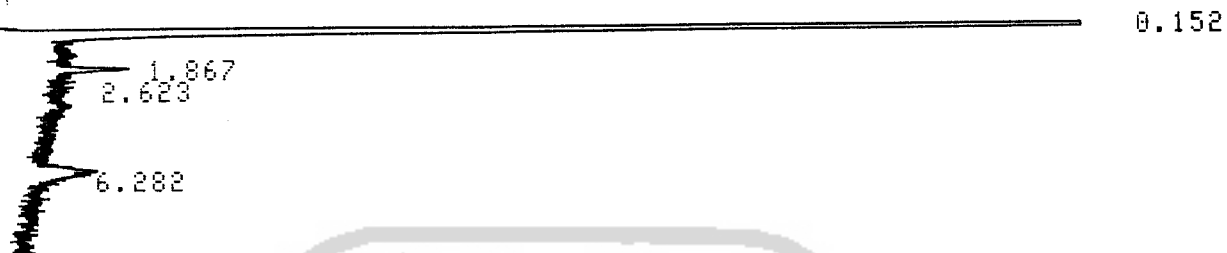
Lampiran 10. Kromatogram larutan standar profenofos 2,856 ppm replikasi 2

START
-ZERO



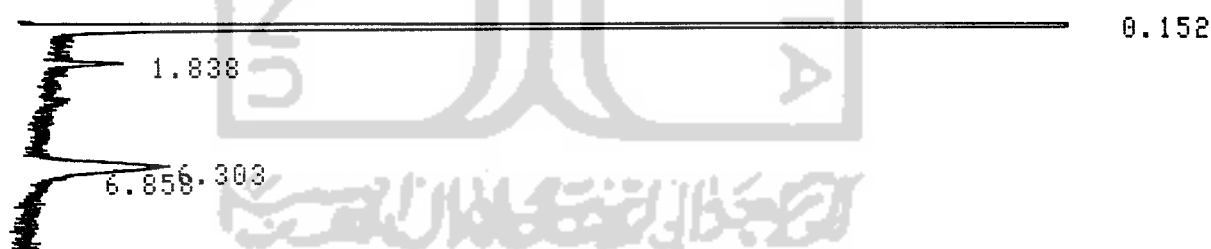
PKNO	TIME	AREA	MK	IDNO	CONC	NAME
1	0.153	46959			70.9379	
2	1.853	464			0.7011	
3	6.31	18774			28.3611	
TOTAL		66198			100	

Lampiran 11. Kromatogram larutan standar profenofos 0,1904 ppm replikasi 3

ZERO
START

PKNO	TIME	AREA	MK	IDNO	CONC	NAME
1	0.152	48820			97.5442	
2	1.867	461			0.9205	
3	2.623	129			0.258	
4	6.282	639			1.2774	
TOTAL		50049			100	

Lampiran 12. Kromatogram larutan standar profenofos 0,476 ppm replikasi 3

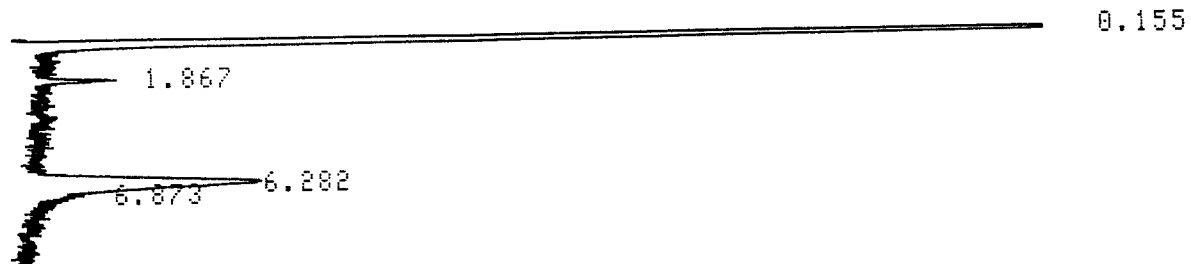
ZERO
START

PKNO	TIME	AREA	MK	IDNO	CONC	NAME
1	0.152	45936			92.6177	
2	1.838	636			1.2813	
3	6.303	3026	S		6.1009	
TOTAL		49597			100	

Lampiran 13. Kromatogram larutan standar profenofos 0,952 ppm replikasi 3

ZERO

START



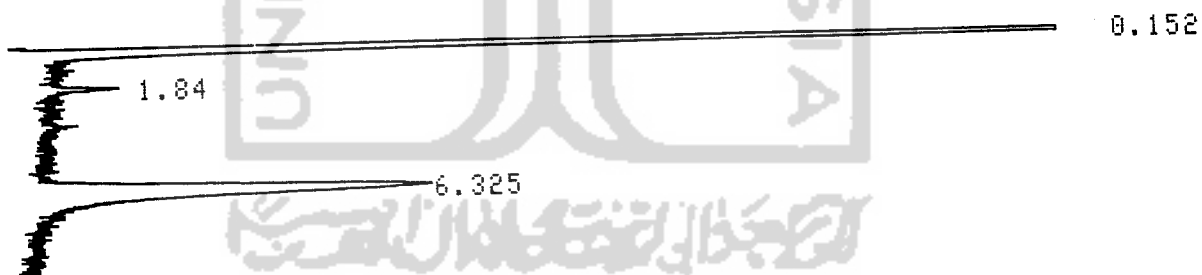
PKNO	TIME	AREA	MK	IDNO	CONC	NAME
1	0.155	44852			87.9409	
2	1.867	465			0.9108	
3	6.282	5563			10.9077	
4	6.873	123	V		0.2405	
TOTAL		51002			100	

Lampiran 14. Kromatogram larutan standar profenofos 1,904 ppm replikasi 3

ZERO

ZERO

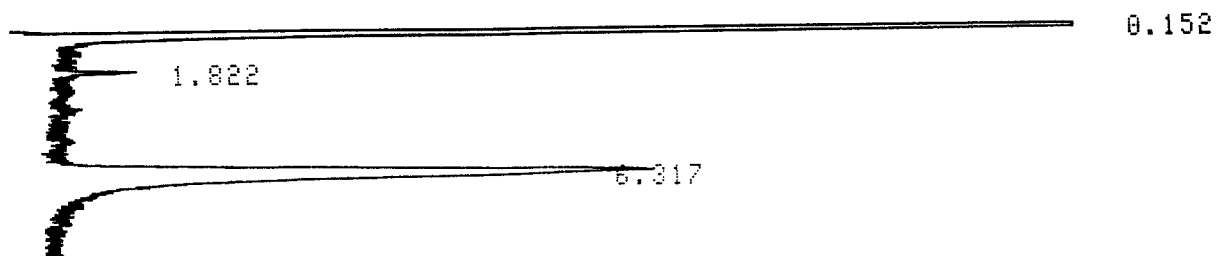
START



PKNO	TIME	AREA	MK	IDNO	CONC	NAME
1	0.152	43640			78.7811	
2	1.84	464			0.8383	
3	6.325	11290			20.3806	
TOTAL		55394			100	

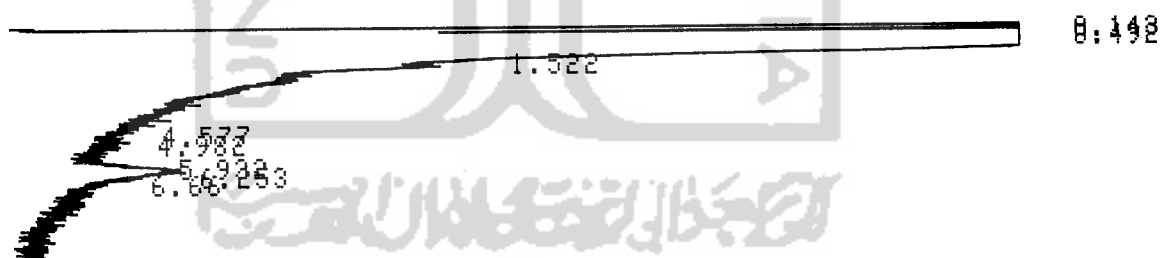
ZERO

Lampiran 15. Kromatogram larutan standar profenofos 2,856 ppm replikasi 3

ZERO
START

PKNO	TIME	AREA	MK	IDNO	CONC	NAME
1	0.152	43643			72.2146	
2	1.822	392			0.6486	
3	6.317	16400			27.1368	
TOTAL		60435			100	

Lampiran 16. Kromatogram Sampel A replikasi 1 injeksi 1

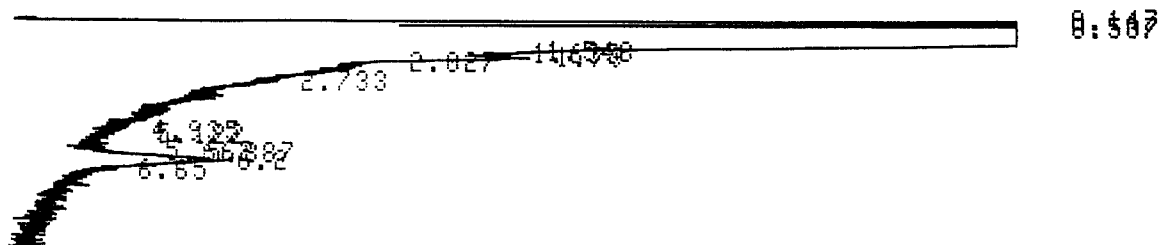
ZERO
START

PKNO	TIME	AREA	MK	IDNO	CONC	NAME
1	0.143	34391			10.1677	
2	0.492	301684	SV		89.1926	
3	5.932	118			0.0349	
4	6.253	2046	V		0.6048	
TOTAL		338239			100	

ZERO

Lampiran 17. Kromatogram Sampel A replikasi 1 injeksi 2

START

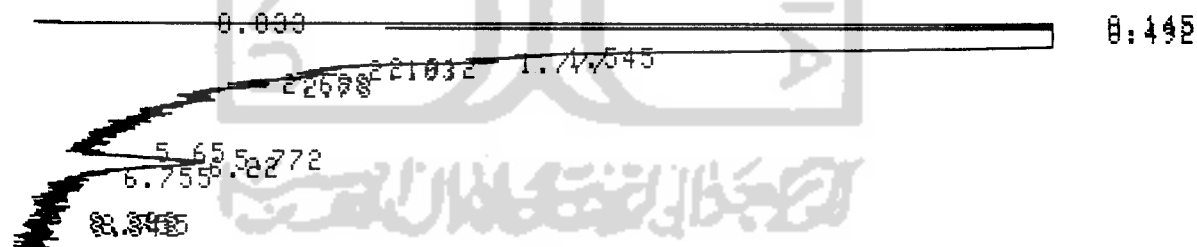


PKNO	TIME	AREA	MK	IDNO	CONC	NAME
1	0.147	34488			10.9437	
2	0.507	276015	SV		87.5839	
3	1.79	761	TV		0.2415	
4	2.733	160			0.0508	
5	5.662	274			0.0869	
6	5.887	105	V		0.0332	
7	6.2	3340	V		1.0599	
TOTAL		315144			100	

ZERO

Lampiran 18. Kromatogram Sampel A replikasi 1 injeksi 3

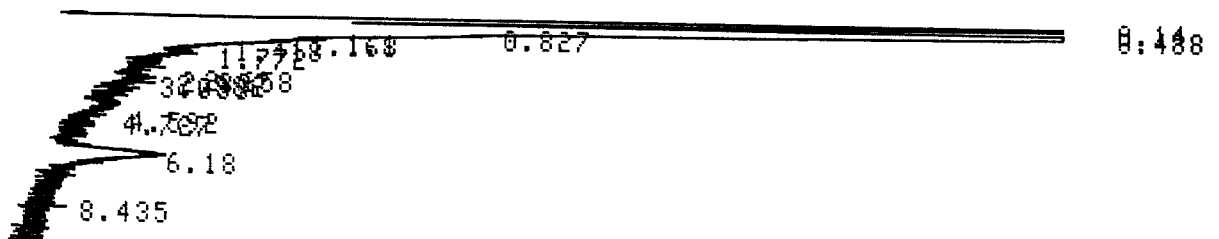
START



PKNO	TIME	AREA	MK	IDNO	CONC	NAME
1	0.145	30101			8.8656	
2	0.492	304585	SV		89.7103	
3	1.777	648	TV		0.1909	
4	2.78	180			0.0531	
5	5.772	484	V		0.1424	
6	6.22	3154	V		0.9289	
7	6.755	158	V		0.0467	
8	8.388	211			0.062	
TOTAL		339520			100	

Lampiran 19. Kromatogram Sampel A replikasi 2 injeksi 1

ZERO
START



PKNO	TIME	AREA	MK	IDNO	CONC	NAME
1	0.14	29418			48.693	
2	0.488	23924	V		39.5995	
3	0.827	3731	V		6.1754	
4	1.1	491	V		0.812	
5	1.168	1218	V		2.0167	
6	2.658	102			0.1681	
7	2.807	184	V		0.3041	
8	2.982	191	V		0.3161	
9	6.18	1157			1.9153	
TOTAL		60415			100	

Lampiran 20. Kromatogram Sampel A replikasi 2 injeksi 2

START

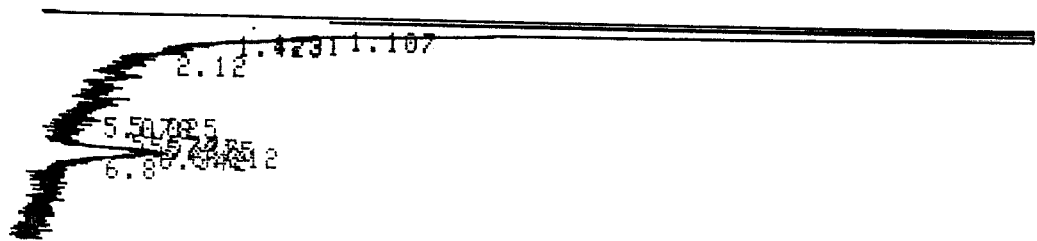


PKNO	TIME	AREA	MK	IDNO	CONC	NAME
1	0.143	33007			50.3799	
2	0.495	23057	V		35.1926	
3	0.835	3666	V		5.5954	
4	1.182	1789	V		2.731	
5	1.338	341	V		0.5209	
6	1.477	136	V		0.2073	
7	3.418	252			0.3845	
8	3.592	131	V		0.2003	
9	5.877	136			0.2077	
10	5.913	169	V		0.2576	
11	6.172	2672	V		4.0785	
12	6.607	160	V		0.2444	
TOTAL		65516			100	

ZERO

Lampiran 21. Kromatogram Sampel A replikasi 2 injeksi 3

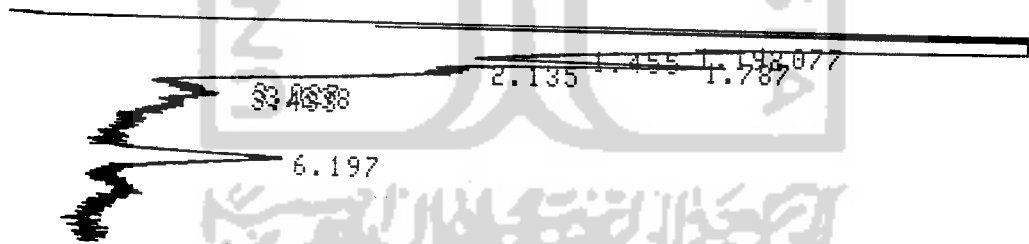
START



PKNO	TIME	AREA	MK	IDNO	CONC	NAME
1	0.145	34120			48.4286	
2	0.5	30784	V		43.6938	
3	1.107	1880	V		2.668	
4	1.31	303	V		0.4294	
5	2.12	116			0.1644	
6	5.577	153			0.2178	
7	5.787	139	V		0.1969	
8	5.915	160	V		0.2273	
9	6.212	1684	V		2.3898	
10	6.342	981	V		1.3918	
11	6.8	135	V		0.1922	
TOTAL		70455			100	

Lampiran 22. Kromatogram Sampel A replikasi 3 injeksi 1

START

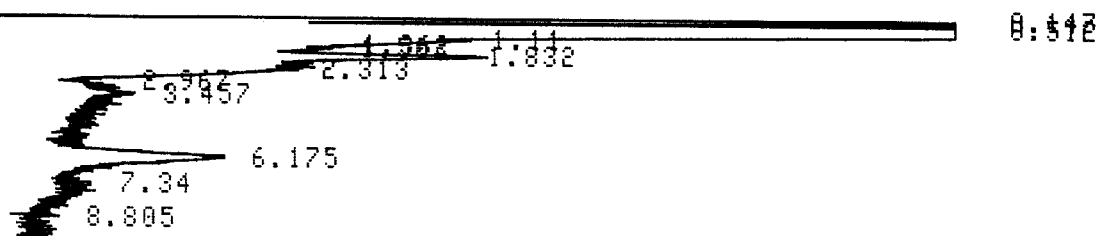


PKNO	TIME	AREA	MK	IDNO	CONC	NAME
1	0.147	29694			19.6652	
2	0.507	99955	V		66.1976	
3	1.077	4225	V		2.7983	
4	1.192	4277	V		2.8322	
5	1.455	2727	V		1.8062	
6	1.787	5305	V		3.513	
7	2.135	118	V		0.078	
8	3.027	230			0.1521	
9	3.238	177	V		0.1175	
10	3.433	405	V		0.2681	
11	6.197	3884			2.572	
TOTAL		150996			100	

ZERO

Lampiran 23. Kromatogram Sampel A replikasi 3 injeksi 2

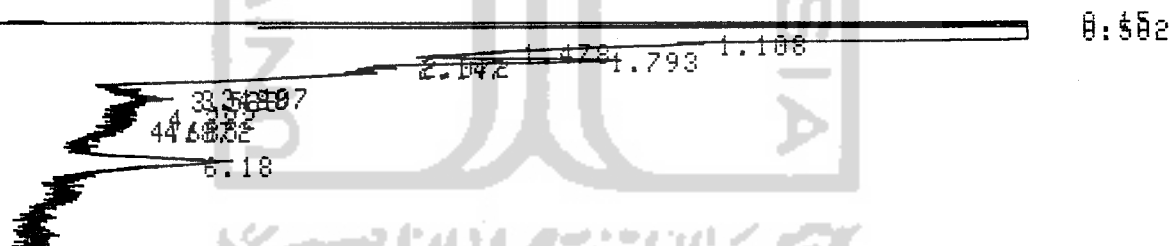
START



PKNO	TIME	AREA	MK	IDNO	CONC	NAME
1	0.147	29153			21.8262	
2	0.512	96344	SV		72.1302	
3	1.11	341	T		0.2555	
4	1.503	152	T		0.114	
5	1.832	2318	T		1.7355	
6	2.313	1389			1.0401	
7	3.457	243			0.1821	
8	6.175	3486			2.6097	
9	8.805	143			0.1067	
TOTAL		133570			100	
ZERO						

Lampiran 24. Kromatogram Sampel A replikasi 3 injeksi 3

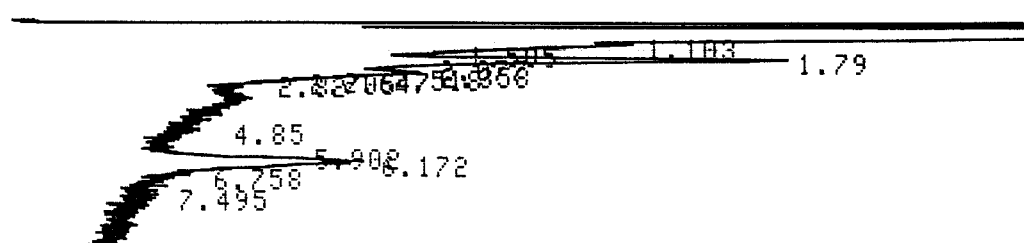
START



PKNO	TIME	AREA	MK	IDNO	CONC	NAME
1	0.15	26821			16.357	
2	0.502	115277	V		70.3033	
3	1.108	9822	V		5.9904	
4	1.478	2374	V		1.4478	
5	1.793	5989	V		3.6523	
6	2.072	222	V		0.1355	
7	4.685	162			0.099	
8	6.18	3304			2.0147	
TOTAL		163971			100	

Lampiran 25. Kromatogram Sampel B replikasi 1 injeksi 1

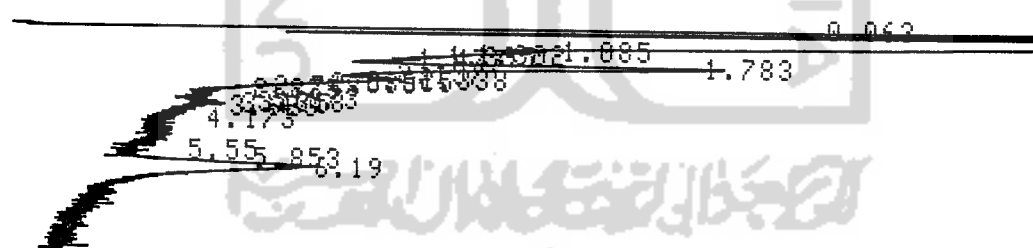
START



PKNO	TIME	AREA	MK	IDNO	CONC	NAME
1	0.147	29695			18.7725	
2	0.502	91440	V		57.8068	
3	1.103	10169	V		6.4286	
4	1.505	2995	V		1.8934	
5	1.79	11760	V		7.4344	
6	2.077	1730	V		1.0939	
7	2.358	3788	V		2.3946	
8	2.518	878	V		0.5554	
9	2.647	384	V		0.211	
10	2.705	312	V		0.1974	
11	5.902	112			0.071	
12	6.172	4828	SV		3.0519	
13	7.495	141			0.0892	
TOTAL		158182			100	

Lampiran 26. Kromatogram Sampel B replikasi 1 injeksi 2

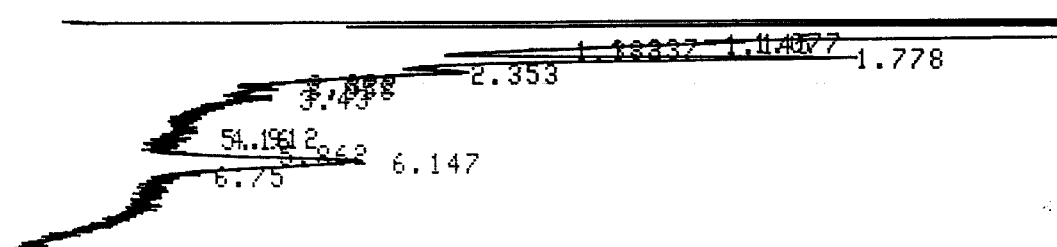
START



PKNO	TIME	AREA	MK	IDNO	CONC	NAME
1	0.148	25502	V		16.6481	
2	0.492	103176	SV		67.3563	
3	1.085	446	T		0.2914	
4	1.477	104	T		0.068	
5	1.783	11889	V		7.7613	
6	2.157	1046	V		0.6832	
7	2.338	3791	V		2.4749	
8	2.515	654	V		0.4272	
9	2.588	483	V		0.3151	
10	2.748	584	V		0.3814	
11	2.875	102	V		0.0666	
12	3.318	169	V		0.1101	
13	3.475	148	V		0.0967	
14	5.853	174			0.1134	
15	6.19	4912	V		3.2065	
TOTAL		153180			100	

Lampiran 27. Kromatogram Sampel B replikasi 1 injeksi 3

START

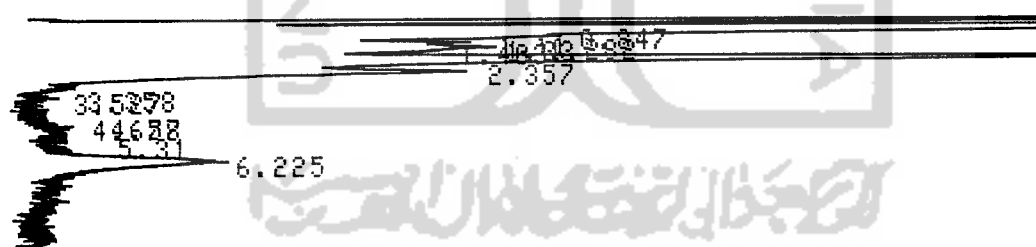


0.478

PKNO	TIME	AREA	MK	IDNO	CONC	NAME
1	0.143	29368			16.6159	
2	0.478	106968	V		60.521	
3	1.077	2901	V		1.6412	
4	1.145	5897	V		3.3364	
5	1.337	814	V		0.4604	
6	1.382	5033	V		2.8476	
7	1.778	12684	V		7.1762	
8	2.353	6864	V		3.8837	
9	2.822	159	V		0.0901	
10	3.058	179	V		0.1012	
11	3.43	223			0.1261	
12	4.912	111			0.063	
13	6.147	5419	V		3.066	
14	6.75	126	V		0.0713	
TOTAL		176745			100	

Lampiran 28. Kromatogram Sampel B replikasi 2 injeksi 1

START

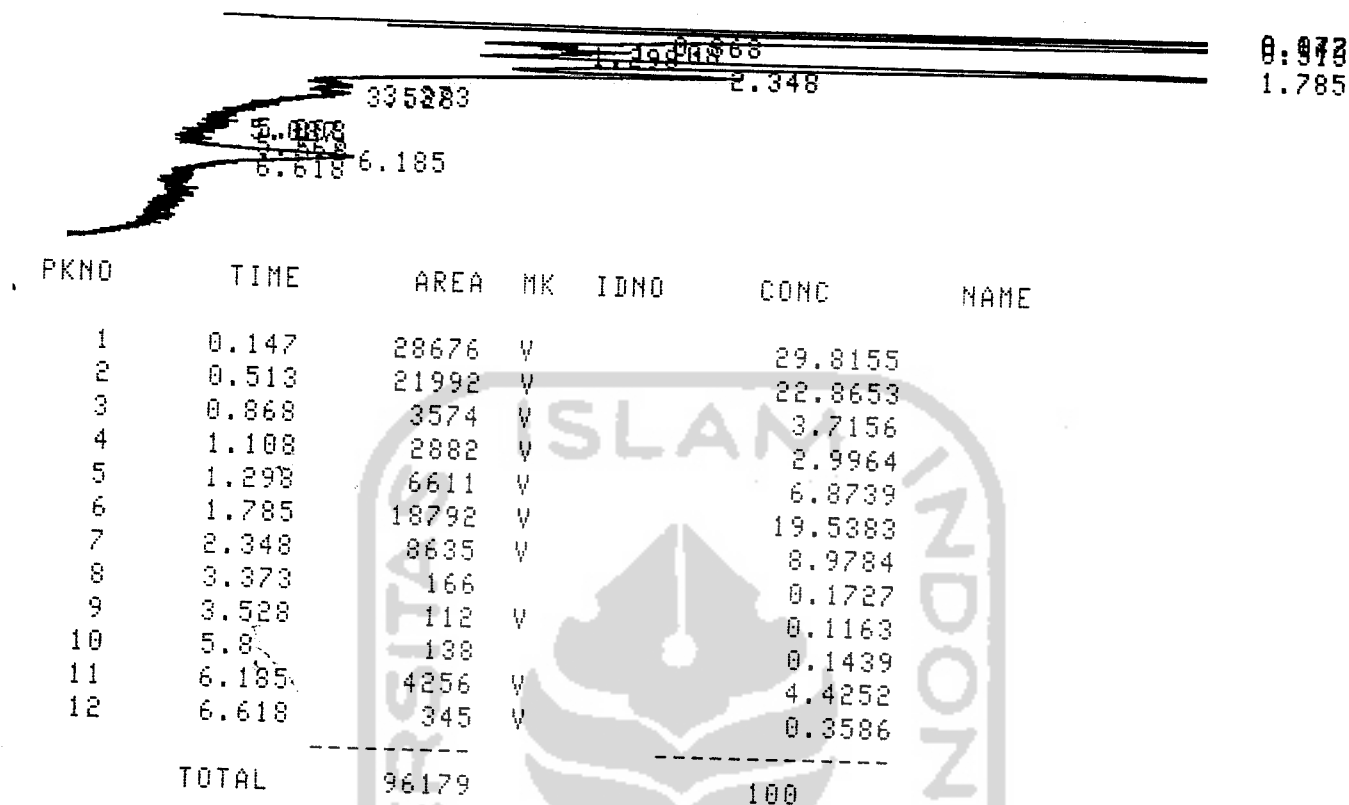


0.498

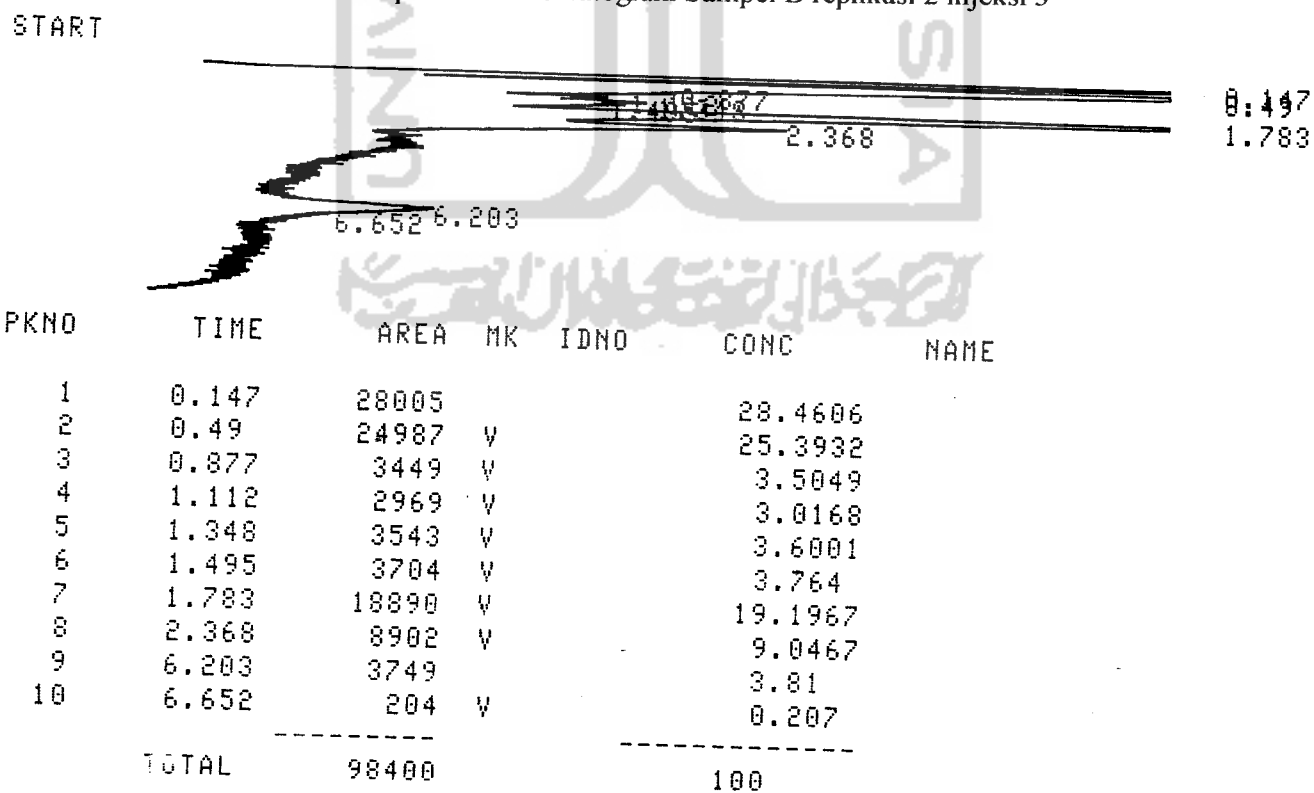
1.787

PKNO	TIME	AREA	MK	IDNO	CONC	NAME
1	0.147	28304			26.0766	
2	0.498	28943	V		26.6657	
3	0.847	5417	V		4.9907	
4	1.11	3093	V		2.8494	
5	1.282	2450	V		2.2574	
6	1.33	3758	V		3.4619	
7	1.483	3269	V		3.0116	
8	1.787	21685	V		19.9791	
9	2.357	7462	V		6.8751	
10	3.358	133			0.1223	
11	5.31	164			0.1511	
12	6.225	3863			3.5591	
TOTAL		108541			100	

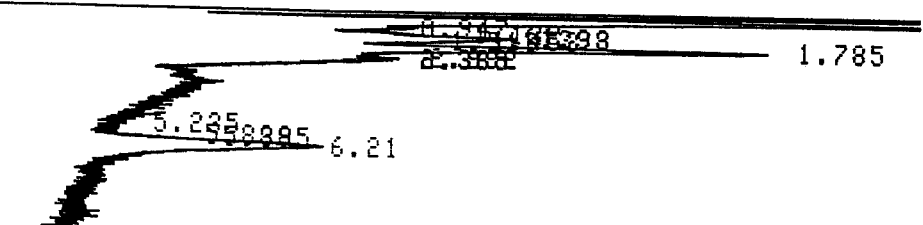
Lampiran 29. Kromatogram Sampel B replikasi 2 injeksi 2



Lampiran 30. Kromatogram Sampel B replikasi 2 injeksi 3



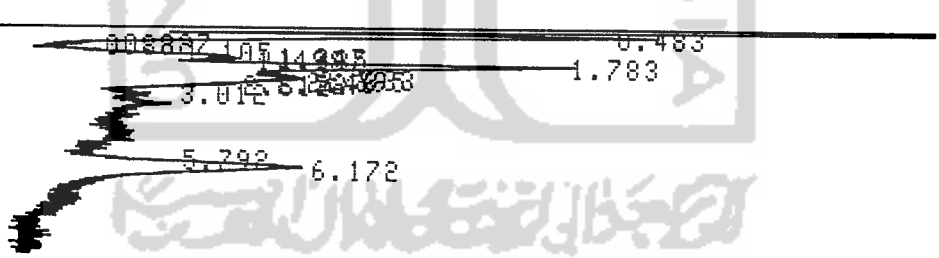
START Lampiran 31. Kromatogram Sampel B replikasi 3 injeksi 1



0.145

PKNO	TIME	AREA	MK	IDNO	CONC	NAME
1	0.145	29585	V		42.9063	
2	0.48	17758	V		25.754	
3	0.947	2840	V		4.1188	
4	1.132	1853	V		2.6871	
5	1.33	3110	V		4.511	
6	1.398	925	V		1.3414	
7	1.453	674	V		0.9769	
8	1.513	765	V		1.1094	
9	1.785	5572	V		8.0808	
10	2.282	118			0.1716	
11	2.365	109	V		0.1578	
12	5.235	130			0.188	
13	5.838	104			0.1503	
14	5.895	159	V		0.2303	
15	6.21	5252	V		7.6163	
TOTAL		68953			100	

START Lampiran 32. Kromatogram Sampel B replikasi 3 injeksi 2



0.148

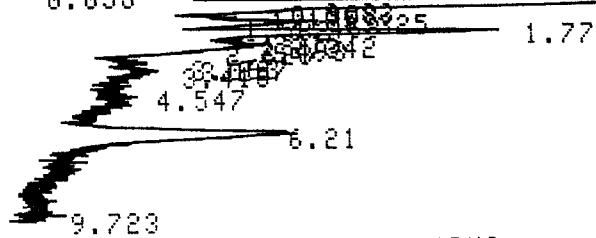
PKNO	TIME	AREA	MK	IDNO	CONC	NAME
1	0.148	31081			43.476	
2	0.483	11218	V		15.6918	
3	0.827	226	V		0.3158	
4	0.88	466	V		0.6514	
5	1.105	1332	V		1.8635	
6	1.347	2620	V		3.6647	
7	1.435	969	V		1.3556	
8	1.498	873	V		1.2208	
9	1.783	9951	V		13.9196	
10	2.333	3928	V		5.4942	
11	2.395	384	V		0.5377	
12	2.46	710	V		0.9929	
13	2.527	932	V		1.3035	
14	2.612	845	V		1.1819	
15	5.792	222			0.3107	
16	6.172	5733	V		8.02	
TOTAL		71489			100	

Lampiran 33. Kromatogram Sampel B replikasi 3 injeksi 3

SIARKI

0.058

0.09148

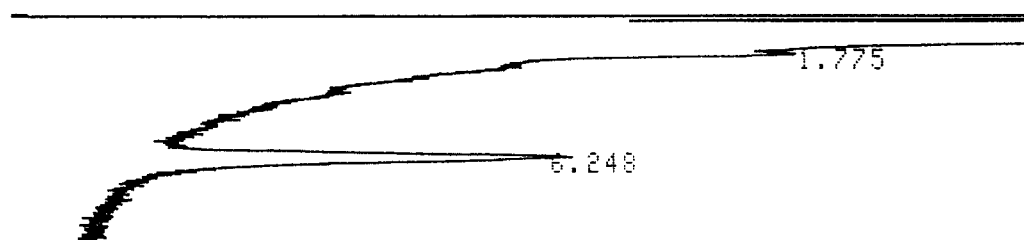


RENO AT PKNO	TOTAL TIME	AREA	VK MK	IDNO IDNO	CONC	NAME NAME
1	0.148	28252			38.2053	
2	0.49	17797	V		24.0673	
3	0.83	1024	V		1.3854	
4	0.908	1725	V		2.3321	
5	1.125	1522	V		2.0578	
6	1.325	2899	V		3.9209	
7	1.468	2089	V		2.8248	
8	1.582	510	V		0.6904	
9	1.77	7011	V		9.4813	
10	2.15	1335	V		1.8051	
11	2.342	2075	V		2.8064	
12	2.493	1327	V		1.7948	
13	2.623	967	V		1.3079	
14	3.063	158			0.2141	
15	3.418	261	V		0.3523	
16	6.21	4793			6.4822	
17	9.723	201			0.2721	
TOTAL		73948			100	

UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
 Universitas Islam Indonesia

Lampiran 34. Kromatogram Recovery injeksi 1

START

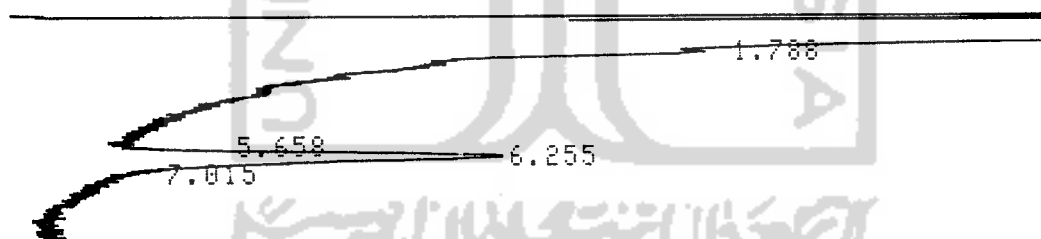

 0:047
 1:111

PKNO	TIME	AREA	MK	IDNO	CONC	NAME
1	0.147	34232			11.2146	
2	0.52	228052	V		74.7117	
3	1.11	26380	V		8.6423	
4	1.775	5436	V		1.7808	
5	6.248	11143			3.6506	
TOTAL		305243			100	

ZERO

Lampiran 35. Kromatogram Recovery injeksi 2

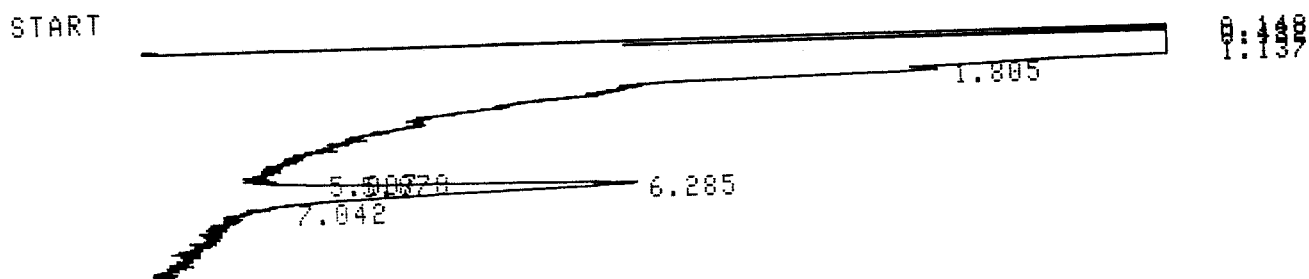
START


 0:003
 1:111

PKNO	TIME	AREA	MK	IDNO	CONC	NAME
1	0.147	32212	V		7.4346	
2	0.482	386658	SV		89.2409	
3	1.117	1361	T		0.3141	
4	1.788	1021	T		0.2356	
5	5.658	279			0.0644	
6	6.255	11744	SV		2.7104	
TOTAL		433275			100	

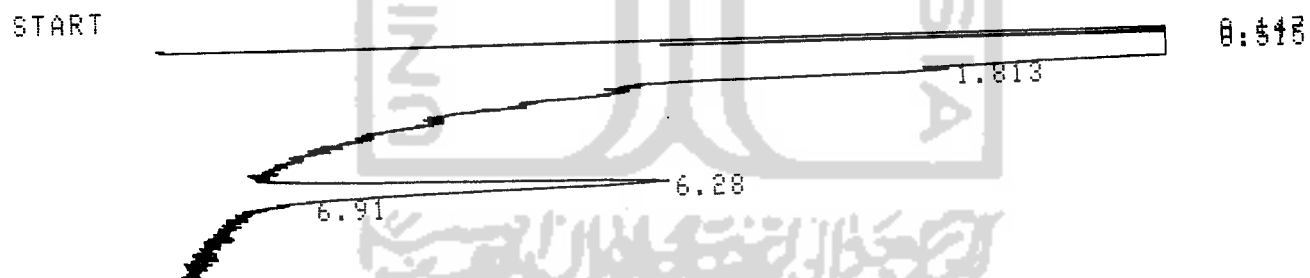
ZERO

Lampiran 36. Kromatogram Recovery injeksi 3



PKNO	TIME	AREA	MK	IDNO	CONC	NAME
1	0.148	35072			7.657	
2	0.482	408545	SV		89.1938	
3	1.137	1906	T		0.4162	
4	1.805	1238	T		0.2702	
5	6.285	11281	SV		2.4628	
TOTAL		458042			100	

Lampiran 37. Kromatogram Recovery injeksi 4

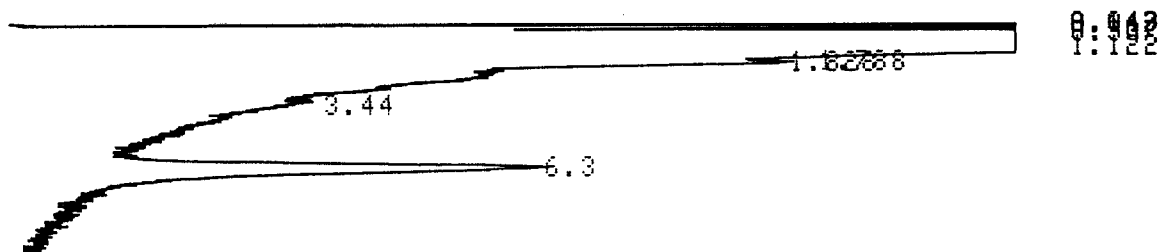


PKNO	TIME	AREA	MK	IDNO	CONC	NAME
1	0.147	35006			7.6113	
2	0.515	411694	SV		89.5141	
3	1.813	1086	T		0.236	
4	6.28	12136	S		2.6386	
TOTAL		459921			100	

ZERO

Lampiran 38. Kromatogram Recovery injeksi 5

START

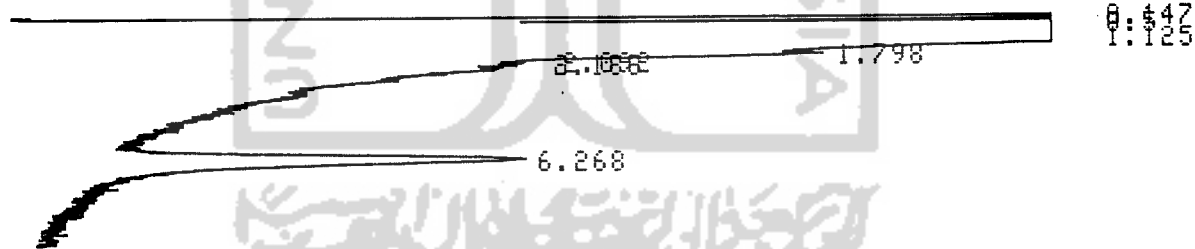


PKNO	TIME	AREA	MK	IDNO	CONC	NAME
1	0.147	32720			8.0555	
2	0.507	357575	SV		88.034	
3	1.122	1785	T		0.4396	
4	1.788	496	T		0.122	
5	1.828	1057	TV		0.2601	
6	3.44	216			0.0532	
7	6.3	12330			3.0356	
TOTAL		406179			100	

ZERO

Lampiran 39. Kromatogram Recovery injeksi 6

START



PKNO	TIME	AREA	MK	IDNO	CONC	NAME
1	0.147	32130			7.5931	
2	0.5	377236	SV		89.151	
3	1.125	1844	T		0.4357	
4	1.798	1218	T		0.2879	
5	6.268	10715			2.5323	
TOTAL		423142			100	

ZERO

Lampiran 40

**Batas Maksimum Residu Insektisida Organofosfat menurut Food and Drugs
Administration (FDA)**

No.	Insektisida organofosfat	Batas Maksimum Residu
1	Azinphos Methyl	0,02
2	Benthiocarb	0,05
3	Suprofos	0,02
4	Carbofenthion	0,02
5	Chlorfenvinphos	0,02
6	Chloroprophan	0,1
7	Chlorpyrifos	0,01
8	Ciodrin	0,02
9	Coumaphos	0,02
10	Cyanazine	0,02
11	Demeton	0,02
12	Diazinon	0,01
13	Dibrom	0,02
14	Dicrotophos	0,02
15	Dimethoate	0,02
16	Dioxathion	0,02
17	Diphenyl Amine	0,02
18	Disulfoton	0,02
19	Ethion	0,02
20	Ethoprop	0,02
21	Fenamiphos	0,02
22	Fenitrothion	0,02
23	Fenthion	0,02
24	Fonophos	0,02
25	Hexazinone	0,05
26	Hostathion	0,02

Lampiran 40. Lanjutan

No.	Insektisida organofosfat	Batas Maksimum Residu
27	Imazalil	0,03
28	Imidan	0,02
29	Isophenphos	0,02
30	Malathion	0,02
32	Metalaxyl	0,05
32	Methamidophos	0,01
33	Methidathion	0,02
34	Methyl Parathion	0,02
35	Metolachlor	0,05
36	Metribuzin	0,05
37	Mevinphos	0,02
38	Myclobutanil	0,05
39	Naled	0,02
40	Parathion	0,02
41	Phorate	0,02
42	Phosalone	0,15
43	Phosphamidon	0,04
44	Primiphos-methyl	0,02
45	Profenophos	0,02
46	Prometryne	0,05
47	Propetamiphos	0,03
48	Ronnel	0,05
49	Simazine	0,05
50	Tetrachlorvinphos	0,03
51	Thiabendazole	0,02
52	Thionazin	0,05

**UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
JURUSAN FARMASI FMIPA UII
BAGIAN BIOLOGI FARMASI**

Alamat : Jl.Kaliurang Km 14,4 Yogyakarta
Telpon : (0274) 895920 Ext. 3033

SURAT KETERANGAN
Nomor:84/ UII/Jur Far/ det/IV/2006

Yang bertanda tangan di bawah ini, Kepala Laboratorium Biologi Farmasi Jurusan Farmasi FMIPA UII menerangkan bahwa:

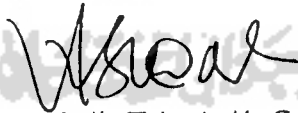
Nama : Wenni Susria
NIM : 02613170
Pada Tanggal : 21 April 2006

Telah mendeterminasi 1 (satu) species tanaman dengan bimbingan Dra. Iyok Budiarti, di Laboratorium Biologi Farmasi FMIPA UII.

Tanaman tersebut: *Brassica oleracea*,L (kubis)

Demikian surat keterangan ini dibuat untuk dipergunakan semestinya.

Yogyakarta, 22 April 2006
Bagian Biologi Farmasi
Kepala



Asih Triastuti, S.F., Apt
NIP. 03.469/MP

Lampiran 42. Perhitungan dan Hasil

a. Pembuatan kurva kalibrasi

1. Pembuatan larutan standar profenofos 9,52 ppm

a) Larutan induk standar profenofos 476 ppm

$$476 \text{ ppm} = \frac{476 \text{ mg larutan standar profenofos}}{1000 \text{ ml larutan}}$$

$$= 0,476 \text{ g dilarutkan dengan etil asetat ad 1000,0 ml}$$

$$= 0,0476 \text{ g diencerkan dengan etil asetat ad 100,0 ml}$$

$$= 47,6 \text{ mg diencerkan dengan etil asetat ad 100,0 ml}$$

b) Larutan standar profenofos 9,52 ppm 10,0 ml

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$V_1 \cdot 476 \text{ ppm} = 10,0 \text{ ml} \cdot 9,52 \text{ ppm}$$

$$V_1 = 0,2 \text{ ml}$$

0,2 ml larutan standar profenofos 476 ppm diencerkan dengan etil asetat ad 10,0 ml.

2. Pembuatan larutan kerja untuk kurva kalibrasi dengan konsentrasi 0,1904;

0,476; 0,952; 1,904; dan 2,856 ppm dari larutan standar 9,52 ppm

a) 0,1904 ppm 1,0 ml

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$V_1 \cdot 9,52 \text{ ppm} = 1,0 \text{ ml} \cdot 0,1904 \text{ ppm}$$

$$V_1 = 0,02 \text{ ml}$$

0,02 ml larutan standar profenofos 9,52 ppm diencerkan dengan etil asetat ad 1,0 ml.

b) 0,476 ppm 1,0 ml

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$V_1 \cdot 9,52 \text{ ppm} = 1,0 \text{ ml} \cdot 0,476 \text{ ppm}$$

$$V_1 = 0,05 \text{ ml}$$

0,05 ml larutan standar profenofos 9,52 ppm diencerkan dengan etil asetat ad 1,0 ml.

Lampiran 42. Lanjutan

c) 0,952 ppm 1,0 ml

$$V1 \cdot M1 = V2 \cdot M2$$

$$V1 \cdot 9,52 \text{ ppm} = 1,0 \text{ ml} \cdot 0,952 \text{ ppm}$$

$$V1 = 0,1 \text{ ml}$$

0,1 ml larutan standar profenofos 9,52 ppm diencerkan dengan etil asetat ad 1,0 ml.

d) 1,904 ppm 1,0 ml

$$V1 \cdot M1 = V2 \cdot M2$$

$$V1 \cdot 9,52 \text{ ppm} = 1,0 \text{ ml} \cdot 1,904 \text{ ppm}$$

$$V1 = 0,2 \text{ ml}$$

0,2 ml larutan standar profenofos 9,52 ppm diencerkan dengan etil asetat ad 1,0 ml.

e) 2,856 ppm 1,0 ml

$$V1 \cdot M1 = V2 \cdot M2$$

$$V1 \cdot 9,52 \text{ ppm} = 1,0 \text{ ml} \cdot 2,856 \text{ ppm}$$

$$V1 = 0,3 \text{ ml}$$

0,3 ml larutan standar profenofos 9,52 ppm diencerkan dengan etil asetat ad 1,0 ml.

3. Penetapan persamaan regresi linier

a) Replikasi 1

Kadar (x, ppm)	Luas area (y)	Luas area (y)/10.000
0,1904	790	0,0790
0,476	3363	0,3363
0,952	7158	0,7158
1,904	13150	1,3150
2,856	19256	1,9256

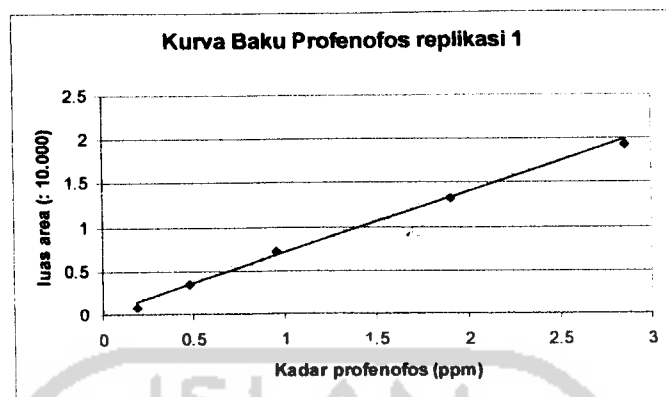
$$A = 0,004$$

$$B = 0,682$$

$$r = 0,998$$

$$Y = 0,682 X + 0,004$$

Lampiran 42. Lanjutan



Persamaan regresi:

Slope 0,682

Intersept 0,004

Corr Coeff 0,998

b) Replikasi 2

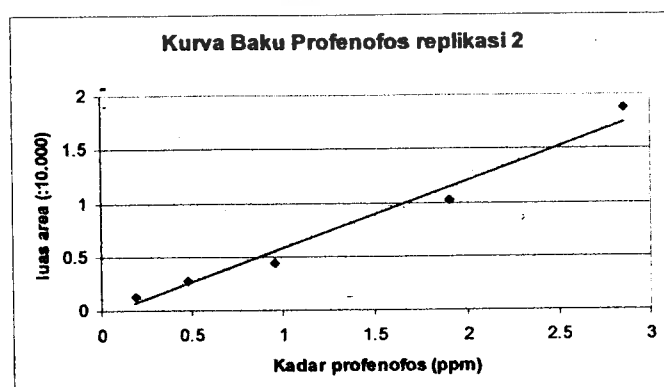
Kadar (X, ppm)	Luas area (Y)	Luas area (Y)/10.000
0,1904	1121	0,1121
0,476	2698	0,2698
0,952	4340	0,4340
1,904	10174	1,0174
2,856	18774	1,8774

A = -0,087

B = 0,650

r = 0,989

Y = 0,650 X - 0,087



Lampiran 42. Lanjutan

Persamaan regresi:

Slope 0,650

Intersept -0,087

Corr Coeff 0,989

c) Replikasi 3

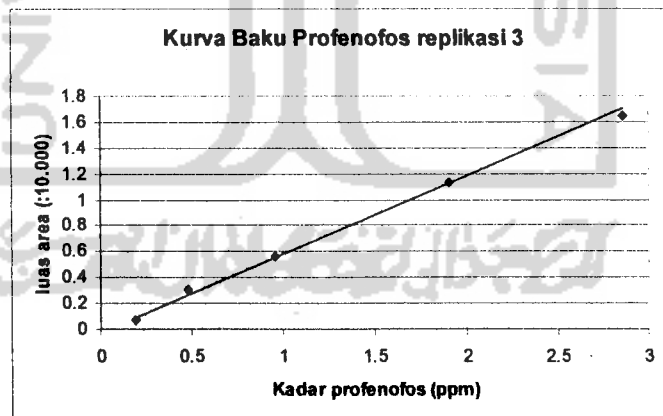
Kadar (X, ppm)	Luas area (Y)	Luas area (Y)/10.000
0,1904	639	0,0639
0,476	3026	0,3026
0,952	5563	0,5563
1,904	11290	1,1290
2,856	16400	1,6400

A = -0,006

B = 0,584

r = 0,999

Y = 0,584 X - 0,006



Persamaan regresi:

Slope 0,584

Intersept -0,006

Corr Coeff 0,999

Lampiran 42. Lanjutan

Persamaan regresi linier yang dipilih adalah persamaan regresi linier replikasi 3, yaitu $Y = 0,584 X - 0,006$ dengan pertimbangan koefisien koreksinya lebih mendekati 1. Selain itu, dapat ditunjukkan bahwa r_{tabel} pada $p = 0,05$; derajat bebas = $5-2 = 3$ adalah 0,878. jadi ada korelasi yang baik antara kadar profenofos dan luas area yang dihasilkan pada uji GC ($r_{hitung} = 0,999 > r_{tabel0,05;(3)} = 0,878$).

b. Penetapan kadar residu pestisida profenofos pada kubis daerah Tawangmangu yaitu sampel A dan B

Kurva kalibrasi menghasilkan persamaan regresi linier $Y = 0,583617558 X - 0,006149246988$. dengan persamaan LR tersebut dapat menentukan kadar profenofos kurva kalibrasi dari luas area dari masing-masing sampel A dan B dengan rumus sebagai berikut:

$$\text{Kadar residu dalam sampel} = \frac{\text{kadar} \times \text{volume akhir}}{\text{berat sampel (50 g)}}$$

1. Perhitungan kadar residu pestisida pada sampel kubis A

1) Sampel A replikasi 1, injeksi 1

$$Y = 0,2046$$

$$Y = 0,584 X - 0,006$$

$$X = \frac{0,2046 + 0,006}{0,584} = 0,361 \mu\text{g} / \text{ml}$$

$$\text{Kadar dalam 50 g} = 0,361 \mu\text{g} / \text{ml} = 0,361 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar dalam sampel} &= \frac{0,361 \mu\text{g} / \text{ml} \times 1 \text{ ml}}{50 \text{ g}} \\ &= 0,007 \mu\text{g} / \text{g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar residu dalam sampel} &= 0,007 \mu\text{g} / \text{g} \\ &= 0,007 \text{ mg} / \text{kg} \\ &= 0,007 \text{ ppm} \end{aligned}$$

Lampiran 42. Lanjutan

2) Sampel A replikasi 1, injeksi 2

$$Y = 0,3340$$

$$Y = 0,584 X - 0,006$$

$$X = \frac{0,3340 + 0,006}{0,584} = 0,582 \mu\text{g} / \text{ml}$$

$$\text{Kadar dalam } 50 \text{ g} = 0,582 \mu\text{g}/\text{ml} = 0,582 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar dalam sampel} &= \frac{0,582 \mu\text{g} / \text{ml} \times 1 \text{ ml}}{50 \text{ g}} \\ &= 0,012 \mu\text{g} / \text{g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar residu dalam sampel} &= 0,012 \mu\text{g}/\text{g} \\ &= 0,012 \text{ mg}/\text{kg} \\ &= 0,012 \text{ ppm} \end{aligned}$$

3) Sampel A replikasi 1, injeksi 3

$$Y = 0,3154$$

$$Y = 0,584 X - 0,006$$

$$X = \frac{0,3154 + 0,006}{0,584} = 0,550 \mu\text{g} / \text{ml}$$

$$\text{Kadar dalam } 50 \text{ g} = 0,550 \mu\text{g}/\text{ml} = 0,550 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar dalam sampel} &= \frac{0,550 \mu\text{g} / \text{ml} \times 1 \text{ ml}}{50 \text{ g}} \\ &= 0,011 \mu\text{g} / \text{g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar residu dalam sampel} &= 0,011 \mu\text{g}/\text{g} \\ &= 0,011 \text{ mg}/\text{kg} \\ &= 0,011 \text{ ppm} \\ &= 0,011 \text{ ppm} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar rata-rata sampel A replikasi 1} &= \frac{\text{injeksi 1} + \text{injeksi 2} + \text{injeksi 3}}{3} \\ &= \frac{0,007 + 0,012 + 0,011}{3} \\ &= 0,010 \text{ ppm} \end{aligned}$$

Lampiran 42. Lanjutan

SD sampel A replikasi 1 = 0,003

$$CV = \frac{SD}{x} \times 100\%$$

$$CV = \frac{0,003}{0,010} \times 100\% = 30\%$$

4) Sampel A replikasi 2, injeksi 1

$$Y = 0,1157$$

$$Y = 0,584 X - 0,006$$

$$X = \frac{0,1157 + 0,006}{0,584} = 0,208 \mu\text{g} / \text{ml}$$

$$\text{Kadar dalam 50 g} = 0,208 \mu\text{g} / \text{ml} = 0,208 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar dalam sampel} &= \frac{0,208 \mu\text{g} / \text{ml} \times 1 \text{ ml}}{50 \text{ g}} \\ &= 0,004 \mu\text{g} / \text{g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar residu dalam sampel} &= 0,004 \mu\text{g} / \text{g} \\ &= 0,004 \text{ mg} / \text{kg} \\ &= 0,004 \text{ ppm} \end{aligned}$$

5) Sampel A replikasi 2, injeksi 2

$$Y = 0,2672$$

$$Y = 0,584 X - 0,006$$

$$X = \frac{0,2672 + 0,006}{0,584} = 0,468 \mu\text{g} / \text{ml}$$

$$\text{Kadar dalam 50 g} = 0,468 \mu\text{g} / \text{ml} = 0,468 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar dalam sampel} &= \frac{0,468 \mu\text{g} / \text{ml} \times 1 \text{ ml}}{50 \text{ g}} \\ &= 0,009 \mu\text{g} / \text{g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar residu dalam sampel} &= 0,009 \mu\text{g} / \text{g} \\ &= 0,009 \text{ mg} / \text{kg} \\ &= 0,009 \text{ ppm} \end{aligned}$$

Lampiran 42. Lanjutan

6) Sampel A replikasi 2, injeksi 3

$$Y = 0,1684$$

$$Y = 0,584 X - 0,006$$

$$X = \frac{0,1684 + 0,006}{0,584} = 0,299 \mu\text{g} / \text{ml}$$

$$\text{Kadar dalam } 50 \text{ g} = 0,299 \mu\text{g}/\text{ml} = 0,299 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar dalam sampel} &= \frac{0,299 \mu\text{g} / \text{ml} \times 1 \text{ ml}}{50 \text{ g}} \\ &= 0,006 \mu\text{g} / \text{g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar residu dalam sampel} &= 0,006 \mu\text{g}/\text{g} \\ &= 0,006 \text{ mg}/\text{kg} \\ &= 0,006 \text{ ppm} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar rata-rata sampel A replikasi 2} &= \frac{\text{injeksi 1} + \text{injeksi 2} + \text{injeksi 3}}{3} \\ &= \frac{0,004 + 0,009 + 0,006}{3} \\ &= 0,006 \text{ ppm} \end{aligned}$$

$$\text{SD sampel A replikasi 2} = 0,003$$

$$CV = \frac{SD}{x} \times 100\%$$

$$CV = \frac{0,003}{0,006} \times 100\% = 50\%$$

7) Sampel A replikasi 3, injeksi 1

$$Y = 0,3884$$

$$Y = 0,584 X - 0,006$$

$$X = \frac{0,3884 + 0,006}{0,584} = 0,675 \mu\text{g} / \text{ml}$$

$$\text{Kadar dalam } 50 \text{ g} = 0,675 \mu\text{g}/\text{ml} = 0,675 \text{ ppm}$$

Lampiran 42. Lanjutan

$$\begin{aligned} \text{Kadar dalam sampel} &= \frac{0,675 \mu\text{g} / \text{ml} \times 1 \text{ml}}{50 \text{ g}} \\ &= 0,014 \mu\text{g} / \text{g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar residu dalam sampel} &= 0,014 \mu\text{g/g} \\ &= 0,014 \text{ mg/kg} \\ &= 0,014 \text{ ppm} \end{aligned}$$

8) Sampel A replikasi 3, injeksi 2

$$Y = 0,3486$$

$$Y = 0,584 X - 0,006$$

$$X = \frac{0,3486 + 0,006}{0,584} = 0,607 \mu\text{g} / \text{ml}$$

$$\text{Kadar dalam 50 g} = 0,607 \mu\text{g/ml} = 0,607 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar dalam sampel} &= \frac{0,607 \mu\text{g} / \text{ml} \times 1 \text{ml}}{50 \text{ g}} \\ &= 0,012 \mu\text{g} / \text{g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar residu dalam sampel} &= 0,012 \mu\text{g/g} \\ &= 0,012 \text{ mg/kg} \\ &= 0,012 \text{ ppm} \end{aligned}$$

9) Sampel A replikasi 3, injeksi 3

$$Y = 0,3304$$

$$Y = 0,584 X - 0,006$$

$$X = \frac{0,3304 + 0,006}{0,584} = 0,576 \mu\text{g} / \text{ml}$$

$$\text{Kadar dalam 50 g} = 0,576 \mu\text{g/ml} = 0,576 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar dalam sampel} &= \frac{0,576 \mu\text{g} / \text{ml} \times 1 \text{ml}}{50 \text{ g}} \\ &= 0,012 \mu\text{g} / \text{g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar residu dalam sampel} &= 0,012 \mu\text{g/g} \\ &= 0,012 \text{ mg/kg} \\ &= 0,012 \text{ ppm} \end{aligned}$$

Lampiran 42. Lanjutan

$$\begin{aligned} \text{Kadar rata-rata sampel A replikasi 3} &= \frac{\text{injeksi 1} + \text{injeksi 2} + \text{injeksi 3}}{3} \\ &= \frac{0,014 + 0,012 + 0,012}{3} \\ &= 0,013 \text{ ppm} \end{aligned}$$

$$\text{SD sampel A replikasi 3} = 0,001$$

$$\begin{aligned} CV &= \frac{SD}{x} \times 100\% \\ CV &= \frac{0,001}{0,013} \times 100\% = 7,692\% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar rata-rata sampel A} &= \frac{\text{replikasi 1} + \text{replikasi 2} + \text{replikasi 3}}{3} \\ &= \frac{0,010 + 0,006 + 0,013}{3} \\ &= 0,01 \text{ ppm} \end{aligned}$$

$$\text{SD sampel A} = 0,004$$

$$\begin{aligned} CV &= \frac{SD}{x} \times 100\% \\ CV &= \frac{0,004}{0,010} \times 100\% = 40\% \end{aligned}$$

2. Perhitungan kadar residu pestisida pada sampel kubis B

1) Sampel B replikasi 1, injeksi 1

$$Y = 0,4828$$

$$Y = 0,584 X - 0,006$$

$$X = \frac{0,4828 + 0,006}{0,584} = 0,837 \mu\text{g/ml}$$

$$\text{Kadar dalam 50 g} = 0,837 \mu\text{g/ml} = 0,837 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar dalam sampel} &= \frac{0,837 \mu\text{g/ml} \times 1 \text{ ml}}{50 \text{ g}} \\ &= 0,017 \mu\text{g/g} \end{aligned}$$

Lampiran 42. Lanjutan

$$\begin{aligned}
 \text{Kadar residu dalam sampel} &= 0,017 \mu\text{g/g} \\
 &= 0,017 \text{ mg/kg} \\
 &= 0,017 \text{ ppm}
 \end{aligned}$$

2) Sampel B replikasi 1, injeksi 2

$$Y = 0,4912$$

$$Y = 0,584 X - 0,006$$

$$X = \frac{0,4912 + 0,006}{0,584} = 0,851 \mu\text{g/ml}$$

$$\text{Kadar dalam 50 g} = 0,851 \mu\text{g/ml} = 0,851 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Kadar dalam sampel} &= \frac{0,851 \mu\text{g/ml} \times 1 \text{ ml}}{50 \text{ g}} \\
 &= 0,017 \mu\text{g/g}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Kadar residu dalam sampel} &= 0,017 \mu\text{g/g} \\
 &= 0,017 \text{ mg/kg} \\
 &= 0,017 \text{ ppm}
 \end{aligned}$$

3) Sampel B replikasi 1, injeksi 3

$$Y = 0,5419$$

$$Y = 0,584 X - 0,006$$

$$X = \frac{0,5419 + 0,006}{0,584} = 0,938 \mu\text{g/ml}$$

$$\text{Kadar dalam 50 g} = 0,938 \mu\text{g/ml} = 0,938 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Kadar dalam sampel} &= \frac{0,938 \mu\text{g/ml} \times 1 \text{ ml}}{50 \text{ g}} \\
 &= 0,019 \mu\text{g/g}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Kadar residu dalam sampel} &= 0,019 \mu\text{g/g} \\
 &= 0,019 \text{ mg/kg} \\
 &= 0,019 \text{ ppm}
 \end{aligned}$$

Lampiran 42. Lanjutan

$$\begin{aligned} \text{Kadar rata-rata sampel B replikasi 1} &= \frac{\text{injeksi 1} + \text{injeksi 2} + \text{injeksi 3}}{3} \\ &= \frac{0,017 + 0,017 + 0,019}{3} \\ &= 0,018 \text{ ppm} \end{aligned}$$

SD sampel B replikasi 1 = 0,001

$$CV = \frac{SD}{x} \times 100\%$$

$$CV = \frac{0,001}{0,010} \times 100\% = 5,56\%$$

4) Sampel B replikasi 2, injeksi 1

$$Y = 0,3863$$

$$Y = 0,584 X - 0,006$$

$$X = \frac{0,3863 + 0,006}{0,584} = 0,672 \mu\text{g/ml}$$

$$\text{Kadar dalam 50 g} = 0,672 \mu\text{g/ml} = 0,672 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar dalam sampel} &= \frac{0,672 \mu\text{g/ml} \times 1 \text{ ml}}{50 \text{ g}} \\ &= 0,013 \mu\text{g/g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar residu dalam sampel} &= 0,013 \mu\text{g/g} \\ &= 0,013 \text{ mg/kg} \\ &= 0,013 \text{ ppm} \end{aligned}$$

5) Sampel B replikasi 2, injeksi 2

$$Y = 0,4256$$

$$Y = 0,584 X - 0,006$$

$$X = \frac{0,4256 + 0,006}{0,584} = 0,739 \mu\text{g/ml}$$

$$\text{Kadar dalam 50 g} = 0,739 \mu\text{g/ml} = 0,739 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar dalam sampel} &= \frac{0,739 \mu\text{g/ml} \times 1 \text{ ml}}{50 \text{ g}} \\ &= 0,015 \mu\text{g/g} \end{aligned}$$

Lampiran 42. Lanjutan

$$\begin{aligned} \text{Kadar residu dalam sampel} &= 0,015 \mu\text{g/g} \\ &= 0,015 \text{ mg/kg} \\ &= 0,015 \text{ ppm} \end{aligned}$$

6) Sampel B replikasi 2, injeksi 3

$$Y = 0,3749$$

$$Y = 0,584 X - 0,006$$

$$X = \frac{0,3749 + 0,006}{0,584} = 0,652 \mu\text{g/ml}$$

$$\text{Kadar dalam 50 g} = 0,652 \mu\text{g/ml} = 0,652 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar dalam sampel} &= \frac{0,652 \mu\text{g/ml} \times 1 \text{ ml}}{50 \text{ g}} \\ &= 0,013 \mu\text{g/g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar residu dalam sampel} &= 0,013 \mu\text{g/g} \\ &= 0,013 \text{ mg/kg} \\ &= 0,013 \text{ ppm} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar rata-rata sampel B replikasi 2} &= \frac{\text{injeksi 1} + \text{injeksi 2} + \text{injeksi 3}}{3} \\ &= \frac{0,013 + 0,015 + 0,013}{3} \\ &= 0,014 \text{ ppm} \end{aligned}$$

$$\text{SD sampel B replikasi 2} = 0,001$$

$$CV = \frac{SD}{x} \times 100\%$$

$$CV = \frac{0,001}{0,014} \times 100\% = 7,143\%$$

7) Sampel B replikasi 3, injeksi 1

$$Y = 0,5252$$

$$Y = 0,584 X - 0,006$$

Lampiran 42. Lanjutan

$$X = \frac{0,5252 + 0,006}{0,584} = 0,910 \mu\text{g} / \text{ml}$$

$$\text{Kadar dalam } 50 \text{ g} = 0,910 \mu\text{g}/\text{ml} = 0,910 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar dalam sampel} &= \frac{0,910 \mu\text{g} / \text{ml} \times 1 \text{ ml}}{50 \text{ g}} \\ &= 0,018 \mu\text{g} / \text{g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar residu dalam sampel} &= 0,018 \mu\text{g}/\text{g} \\ &= 0,018 \text{ mg}/\text{kg} \\ &= 0,018 \text{ ppm} \end{aligned}$$

8) Sampel B replikasi 3, injeksi 2

$$Y = 0,5733$$

$$Y = 0,584 X - 0,006$$

$$X = \frac{0,5733 + 0,006}{0,584} = 0,992 \mu\text{g} / \text{ml}$$

$$\text{Kadar dalam } 50 \text{ g} = 0,992 \mu\text{g}/\text{ml} = 0,992 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar dalam sampel} &= \frac{0,992 \mu\text{g} / \text{ml} \times 1 \text{ ml}}{50 \text{ g}} \\ &= 0,020 \mu\text{g} / \text{g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar residu dalam sampel} &= 0,020 \mu\text{g}/\text{g} \\ &= 0,020 \text{ mg}/\text{kg} \\ &= 0,020 \text{ ppm} \end{aligned}$$

9) Sampel B replikasi 3, injeksi 3

$$Y = 0,4793$$

$$Y = 0,584 X - 0,006$$

$$X = \frac{0,4793 + 0,006}{0,584} = 0,831 \mu\text{g} / \text{ml}$$

$$\text{Kadar dalam } 50 \text{ g} = 0,831 \mu\text{g}/\text{ml} = 0,831 \text{ ppm}$$

Lampiran 42. Lanjutan

$$\begin{aligned} \text{Kadar dalam sampel} &= \frac{0,831 \mu\text{g} / \text{ml} \times 1 \text{ml}}{50 \text{g}} \\ &= 0,017 \mu\text{g} / \text{g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar residu dalam sampel} &= 0,017 \mu\text{g/g} \\ &= 0,017 \text{mg/kg} \\ &= 0,017 \text{ppm} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar rata-rata sampel B replikasi 3} &= \frac{\text{injeksi 1} + \text{injeksi 2} + \text{injeksi 3}}{3} \\ &= \frac{0,018 + 0,020 + 0,017}{3} \\ &= 0,018 \text{ppm} \end{aligned}$$

$$\text{SD sampel B replikasi 3} = 0,002$$

$$CV = \frac{SD}{x} \times 100\%$$

$$CV = \frac{0,002}{0,018} \times 100\% = 11,111\%$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar rata-rata sampel B} &= \frac{\text{replikasi 1} + \text{replikasi 2} + \text{replikasi 3}}{3} \\ &= \frac{0,018 + 0,014 + 0,018}{3} \\ &= 0,02 \text{ppm} \end{aligned}$$

$$\text{SD sampel B} = 0,002$$

$$CV = \frac{SD}{x} \times 100\%$$

$$CV = \frac{0,002}{0,02} \times 100\% = 10\%$$

Lampiran 42. Lanjutan

Hasil perhitungan kadar sampel

No.	Sampel	Replikasi	Kadar, ppm	$\bar{X} \pm SD$	$\bar{X} \pm SD$
1.	A	1	0,007	0,010 ± 0,003	0,01 ± 0,004
			0,012		
			0,011		
		2	0,004	0,006 ± 0,003	
			0,009		
			0,006		
		3	0,014	0,013 ± 0,001	
			0,012		
			0,012		
2	B	1	0,017	0,018 ± 0,001	0,02 ± 0,002
			0,017		
			0,019		
		2	0,013	0,014 ± 0,001	
			0,015		
			0,013		
		3	0,018	0,018 ± 0,002	
			0,020		
			0,017		

c. Recovery

Diketahui : Kadar sampel sebenarnya	: 0,018 ppm
Kadar larutan standar sebenarnya	: 0,0238 ppm
Luas area injeksi 1	: 11143
Luas area injeksi 2	: 11744
Luas area injeksi 3	: 11281
Luas area injeksi 4	: 12136
Luas area injeksi 5	: 12330
Luas area injeksi 6	: 10715
Kadar profenofos sebenarnya	: 0,0418 ppm

Lampiran 42. Lanjutan

Jawab:

$$\begin{aligned} \text{Kadar profenofos sebenarnya} &= \text{kadar sampel sebenarnya} + \text{kadar larutan standar sebenarnya} \\ &= 0,018 + 0,0238 \\ &= 0,0418 \text{ ppm} \end{aligned}$$

$$\text{Recovery} = \frac{\text{Kadar residu profenofos terukur}}{\text{Kadar profenofos sebenarnya}} \times 100\%$$

1) *Recovery* injeksi 1

$$Y = 1,1143$$

$$Y = 0,584 X - 0,006$$

$$X = \frac{1,1143 + 0,006}{0,584} = 1,918 \mu\text{g} / \text{ml}$$

$$\text{Kadar dalam 50 g} = 1,918 \mu\text{g}/\text{ml} = 1,918 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar dalam sampel} &= \frac{1,918 \mu\text{g} / \text{ml} \times 1 \text{ ml}}{50 \text{ g}} \\ &= 0,038 \mu\text{g} / \text{g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar residu total dalam sampel} &= 0,038 \mu\text{g}/\text{g} \\ &= 0,038 \text{ mg}/\text{kg} \\ &= 0,038 \text{ ppm} \end{aligned}$$

$$\text{Recovery} = \frac{0,038 \text{ ppm}}{0,0418} \times 100\% = 90,909\%$$

2) *Recovery* injeksi 2

$$Y = 1,1744$$

$$Y = 0,584 X - 0,006$$

$$X = \frac{1,1744 + 0,006}{0,584} = 2,021 \mu\text{g} / \text{ml}$$

$$\text{Kadar dalam 50 g} = 2,021 \mu\text{g}/\text{ml} = 2,021 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar dalam sampel} &= \frac{2,021 \mu\text{g} / \text{ml} \times 1 \text{ ml}}{50 \text{ g}} \\ &= 0,040 \mu\text{g} / \text{g} \end{aligned}$$

Lampiran 42. Lanjutan

$$\begin{aligned}
 \text{Kadar residu total dalam sampel} &= 0,040 \mu\text{g/g} \\
 &= 0,040 \text{ mg/kg} \\
 &= 0,040 \text{ ppm} \\
 &= 40 \text{ ppb}
 \end{aligned}$$

$$\text{Recovery} = \frac{0,040 \text{ ppm}}{0,0418} \times 100\% = 95,694\%$$

3) *Recovery* injeksi 3

$$Y = 1,1281$$

$$Y = 0,584 X - 0,006$$

$$X = \frac{1,1281 + 0,006}{0,584} = 1,942 \mu\text{g/ml}$$

$$\text{Kadar dalam 50 g} = 1,942 \mu\text{g/ml} = 1,942 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Kadar dalam sampel} &= \frac{1,942 \mu\text{g/ml} \times 1 \text{ ml}}{50 \text{ g}} \\
 &= 0,039 \mu\text{g/g}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Kadar residu total dalam sampel} &= 0,039 \mu\text{g/g} \\
 &= 0,039 \text{ mg/kg} \\
 &= 0,039 \text{ ppm}
 \end{aligned}$$

$$\text{Recovery} = \frac{0,039 \text{ ppm}}{0,0418} \times 100\% = 93,301\%$$

4) *Recovery* injeksi 4

$$Y = 1,2136$$

$$Y = 0,584 X - 0,006$$

$$X = \frac{1,2136 + 0,006}{0,584} = 2,088 \mu\text{g/ml}$$

$$\text{Kadar dalam 50 g} = 2,088 \mu\text{g/ml} = 2,088 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Kadar dalam sampel} &= \frac{2,088 \mu\text{g/ml} \times 1 \text{ ml}}{50 \text{ g}} \\
 &= 0,042 \mu\text{g/g}
 \end{aligned}$$

Lampiran 42. Lanjutan

$$\begin{aligned}
 \text{Kadar residu total dalam sampel} &= 0,042 \mu\text{g/g} \\
 &= 0,042 \text{ mg/kg} \\
 &= 0,042 \text{ ppm}
 \end{aligned}$$

$$\text{Recovery} = \frac{0,042 \text{ ppm}}{0,0418} \times 100\% = 100,478\%$$

5) *Recovery* injeksi 5

$$Y = 1,2330$$

$$Y = 0,584 X - 0,006$$

$$X = \frac{1,2330 + 0,006}{0,584} = 2,122 \mu\text{g/ml}$$

$$\text{Kadar dalam 50 g} = 2,122 \mu\text{g/ml} = 2,122 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Kadar dalam sampel} &= \frac{2,122 \mu\text{g/ml} \times 1 \text{ ml}}{50 \text{ g}} \\
 &= 0,042 \mu\text{g/g}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Kadar residu total dalam sampel} &= 0,042 \mu\text{g/g} \\
 &= 0,042 \text{ mg/kg} \\
 &= 0,042 \text{ ppm}
 \end{aligned}$$

$$\text{Recovery} = \frac{0,042 \text{ ppm}}{0,0418} \times 100\% = 100,478\%$$

6) *Recovery* injeksi 6

$$Y = 1,0715$$

$$Y = 0,584 X - 0,006$$

$$X = \frac{1,0715 + 0,006}{0,584} = 1,845 \mu\text{g/ml}$$

$$\text{Kadar dalam 50 g} = 1,845 \mu\text{g/ml} = 1,845 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Kadar dalam sampel} &= \frac{1,845 \mu\text{g/ml} \times 1 \text{ ml}}{50 \text{ g}} \\
 &= 0,037 \mu\text{g/g}
 \end{aligned}$$

Lampiran 42. Lanjutan

$$\begin{aligned} \text{Kadar residu total dalam sampel} &= 0,037 \mu\text{g/g} \\ &= 0,037 \text{ mg/kg} \\ &= 0,037 \text{ ppm} \end{aligned}$$

$$\text{Recovery} = \frac{0,037 \text{ ppm}}{0,0418} \times 100\% = 88,517\%$$

$$\begin{aligned} \text{Recovery rata-rata} &= \frac{\text{inj1} + \text{inj2} + \text{inj3} + \text{inj4} + \text{inj5} + \text{inj6}}{6} \\ &= \frac{90,909\% + 95,694\% + 93,301\% + 100,478\% + 100,478\% + 88,517\%}{6} \\ &= 94,90\% \end{aligned}$$

$$\text{SD Recovery} = 4,941$$

$$\text{CV} = \frac{\text{SD}}{x} \times 100\%$$

$$\text{CV} = \frac{4,941}{94,90} \times 100\% = 5,21\%$$

Hasil Perhitungan Recovery sampel

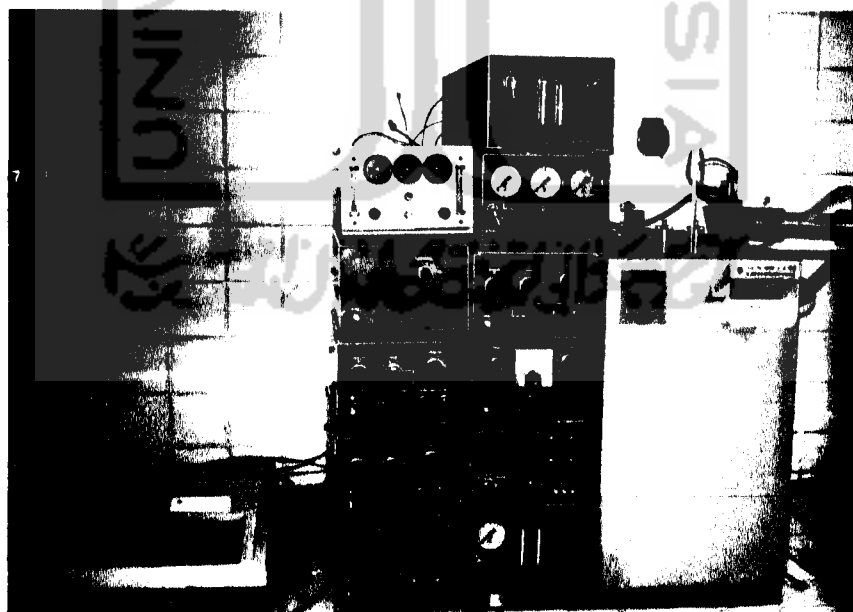
Injeksi	Luas area	Kadar (ppm)	Recovery (%)	Recovery \pm SD
1	1,1143	0,038	90,909	94,90% \pm 4,941
2	1,1744	0,040	95,694	
3	1,1281	0,039	93,301	
4.	1,2136	0,042	100,478	
5	1,2330	0,042	100,478	
6	1,0715	0,037	88,517	

Lampiran 43



Gambar Hasil preparasi sampel A dan B

Lampiran 44



Gambar Alat Kromatografi Gas