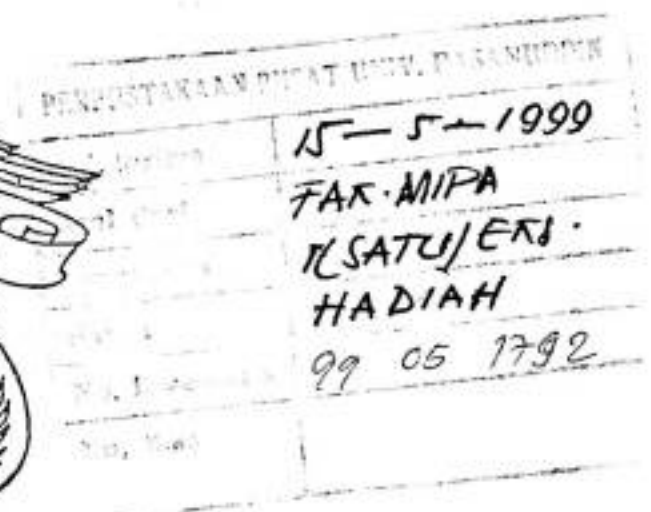


**ANALISIS RESIDU PESTISIDA LINDAN PADA BUAH ANGGUR  
IMPOR YANG BEREDAR DI UJUNG PANDANG SECARA  
KROMATOGRAFI GAS**

**OLEH :  
FATMAWATY  
9203031**



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS HASANUDDIN  
UJUNG PANDANG**

**1997**

# SKRIPSI

OLEH :

FATMAWATI

9203031



FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS HASANUDDIN

UJUNG PANDANG

1997

**ANALISIS RESIDU PESTISIDA LINDAN PADA BUAH ANGGUR  
IMPOR YANG BEREDAR DI UJUNG PANDANG SECARA  
KROMATOGRAFI GAS**

**OLEH :  
FATMAWATY  
9203031**

**Skripsi untuk melengkapi tugas dan  
Memenuhi syarat untuk memperoleh  
Gelar sarjana**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS HASANUDDIN  
UJUNG PANDANG**

**1997**

**ANALISIS RESIDU PESTISIDA LINDAN PADA BUAH ANGGUR  
IMPOR YANG BEREDAR DI UJUNGPANDANG SECARA  
KROMATOGRAFI GAS**

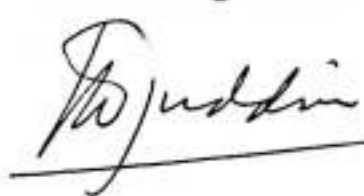
Disetujui oleh :

Pembimbing Utama



(DRA. JEANNY WUNAS, MS)  
NIP. 130 520 423

Pembimbing Pertama



(DR. H. TADJUDDIN NAID, MSc)  
NIP. 130 520 080

Pada tanggal : 11 Desember 1997

## UCAPAN TERIMA KASIH

Segala puji dan syukur penyusun panjatkan kehadirat Allah SWT karena berkat rahmat dan hidayah-Nya sehingga penyusun dapat menyelesaikan skripsi ini. Penyusunan skripsi ini merupakan persyaratan akademik untuk memperoleh gelar sarjana pada jurusan Farmasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin.

Melalui skripsi ini penyusun menyampaikan rasa terima kasih dan penghargaan yang sebesar-besarnya kepada Ibu Dra. Jeanny Wunas, MS selaku Pembimbing Utama, Bapak DR. H. Tadjuddin Naid, MSc. selaku Pembimbing Pertama, atas ketulusannya dalam membimbing. Semoga Allah Yang Maha Esa membalas budi baik Ibu dan Bapak Pembimbing yang telah meluangkan waktu dan menyumbangkan pikiran serta tenaganya dalam membimbing penyusun, mulai saat perencanaan penelitian sampai selesai penyusunan skripsi ini.

Ucapan terima kasih yang sama, tak lupa penyusun sampaikan kepada :

1. Bapak Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin.
2. Bapak Ketua Jurusan Farmasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin.

3. Bapak DR. Tjiptasurasa, SU, sebagai penasehat akademik yang telah memberikan bimbingan dan dorongan kepada kami selama menuntut pendidikan.
4. Bapak dan Ibu Dosen Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, khususnya Jurusan Farmasi yang telah mengalihkan ilmunya kepada penyusun.
5. Ibu Dra., Eni (Labkes) yang telah banyak membantu penyusun dalam bidang kromatografi gas.

Dengan rasa hormat dan terima kasih yang tak terhingga kepada Ayahanda Sahabuddin dan Ibunda Hj. Norma yang tercinta, kakak dan adik yang tersayang serta rekan-rekan mahasiswa yang tidak dapat disebutkan satu persatu yang telah banyak memberikan bantuan baik materil maupun moril sehingga penyusun dapat menyelesaikan pendidikan di Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin.

Akhirnya dengan segala kerendahan hati, skripsi yang sederhana ini penyusun persembahkan kepada Almamater, khususnya Jurusan Farmasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin, semoga memberi manfaat, Amin.

Ujungpandang, November 1997

Penyusun

## ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian analisis residu pestisida lindan pada buah anggur impor yang beredar di Ujungpandang, dengan tujuan untuk menentukan kadar residu pestisida lindan yang terdapat pada contoh buah anggur impor yang beredar di Ujungpandang secara kromatografi gas, dimana kadar yang diperoleh dibandingkan dengan batas maksimum residu yang diperbolehkan.

Penelitian ini dilakukan dengan mengolah contoh secara ekstraksi cair-cair yang kemudian dimurnikan melalui kolom florisil dan selanjutnya dianalisis secara kromatografi gas. Data yang diperoleh dari hasil pengamatan diolah menggunakan kurva kalibrasi sehingga diperoleh kadar residu pestisida lindan pada buah anggur (A1 dan A2) masing-masing sebesar 0,0023 mg/kg dan 0,0051 mg/kg, serta pada buah anggur (B) sebesar 0,0019 mg/kg. Data ketiga contoh tersebut masih dibawah batas maksimum residu yang diizinkan, yaitu 0,5 mg/kg.

## ABSTRACT

A research on the analysis of lindan pesticide residual in import grape fruits that was found in Ujungpandang has been done the aim to confirm the quantity of lindan pesticide residual that maybe found in import grape fruits sample that was found in Ujungpandang by Gas Chromatography and the result of quantitative analysis on lindan residual was compared with residual maximum limit that was permitted by the goverment.

This research was done by extracting the sample with fluit-fluit methode and purificating by florisil column and then analysis by Gas Chromatography. The result data from investigation is calculated by calibration curve so that the residual quantity of lindan pesticide that was found in import grape fruits (A1 and A2) are 0.0023 mg/kg and 0.0051 mg/kg, whereas the residual quantity in lokal grape fruits (B) is 0.0019 mg/kg. From the three of them, they are still under the permitted maximum limit, that is 0.5 mg/kg.



## DAFTAR ISI

	Halaman
UCAPAN TERIMA KASIH .....	iv
ABSTRAK .....	vi
ABSTRACT .....	vii
DAFTAR ISI .....	viii
DAFTAR TABEL .....	xi
DAFTAR GAMBAR .....	xii
DAFTAR LAMPIRAN .....	xiii
BAB I. PENDAHULUAN .....	1
BAB II POLA PENELITIAN .....	4
II.1 Penyiapan Alat dan Bahan .....	4
II.2 Pengambilan Contoh .....	4
II.3 Pengolahan Contoh .....	4
II.3.1. Ekstraksi Contoh .....	4
II.3.2 Pemurnian Contoh .....	4
II.4 Analisis Dengan Kromatografi Gas...	4
II.4.1 Optimasi Alat .....	4
II.4.2 Pembuatan Kurva Baku .....	4
II.4.3 Pengukuran Contoh Dengan Kromatografi Gas.....	4
II.5 Pengumpulan dan Analisis Data .....	4
II.6 Pembahasan Hasil .....	4
II.7 Pengambilan Kesimpulan .....	4

BAB III	TINJAUAN PUSTAKA .....	5
III.1	Pestisida .....	5
III.1.1	Definisi Pestisida.....	5
III.1.2	Penggolongan Pestisida ..	7
III.1.3	Residu Pestisida.....	9
III.1.4	Insektisida Lindan .....	10
III.2	Kromatografi Gas .....	12
III.2.1	Sistem Kromatografi Gas..	12
III.2.2	Sistem Pengolahan Data Dalam Kromatografi Gas ..	16
III.2.3	Analisis Pestisida Dengan Kromatografi Gas .....	19
BAB IV	PELAKSANAAN PENELITIAN .....	21
IV.1	Alat-alat yang digunakan .....	21
IV.2	Bahan-bahan yang digunakan .....	21
IV.3	Pengambilan Contoh .....	22
IV.4	Pengolahan Contoh .....	22
IV.4.1	Ekstraksi Contoh .....	22
IV.4.2	Pemurnian Contoh .....	23
IV.5	Pembuatan Larutan Standar .....	23
IV.6	Analisis Dengan Kromatografi Gas ....	23
IV.6.1	Kondisi Alat Kromatografi Gas .....	23
IV.6.2	Pengukuran Larutan Standar Dengan Kromatograf Gas .....	24

	IV.6.3	Pengukuran Larutan Contoh Dengan Kromatografi Gas . . . .	24
BAB	V	HASIL DAN PEMBAHASAN . . . . .	25
	V.1	Hasil Penelitian . . . . .	25
	V.2	Pembahasan Hasil . . . . .	26
BAB	IV	KESIMPULAN DAN SARAN . . . . .	28
	VI.1	Kesimpulan . . . . .	28
	VI.2	Saran . . . . .	30
DAFTAR		PUSTAKA . . . . .	29

## DAFTAR TABEL

Tabel		Halaman
I	Hasil Pengukuran Luas Puncak dan Waktu Retensi Larutan Standar.....	31
II	Hasil Pengukuran Luas Puncak dan Waktu Retensi Contoh Buah Anggur.....	32
III	Hasil Perhitungan Kadar Residu Pestisida Lindan pada Contoh Buah Anggur.....	33

## DAFTAR GAMBAR

GAMBAR		Halaman
I	Bagan Kromatografi Gas .....	16
II	Kurva Baku Larutan Lindan Standar .....	34
III	Kromatogram Hasil Pengukuran Lindan Standar Pada Konsentrasi 0,02 bpj .....	35
IV	Kromatogram Hasil Pengukuran Lindan Standar Pada Konsentrasi 0,04 bpj .....	36
V	Kromatogram Hasil Pengukuran Lindan Standar Pada Konsentrasi 0,06 bpj .....	37
VI	Kromatogram Hasil Pengukuran Lindan Standar Pada Konsentrasi 0,08 bpj .....	38
VII	Kromatogram Hasil Pengukuran Lindan Standar Pada Konsentrasi 0,10 bpj .....	39
VIII	Kromatogram Hasil Pengukuran Contoh Buah Anggur A1 .....	40
IX	Kromatogram Hasil Pengukuran Contoh Buah Anggur A2 .....	41
X	Kromatogram Hasil Pengukuran Contoh Buah Anggur B .....	42

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	
A. Skema Kerja .....	43
B. Contoh Perhitungan Konsentrasi Residu Pestisida	
Lindan .....	44



## BAB I

### PENDAHULUAN

Sejak puluhan abad yang lalu pestisida telah digunakan sebagai bahan pemberantas hama dan melindungi tanaman. Pada kira-kira tahun 1200 SM kapur dan abu kayu telah digunakan untuk memberantas hama gudang demikian pula benih-benih tanaman telah diberikan perlakuan dengan ekstrak tanaman maupun dengan pengasapan untuk melindungi dari gangguan serangan hama (1).

Pestisida adalah substansi kimia yang digunakan untuk membunuh atau mengendalikan berbagai hama. Mengingat perannya yang sangat besar, perdagangan pestisida saat ini semakin ramai (2).

Pada umumnya pestisida yang digunakan untuk pengendalian jasad pengganggu adalah racun yang berbahaya, dimana penggunaannya pada tanaman akan meninggalkan residu pada produk pertanian. Bahkan untuk pestisida tertentu masih dapat ditemukan sampai saat produk pertanian tersebut diproses untuk pemanfaatan selanjutnya maupun saat dikonsumsi, tentu saja hal ini dapat mengancam kesehatan manusia. Untuk itu, penggunaan pestisida yang tidak bijaksana jelas akan menimbulkan efek samping bagi kesehatan manusia, sumber daya hayati dan lingkungan pada umumnya (2).

Setelah keluarnya keputusan Menteri Perdagangan yang membuka perdagangan buah impor di Indonesia, terjadi peningkatan laju konsumsi buah impor. Nilai impor buah Indonesia cenderung mengalami kenaikan khususnya untuk jenis apel, jeruk, pir dan anggur (3). Melihat kenyataan ini adalah tidak mustahil jika negara-negara pengimpor buah menggunakan sejumlah pestisida untuk menjamin produktivitas tanamannya, meskipun pestisida yang digunakan termasuk dalam daftar yang dilarang beredar (4).

Beberapa penelitian mengemukakan bahwa buah impor mengandung residu pestisida yang melebihi ambang batas yang ditentukan. PT. Sucofindo-Trubus melakukan penelitian residu pestisida pada beberapa buah impor dari Amerika yang diambil dari pasar swalayan Hero Bogor dan ternyata ditemukan adanya residu pestisida yang termasuk dalam kelompok "dirty dozen" yang penggunaannya dilarang beredar. Residu tersebut bersifat persisten atau menetap pada lingkungan hidup dan berakumulasi dalam rantai pangan (3.4). Lindan merupakan salah satu pestisida yang termasuk dalam kelompok "dirty dozen" yang residunya juga ditemukan dalam penelitian tersebut. Lindan digunakan sebagai insektisida dan mempunyai daya racun dua kali lebih tinggi dari DDT (5).

Berdasarkan hal tersebut maka dilakukan analisis residu pestisida lindan terhadap salah satu buah impor yang telah dikenal masyarakat luas, yaitu buah anggur.



Salah satu metode dalam analisis residu pestisida adalah kromatografi gas, dimana metode ini mempunyai sensitifitas yang tinggi, mampu memisahkan campuran yang kompleks dan digunakan secara luas untuk pemisahan dan penentuan pestisida, utamanya dalam analisis residu (6).

Maksud penelitian ini adalah melakukan analisis terhadap residu pestisida lindan yang mungkin terdapat dalam buah anggur yang beredar di Ujungpandang secara kromatografi gas sehingga dari hasil penelitian ini dapat memberikan informasi yang berguna bagi konsumen dalam rangka peningkatan kesehatan masyarakat.

## BAB II

### POLA PENELITIAN

#### II.1 Penyiapan Alat dan Bahan

Alat dan bahan yang akan digunakan disiapkan sesuai dengan kebutuhan penelitian.

#### II.2 Pengambilan Contoh

Contoh buah anggur impor dan buah anggur lokal diambil dari salah satu swalayan di Ujungpandang.

#### II.3 Pengolahan Contoh

##### II.3.1 Ekstraksi Contoh

##### II.3.2 Pemurnian Contoh

#### II.4 Analisis Dengan Kromatografi Gas

##### II.4.1 Optimasi Alat

##### II.4.2 Pembuatan Kurva Baku

##### II.4.3 Pengukuran Contoh dengan Kromatografi Gas

#### II.5 Pengumpulan dan Analisis Data

Data dari hasil analisis dikumpulkan dan dianalisis.

#### II.6 Pembahasan Hasil

Pembahasan hasil dilakukan berdasarkan analisis data yang diperoleh.

#### II.7 Pengambilan Kesimpulan

Kesimpulan diambil berdasarkan analisis data dan pembahasan.

## BAB III TINJAUAN PUSTAKA

### III.1 Pestisida

#### III.1.1 Definisi Pestisida

Pestisida secara harfiah berarti pembunuh hama, berasal dari kata pest dan sida. Pest berarti hama penyakit secara luas, sida berasal dari kata ceado berarti membunuh. Definisi pestisida menurut Peraturan Pemerintah No.7 tahun 1973 adalah sebagai berikut :

Pestisida adalah semua zat kimia dan bahan lain serta jasad renik dan virus yang dipergunakan untuk :

- Memberantas atau mencegah hama dan penyakit yang merusak tanaman, bagian-bagian tanaman atau hasil-hasil pertanian.
- Memberantas rerumputan.
- Mematikan daun dan mencegah pertumbuhan yang tidak diinginkan.
- Mengatur atau merangsang pertumbuhan tanaman atau bagian-bagian tanaman (tidak termasuk pupuk).

- Memberantas atau mencegah hama-hama luar pada hewan peliharaan dan ternak.
- Memberantas atau mencegah hama-hama air.
- Memberantas atau mencegah binatang-binatang dan jasad-jasad renik dalam rumah tangga, bangunan dan alat-alat pertanian.
- Memberantas atau mencegah binatang-binatang yang dapat menyebabkan penyakit pada manusia atau binatang yang perlu dilindungi dengan penggunaan pada tanaman, tanah dan air.

Sedangkan definisi menurut The United States Federal Environmental Pesticide Control Act adalah sebagai berikut :

- a. Semua zat atau campuran zat yang khusus untuk memberantas, mencegah atau menangkis gangguan dari pada serangga, binatang pengerat, gulma, nematoda, virus, cendawan, bakteri, jasad renik yang dianggap hama kecuali virus, bakteri atau jasad renik yang terdapat pada manusia dan binatang lainnya.
- b. Semua zat atau campuran zat yang dimaksudkan untuk digunakan sebagai pengatur pertumbuhan tanaman atau pengering tanaman.

### III.1.2 Penggolongan Pestisida (1.2)

#### 1. Penggolongan Berdasarkan Susunan Kimia

##### a. Pestisida anorganik

Contoh : Pb arsenat, Calcium arsenat.

##### b. Pestisida organik, yang terbagi lagi berdasarkan organik alam dan organik sintetik.

Senyawa organik alam dibagi dalam :

###### - Asal tanaman

Contoh : Nikotin

###### - Asal mikroba

Contoh : Dipel (Thuricide) yang mengandung spora dari *Bacillus thuringiensis* yang mengandung toksin.

Senyawa organik sintetik terdiri atas :

###### - Senyawa organoklorin

Contoh : DDT, Aldrin, BHC

###### - Senyawa organofosfor

Contoh : Diazinon, Dimecron

###### - Senyawa karbamat

Contoh : Sevin

###### - Senyawa pyrethroid

Contoh : Alletherin

###### - Senyawa comorin

Contoh : Warfarin

- Senyawa miscellaneous fumigan

Contoh : Formaldehid

- Senyawa tradisional

## 2. Penggolongan Berdasarkan Cara Kerja

### a. Golongan Pestisida Kontak

Pestisida golongan ini mempunyai daya bunuh setelah kena bagian tubuh jasad atau bagian gulma yang diberantas.

### b. Golongan Pestisida Fumigan

Pestisida golongan ini mempunyai daya bunuh setelah jasad sasaran terkena uap atau gas.

Contoh : Methyl bromida.

### c. Golongan Pestisida Sistemik

Pestisida ditranslokasikan ke berbagai bagian tanaman melalui jaringan. Hama akan mati kalau mengisap cairan tanaman.

Contoh : Dimecron

### d. Golongan Pestisida Lambung

Mempunyai daya bunuh setelah jasad sasaran memakan pestisida.

Contoh : Parathion

### III.1.3 Residu Pestisida (1.11)

Residu adalah sejumlah bahan terutama yang masih aktif serta bahan-bahan lainnya yang berasal dari pestisida yang masih terdapat pada tanaman, makanan, binatang, serta lingkungan lainnya (misalnya setelah aplikasi dengan pestisida).

Residu insektisida dapat hilang atau terurai dan proses ini kadang-kadang berlangsung dengan laju yang konstan. Faktor-faktor yang mempengaruhi perubahan ini adalah penguapan, pencucian, pelapulan, degradasi enzimatis, translokasi dan sebagainya. Dalam jumlah yang sedikit, pestisida dalam tanaman dapat hilang sama sekali karena proses metabolisme yang berkaitan dengan proses pertumbuhan tanaman itu sendiri.

Dalam alam reaksi peruraian residu berlangsung dalam dua tahap yaitu :

1. Tahap awal dimana proses menghilangnya residu terjadi sangat cepat, proses ini disebut disipasi.
2. Tahap selanjutnya dimana menghilangnya residu berlangsung lambat, proses ini disebut persistensi.

Sebab-sebab terjadinya dua tahap ini antara lain karena pestisida dapat diserap (absorpsi) dan dipindahkan (translokasi) ke tempat lain sehingga terhindar dari kerusakan di tempat semula.

Insektisida yang ditranslokasikan ke tempat lain mungkin saja tidak mengalami perubahan selama jangka waktu tertentu karena faktor-faktor lingkungan setempat tidak menunjang berlangsungnya degradasi secara cepat dan karena bahan beracun pestisida bersifat stabil, sehingga terjadi proses penyimpangan.

#### III.1.4 Insektisida Lindan (5, 12, 17)

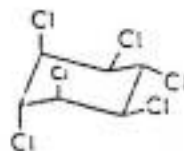
Nama kimia :  $1\alpha, 2\alpha, 3\beta, 4\alpha, 5\alpha, 6\beta$ .

Hexachlorocyclohexane

Nama umum : Gamma HCH, gamma BHC, lindan, Gammalin

Rumus molekul:  $C_6H_6Cl_6$

Rumus bangun :



Pemerian : Kristal putih, tidak berbau

Kelarutan : Tidak bercampur dengan air, larut dalam aseton, benzen,



metanol dan pelarut organik lainnya.

Sifat fisika : Mempunyai titik didih  $112^{\circ}\text{C}$  dan tekanan uap  $10^{-5}$  mmHg pada suhu  $20^{\circ}\text{C}$ .

Kestabilan : Stabil terhadap udara, cahaya dan temperatur di atas  $180^{\circ}\text{C}$ .

Toksisitas : LD50 pada tikus jantan dan betina secara oral 88,91 mg/kg

Kegunaan : Pembasmi hama

Secara umum terdapat tiga golongan insektisida organoklorin, yaitu DDT, BHC dan senyawa siklodien. Lindan adalah salah satu insektisida organoklorin yang merupakan isomer dari senyawa BHC. Senyawa organoklorin mempunyai ciri-ciri seperti terdapat atom karbon, klor, hidrogen dan kadang-kadang oksigen dan ikatan C-Cl, stabil dalam lingkungan, bersifat apolar dan lipofilik. Semua senyawa ini mempunyai pengaruh terhadap sistim saraf pusat. Racun senyawa ini masuk ke dalam tubuh melalui pernapasan, mulut atau kulit. Beberapa gejala keracunan ialah badan gemetar, mual

dan diare. Dengan dosis yang tinggi akan menyebabkan penderita kejang-kejang.

### III.2 Kromatografi Gas (14. 15)

Kromatografi gas adalah cara untuk memisahkan senyawa yang mudah menguap dengan mengalirkan arus gas melalui fase diam. Bila fase diam berupa zat padat, maka cara ini disebut kromatografi gas padat (KGP), bila fase diam berupa zat cair, maka cara ini disebut kromatografi gas cair (KGC).

Pada kromatografi gas, komponen yang akan dipisahkan dibawa oleh gas pembawa melalui kolom. Campuran cuplikan terbagi antara pembawa dan fase diam. Pelarut akan menahan komponen secara selektif berdasarkan koefisien distribusinya sehingga terbentuk sejumlah pita yang berlainan pada gas pembawa. Pita komponen ini meninggalkan kolom bersama aliran gas dan dicatat sebagai fungsi waktu oleh detektor.

#### III.2.1 Sistim Kromatografi Gas (13. 14. 15. 16)

##### 1. Gas pembawa

Gas pembawa ditempatkan dalam silinder bertekanan tinggi. Suatu pengatur tekanan digunakan untuk menjamin tekanan yang seragam pada kolom

sehingga diperoleh laju aliran gas yang tetap.

Gas pembawa harus memenuhi persyaratan sebagai berikut :

- a. Harus inert: tidak bereaksi dengan cuplikan, pelarut dan bahan dalam kolom.
- b. Murni dan mudah diperoleh serta murah.
- c. Sesuai/cocok untuk detektor

Gas-gas yang biasa dipakai adalah helium, hidrogen dan nitrogen.

## 2. Tempat injeksi

Dalam pemisahan dengan kromatografi gas cuplikan harus dalam bentuk fase uap. Gas dan uap dapat dimasukkan secara langsung. Tetapi kebanyakan senyawa organik berbentuk cairan dan padatan, sehingga senyawa tersebut pertama-tama harus diuapkan. Ini membutuhkan pemanasan sebelum masuk dalam kolom. Panas tersebut terdapat pada tempat injeksi.

Tempat injeksi dari alat selalu dipanaskan. Aturan pertama untuk pengaturan suhu adalah bahwa suhu tempat injeksi sekitar  $50^{\circ}\text{C}$  lebih tinggi dari

titik didih campuran dari cuplikan yang mempunyai titik didih yang paling tinggi.

Cuplikan dimasukkan ke dalam kolom dengan cara menginjeksikan melalui tempat injeksi. Hal ini dapat dilakukan dengan pertolongan jarum injeksi yang sering disebut "a gas tight syringe".

### 3. Kolom

Pipa kolom dapat dibuat dari tembaga, baja nirkarat, aluminium dan kaca yang berbentuk lurus, lengkung atau melingkar. Panjang kolom yang dikemas cukup beragam, dapat beberapa cm sampai 15 meter. Kebanyakan kolom yang digunakan berupa stainless steel dengan diameter luar (OD) dari 1/8 atau ¼ inchi (0,3 atau 0,6 cm).

Pengaturan suhu pada kolom sangat penting dalam pemisahan. Suhu tidak terlalu tinggi agar tidak mengganggu daya pisah dan tidak terlalu rendah agar waktu pemisahan tidak terlalu lama. Suhu diatur kira-kira sama dengan titik didih rata-rata cuplikan.

#### 4. Fase diam

Pemilihan pelarut pembagi (fase diam) yang tepat mungkin merupakan parameter terpenting. Dasar kerja adalah partisi antara fase diam (cairan) dan fase gerak (gas).

Persyaratan untuk fase cair adalah harus mempunyai tekanan uap yang sangat rendah dan mempunyai kekentalan yang rendah sehingga tidak mengikat gas.

#### 5. Detektor

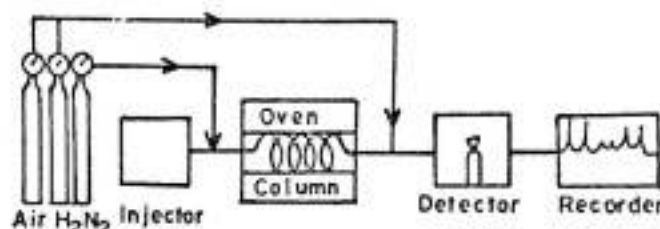
Detektor yang dikehendaki adalah kepekaannya tinggi, tanggap terhadap semua jenis senyawa, kuat, tidak peka terhadap perubahan aliran dan suhu, serta murah harganya. Detektor mengubah sejumlah sifat-sifat molekul dari senyawa organik menjadi arus listrik, yang diteruskan ke pencatat untuk menghasilkan kromatogram.

Saat ini telah ada 3 jenis detektor yang dapat digunakan untuk mendeteksi senyawa-senyawa organik, yaitu detektor hantaran panas, (Thermal Conductivity Detector = TCD), detektor ionisasi nyala (Flame Ionisation

Detector = FID) dan detektor tangkap elektron (Elektron Capture Detector = ECD).

#### 6. Pencatat

Akurasi suatu kromatogram pada suatu daerah pembacaan ditentukan oleh pencatat sinyalnya. Kadangkala sinyal perlu diperkuat. Respon melewati skala penuh haruslah 1 detik. Kepekaan perekam adalah 10 mV dan berjangkauan dari 1-10 mV.



Gambar I. Bagan Kromatografi Gas

#### III.2.2 Sistim Pengolahan Data dalam Kromatografi Gas (14. 15)

Pada peralatan kromatografi yang telah menggunakan teknologi modern, peran pengolahan data dilakukan oleh suatu alat pengolah data (data processor). Informasi ini dapat dimanfaatkan dalam analisis kualitatif dan kuantitatif. Analisis kualitatif adalah identifikasi dari suatu

komponen. Hal ini dilakukan dengan membandingkan waktu retensi-nya dengan senyawa-senyawa rujukan standar dan analisis kuantitatif dengan menentukan jumlah dari komponen-komponen yang terpisah dari suatu cuplikan, sebab pencatat meng-hasilkan sinyal atau puncak yang sebanding dengan suatu sifat dari molekul cuplikan.

Beberapa cara mengubah data kromatogram (bentuk puncak) menjadi data dalam bentuk angka yang kemudian dapat digunakan untuk menentukan kuantitas dari suatu komponen:

1. Planimetri
2. Tinggi x lebar pada  $\frac{1}{2}$  tinggi
3. Triangulasi
4. Pengguntingan dan penimbangan kertas
5. Integrator cakram
6. Integrator digital elektronik

Integrator dapat menghitung secara otomatis luas permukaan dari puncak-puncak dan memberikan harga-harga luas puncak dan juga mencatat waktu retensi.

Jika angka yang menyatakan luas puncak telah diperoleh, angka tersebut

dapat dikaitkan dengan konsentrasi cuplikan/ komponen cuplikan dengan beberapa cara antara lain :

a. Metode Kalibrasi

Pada metode ini pertama-tama dibuat larutan dari bahan kimia rujukan standar (murni) dengan variasi konsentrasi pada jarak (range) yang sesuai. Larutan-larutan ini diinjeksikan pada kromatografi gas dan diperoleh data berupa konsentrasi larutan yang diinjeksikan dan luas puncak tiap-tiap konsentrasi. Data ini digambar menjadi kurva kalibrasi. Konsentrasi contoh yang tidak diketahui dapat diekstrapolasikan dari luas puncak dengan bantuan kurva kalibrasi ini.

b. Metode Penormalan Luas

Metode ini digunakan jika menganalisis komponen campuran dari cuplikan senyawa homolog yang titik didihnya tidak berbeda jauh.



Rumus perhitungannya adalah :

$$\%komponen.X = \frac{Luas.puncak.komponen.X}{Luas.puncak.total} \times 100\%$$

### III.2.3 Analisis Pestisida dengan Kromatografi Gas (6. 11. 15)

Pada tahun 1939 Muller menemukan manfaat DDT sebagai insektisida. sejak itu banyak senyawa sejenis telah disintesa dan disemprot pada tanaman pertanian. Karena banyak dari senyawa ini merupakan racun sistemik. sudah jelas bahwa pengendalian dan analisis pestisida dan residu banyak mendapat perhatian. kromatografi gas memegang peranan yang menonjol karena alat ini mampu memisah-kan dengan cepat campuran pestisida yang kompleks dan memberikan identifikasi kualitatif dan analisis kuantitatif dengan tepat. Alat ini juga mempunyai detektor yang selektif dan peka untuk senyawa-senyawa halogen organik dan organofosfat.

Analisis residu pestisida merupakan masalah yang cukup rumit karena bahan yang dianalisis adalah sisa-sisa pestisida dalam jumlah yang sangat kecil. Langkah pertama dalam analisis residu pestisida yaitu

isolasi dengan ekstraksi pelarut dan kemudian dilanjutkan dengan pemurnian (clean-up) ekstrak. Ekstrak yang telah dimurnikan kemudian dianalisis pada kolom GLC yang cocok menggunakan detektor yang selektif.

Pestisida-pestisida organoklorin dianalisis menggunakan kolom gelas atau aluminium dengan detektor penangkap elektron.

Analisis residu pestisida dengan metode kromatografi gas pada dasarnya adalah untuk konfirmasi adanya senyawa-senyawa organik dan hanya dapat digunakan untuk senyawa yang telah diketahui dengan bantuan bahan-bahan kimia rujukan.

BAB IV  
PELAKSANAAN PENELITIAN

IV.1 Alat-alat yang digunakan :

- |                        |                   |
|------------------------|-------------------|
| 1. Blender             | (Waring)          |
| 2. Corong Buchner      | (Kiryamarohto)    |
| 3. Corong pisah        |                   |
| 4. Gelas kimia         |                   |
| 5. Gelas ukur          |                   |
| 6. Kolom kaca          |                   |
| 7. Kromatografi gas    | (Shimadzu GC-14A) |
| 8. Labutentukur        |                   |
| 9. Mikrosyringe        |                   |
| 10. Oven               | (Yamato DX 41)    |
| 11. Pipet volume       |                   |
| 12. Pompa vakum        |                   |
| 13. Rotavapor          | (Yamato RE 52)    |
| 14. Timbangan analitik | (Chyo)            |

IV.2 Bahan-bahan yang digunakan :

- |                        |                        |
|------------------------|------------------------|
| 1. Acetonitril p.a     | (E. Merck)             |
| 2. Celite 545          |                        |
| 3. Dietil eter p.a     | (E. Merck)             |
| 4. Florisil            | (E. Merck)             |
| 5. Lindan murni        | (Dr Chrenstorfer GmbH) |
| 6. Natrium klorida p.a | (E. Merck)             |

7. Natrium sulfat anhidrat p.a (E. Merck)

8. Petroleum eter p.a (E. Merck)

#### IV.3 Pengambilan Contoh

Contoh buah anggur impor dan buah anggur lokal diambil dari salah satu swalayan di Ujungpandang.

#### IV.4 Pengolahan Contoh

##### IV.4.1 Ekstraksi Contoh (8. 9)

Contoh dipotong-potong sebanyak 100 g dan dimasukkan ke dalam blender, ditambahkan 100 ml asetonitril dan 10 g celite 545, kemudian dihomogenkan. Selanjutnya campuran disaring melalui corong Buchner, ampas yang tertinggal diekstraksi kembali dengan 100 ml asetonitril. Ekstrak asetonitril yang diperoleh diuapkan kemudian diekstraksi cair-cair dalam corong pisah dengan 50 ml petroleum eter, ditambahkan 100 ml air suling dan 10 ml natrium klorida jenuh, campuran dikocok kemudian didiamkan hingga kedua fasanya terpisah (pengerjaan ini dilakukan dua kali). Fase air yang terletak pada bagian bawah corong dikeluarkan dan fase petroleum eter dicuci lagi dengan 100 ml air suling. Fase petroleum eter disaring melalui natrium sulfat anhidrat kemudian diuapkan.

#### IV.4.2 Pemurnian Contoh (8. 9)

Ekstrak contoh yang telah diuapkan, selanjutnya dimurnikan melalui kolom dengan adsorben florisil sebanyak 10 g dan cairan pengelusi petroleum eter : dietil eter (1:1) sebanyak 50 ml. Ekstrak hasil pemurnian ditampung dan diuapkan hingga volume 5 ml.

#### IV.5 Pembuatan Larutan Standar

Ditimbang 50 mg pestisida lindan murni dan dilarutkan dalam petroleum eter hingga tanda pada labu tentukur 500 ml (100 bpj). kemudian dipipet 10 ml dan dimasukkan dalam labu tentukur 100 ml dan volumenya dicukupkan hingga tanda (10 bpj). kemudian dipipet 5 ml dan dimasukkan dalam labu tentukur 50 ml (1 bpj). Dari larutan stok 1 bpj dipipet 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml dan 5 ml kemudian masing-masing dimasukkan dalam labu tentukur 50 ml dan volumenya dicukupkan hingga tanda, sehingga diperoleh konsentrasi berturut-turut 0.02 bpj, 0.04 bpj, 0.06 bpj, 0.08 bpj dan 0.1 bpj.

#### IV.6 Analisis Dengan Kromatografi Gas

##### IV.6.1 Kondisi Alat Kromatografi Gas

Suhu Injektor	: 220°C
Suhu Kolom (OV-1)	: 190°C
Suhu Detektor (ECD)	: 230°C

Laju aliran gas ( $N_2$ ) : 20 ml/menit

#### IV.6.2 Pengukuran Larutan Standar Dengan Kromatografi Gas

Masing-masing konsentrasi dari larutan standar diinjeksikan sebanyak 0.5  $\mu$ l sehingga diperoleh data hasil kromatogram dengan data luas puncak dan waktu retensi.

#### IV.6.3 Pengukuran Contoh dengan Kromatografi Gas

Masing-masing contoh diinjeksikan sebanyak 0.5  $\mu$ l sehingga diperoleh data hasil kromatogram dengan data luas puncak dan waktu retensi.

## BAB V HASIL DAN PEMBAHASAN



### V.1 Hasil Penelitian

Hasil pengukuran larutan standar lindan dengan variasi konsentrasi 0.02, 0.04, 0.06, 0.08 dan 0.10 bpj secara kromatografi gas memberikan data luas puncak dan waktu retensi sekitar 6.1. (Hasil selengkapnya dapat dilihat pada tabel I dan gambar III - VII).

Pengukuran dari tiga larutan contoh pada kromatografi gas juga memberikan data luas puncak dan waktu retensi sekitar 6.1. (Hasil selengkapnya dapat dilihat pada tabel II dan gambar VIII - X).

Analisis kadar lindan dalam contoh dapat ditentukan dengan membuat kurva kalibrasi antara luas puncak ((m<sup>2</sup>) dengan konsentrasi (bpj) larutan standar lindan sehingga diperoleh persamaan linier  $Y = 19284.3 + 1061585 X$  (dapat dilihat pada gambar II).

Dari hasil penelitian, maka diperoleh kadar residu pestisida lindan dalam contoh buah anggur impor (A1 dan A2) masing-masing sebesar 0.0023 mg/kg dan 0.0051 mg/kg serta buah anggur lokal (B) sebesar 0.0019 mg/kg. (Hasil selengkapnya dapat dilihat pada tabell III dan lampiran B).

## V.2 Pembahasan

Kromatografi gas memegang peranan penting dalam menentukan atau mengontrol sisa-sisa pestisida, dimana dalam analisisnya dapat dilakukan secara kualitatif dan kuantitatif. Hasil pengukuran terhadap larutan standar lindan menunjukkan waktu retensi sekitar 6.1 dan dari hasil pengukuran contoh buah anggur menunjukkan juga waktu retensi sekitar 6.1. Hal ini berarti bahwa ketiga larutan contoh buah anggur yang dianalisis secara kromatografi gas mengandung residu pestisida lindan, dimana waktu retensi dalam analisis kromato-grafi gas menunjukkan identitas suatu senyawa.

Dari hasil kromatogram contoh buah anggur, terlihat pula puncak dan waktu retensi senyawa lain selain puncak dan waktu retensi lindan, hal ini dimungkinkan karena asetonitril merupakan pelarut yang multiresidu sehingga pada proses ekstraksi jenis pestisida lain yang digunakan oleh petani seperti fungisida, jenis insektisida lain atau pestisida yang digunakan sebagai pengawet juga ikut terekstraksi, dimana pada analisis kromatografi gas menggunakan detektor tangkap elektron yang sangat peka, senyawa-senyawa tersebut juga terdeteksi.

Dari hasil penelitian maka diperoleh kadar residu pestisida lindan pada contoh buah anggur impor



(A1 dan A2) masing-masing sebesar 0.0023 mg/kg dan 0.0051 mg/kg. Berdasarkan keputusan Departemen Kesehatan dan Departemen Pertanian No. 881/Menkes/SKB/VIII/1996 mengenai batas maksimum residu lindan pada buah anggur sebesar 0.5 mg/kg. Hal ini menunjukkan bahwa kadar residu pestisida lindan pada kedua contoh buah anggur impor yang dianalisis masih dibawah batas residu yang diizinkan.

Dengan adanya data tersebut di atas terlihat bahwa negara-negara pengimpor masih menggunakan jenis pestisida yang dilarang beredar, meskipun di Indonesia sendiri juga sudah bukan rahasia lagi para petani menggunakan pestisida dengan bebas, buktinya buah lokal (B) yang dianalisis mengandung residu pestisida yang sama, yaitu sebesar 0,0019 mg/kg, dimana kadarnya juga masih dibawah batas maksimum residu yang diizinkan.

## BAB VI

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### VI.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian, maka dapat disimpulkan :

1. Buah anggur impor ( $A_1$  dan  $A_2$ ) yang dianalisis mengandung residu pestisida lindan masing-masing sebesar 0,0023 mg/kg dan 0,0051 mg/kg serta pada buah anggur lokal(B) sebesar 0,0019 mg/kg.
2. Kadar yang diperoleh dari ketiga buah yang dianalisis masih di bawah batas residu yang diizinkan.

#### VI.2 Saran

Perlu dilakukan penelitian terhadap jenis pestisida yang lain pada buah anggur impor maupun buah anggur lokal.

## DAFTAR PUSTAKA

1. Natawigena, H., (1985), "Pestisida dan Kegunaannya". Penerbit Armico Bandung.
2. Sudarmo, S., (1991), "Pestisida", Penerbit Kanisius, Yogyakarta, 1, 102.
3. Anonim., (1996), "Mampukah Buah Lokal Bertahan dari Serbuan Buah Impor", Warta HKTI, No. 12 TH XXIII, Jakarta. 6.
4. Anonim., (1994), "Awat Bahaya Pestisida", Trubus No. 291. TH XXV, Jakarta, 24-25.
5. Hadi, S., (1991) "Insektisida", diterbitkan oleh Badan Kerjasama Perguruan Tinggi Negeri se-Indonesia, Bahagian Timur, Ujungpandang, 61.
6. Das, K.G., (1981), "Analysis Pesticide", Marcell Dekker, INC, New York and Bassel, 83, 95.
7. Buchhel, K.H., (1983), "Chemistry Pestiside", Awiley Interscience Punlication, John Wiley & Sons, Inc, New York 31-32.
8. Zweig, G., (1963), "Analytical Methods for Pesticides Plant Grownt Regulator and Food Additivies", Vol. 1, Academic Press, New York, 89-90.
9. Miyamoto J., Kearney, P.C., (1985), "Pesticide Cymistry; Human Walfare and The Environment; Pesticide Residu and Formulation Chemystry", Vol. 4, Pergamon Press, Oxford

- New York - Toronto, Sydney - Frankfurt, 92, 96, 117, 118, 120, 121, 159.
10. Sastroutomo., Soetikno., (1992). "Pestisida Dasar-Dasar dan Dampak Penggunaannya"., Penerbit PT Gramedia Pustaka Utama, Jakarta, 128, 130, 136, 139, 169.
  11. Tarumingkeng, R. C., (1992). "Insektisida Sifat, Mekanisme dan Dampak Penggunaannya". Penerbit Ukrida, Jakarta, 64-68, 222-227.
  12. Tomlin, C., (1995). "The Pesticide Manual". Edisi Sepuluh, British Crop Protection Council, 555-556.
  13. Sudjadi., (1988). "Metode Pemisahan". Penerbit Kanisius, Yogyakarta, 153-166.
  14. Sastrohadimidjojo, H., (1991). "Kromatografi" Penerbit Liberty, Yogyakarta, 52-62, 97-109.
  15. Bonelly, E. J., Mc Nair, H. M., (1988). "Dasar Kromatografi Gas". Penerbit ITB Bandung, 1-14, 109-120, 140-141.
  16. Khopkar, S.M., (1990). "Konsep Dasar Kimia Analitik", Penerbit Universitas Indonesia, UI Press, Jakarta, 161.
  17. Anonim, (1989). "The Merc Index", 11th Edition Merck and Co. Inc., Rahway, New Jersey, USA, 5379.

Tabel I. Hasil pengukuran luas puncak dan waktu retensi larutan baku standar

No.	Konsentrasi (bpj)	Waktu retensi (menit)	Luas puncak ( $\mu\text{m}^2$ )
1.	0.02	6.13	40231
2.	0.04	6.12	64005
3.	0.06	6.102	83486
4.	0.08	6.093	97566
5.	0.10	6.107	129609

Dari kurva baku diperoleh persamaan linier sebagai berikut:

$$Y = 19284.3 + 1061585 X$$

$$r = 0.9926$$

Tabel II. Hasil pengukuran luas puncak dan waktu retensi contoh buah anggur

No.	Kode Contoh	Waktu Retensi (menit)	Luas puncak ( $\mu\text{m}^2$ )	Konsentrasi residu (bpj)
1.	Anggur A <sub>1</sub>	6,137	43607	0,023
2.	Anggur A <sub>2</sub>	6,113	73464	0,051
3.	Anggur B	6,125	39844	0,019

Keterangan :

A = Anggur impor

B = Anggur lokal

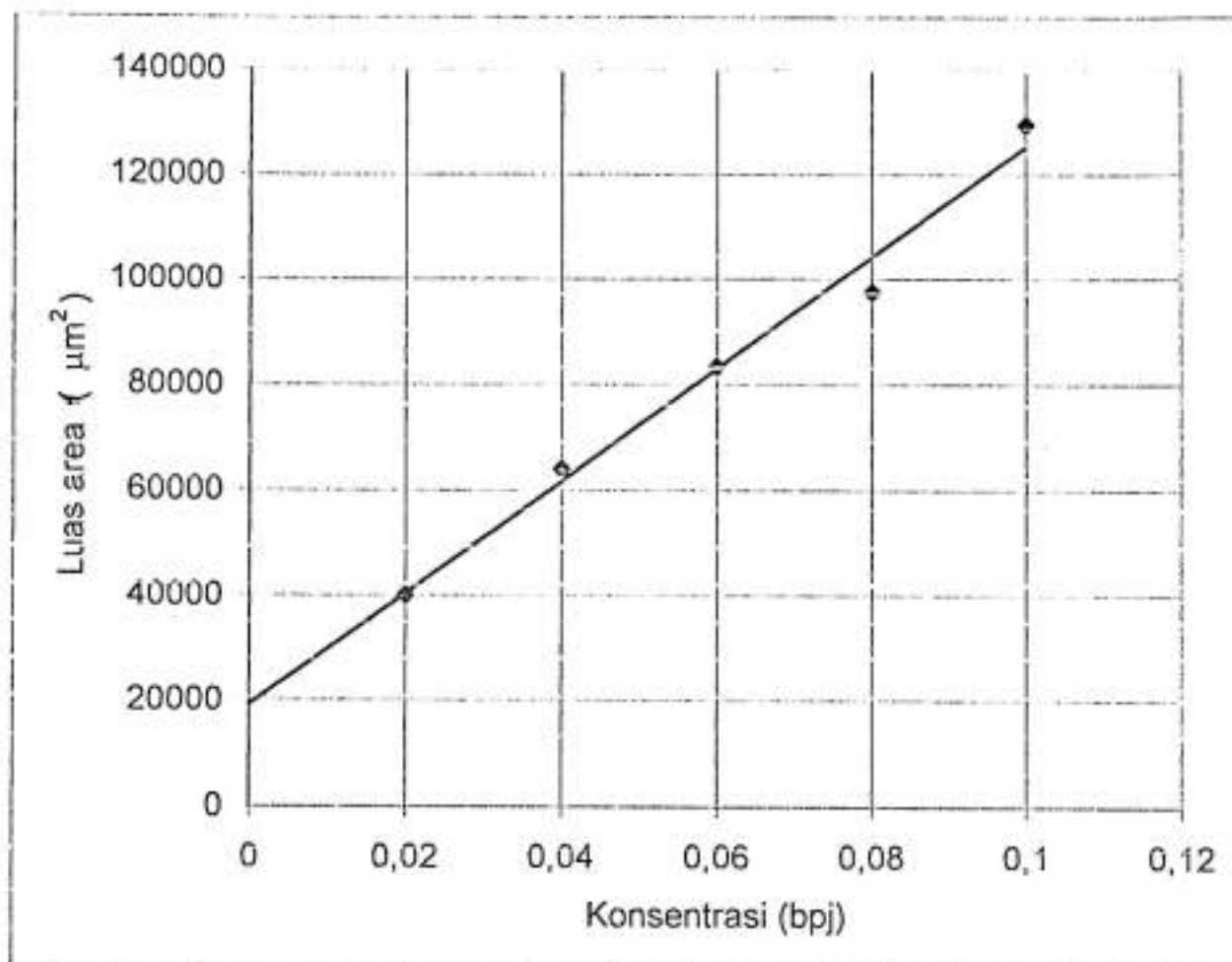
Tabel III. Hasil perhitungan kadar residu pestisida lindan pada contoh buah anggur

No.	Kode Contoh	Konsentrasi Residu (mg/kg)	Batas Maksimum Residu (mg/kg)
1.	Anggur A <sub>1</sub>	0,0023	0.5
2.	Anggur A <sub>2</sub>	0,0051	0.5
3.	Anggur B	0,0019	0.5

Keterangan :

A = Anggur impor

B = Anggur lokal

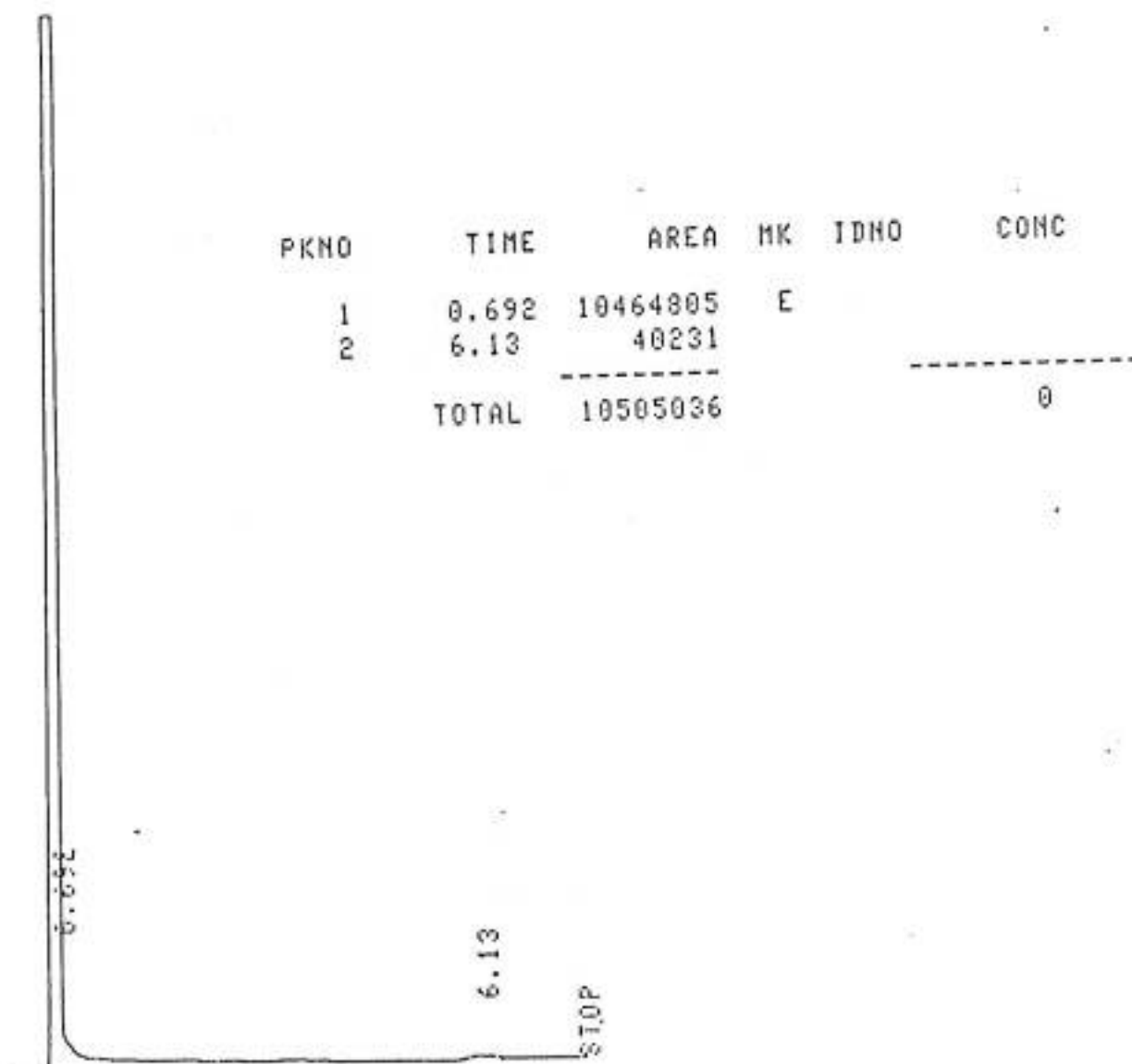


Gambar II. Kurva baku larutan lindan standar

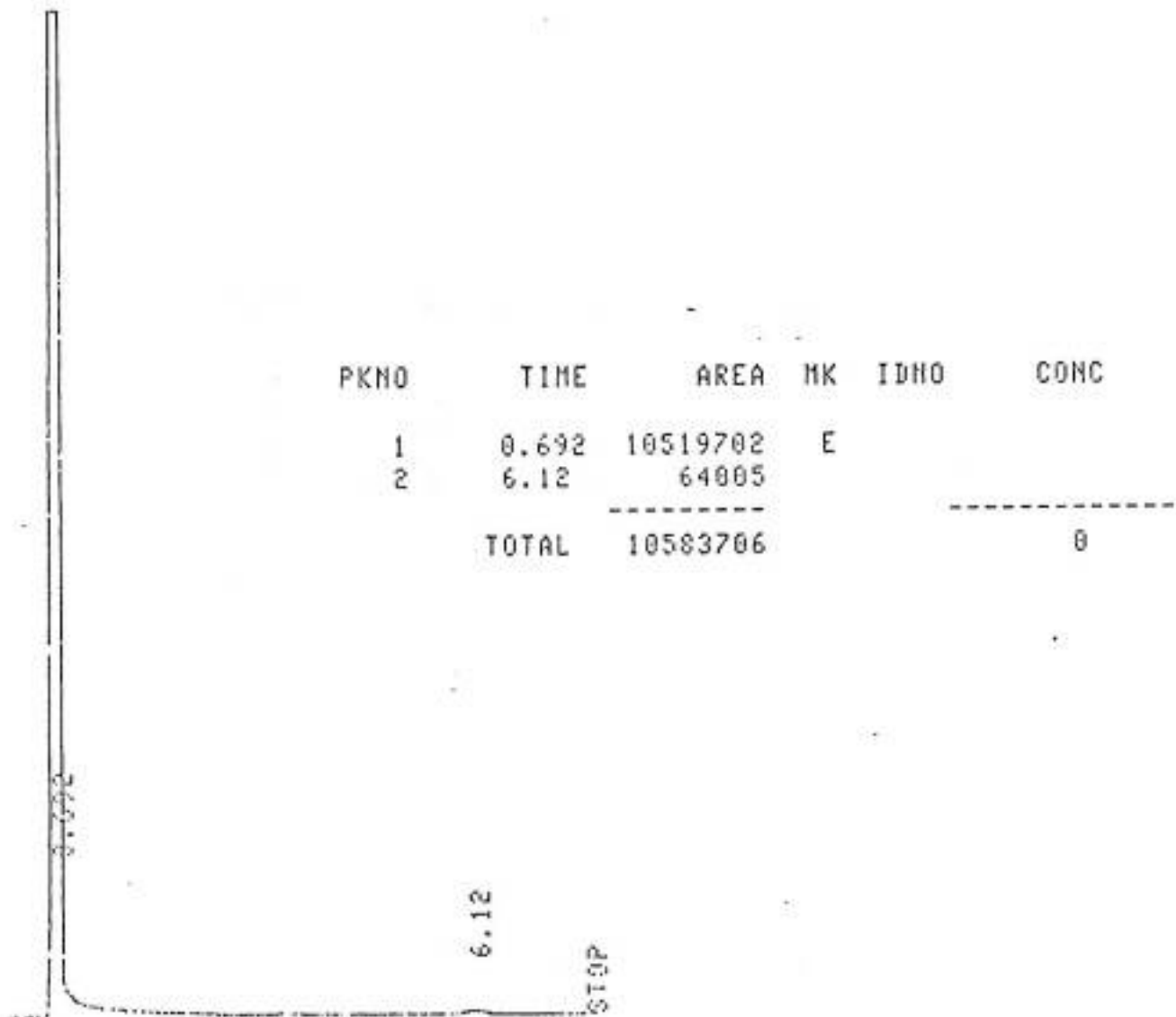
Persamaan linier :  $Y = 19284.3 + 1061585X$

$r = 0.9926$

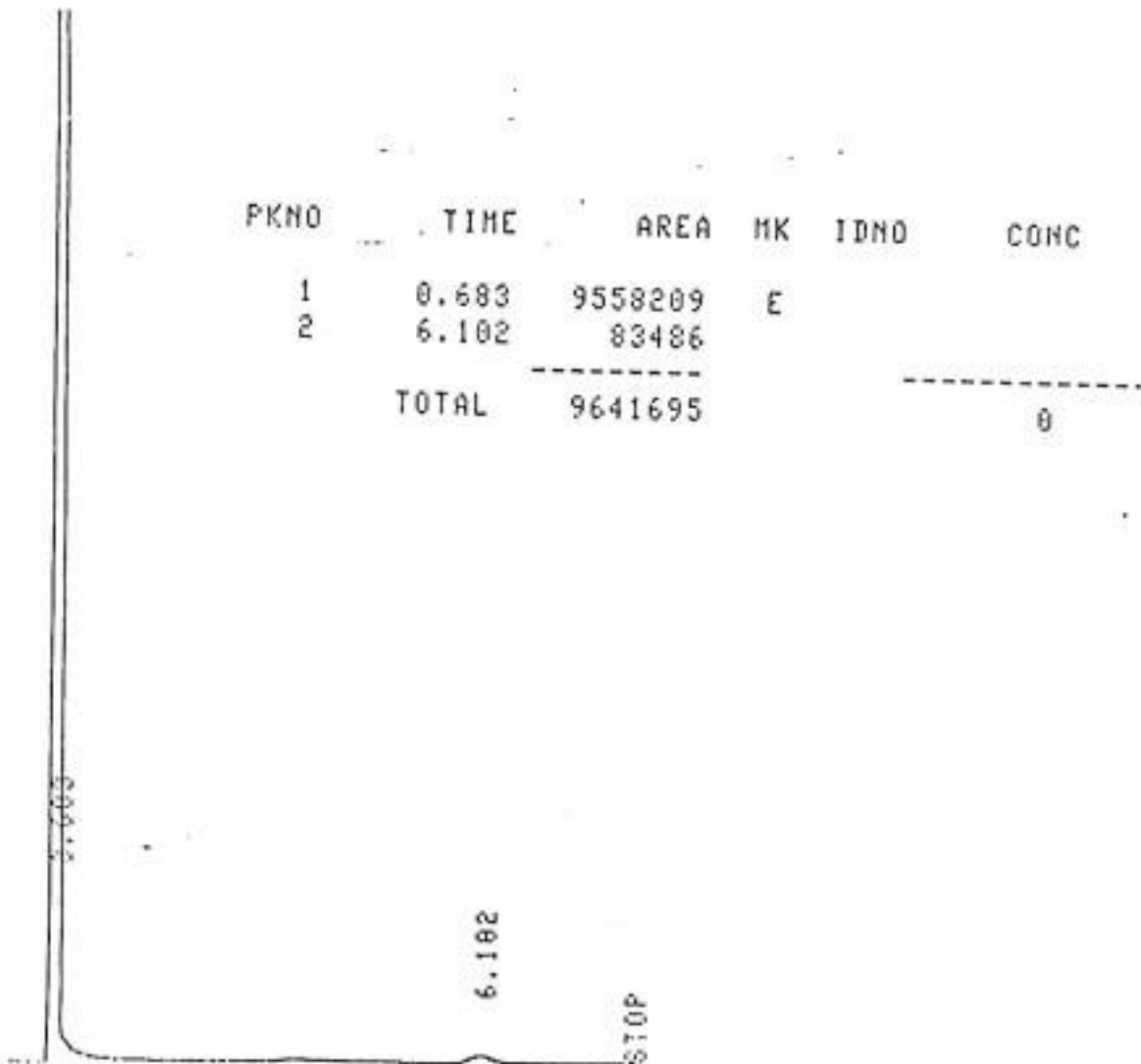




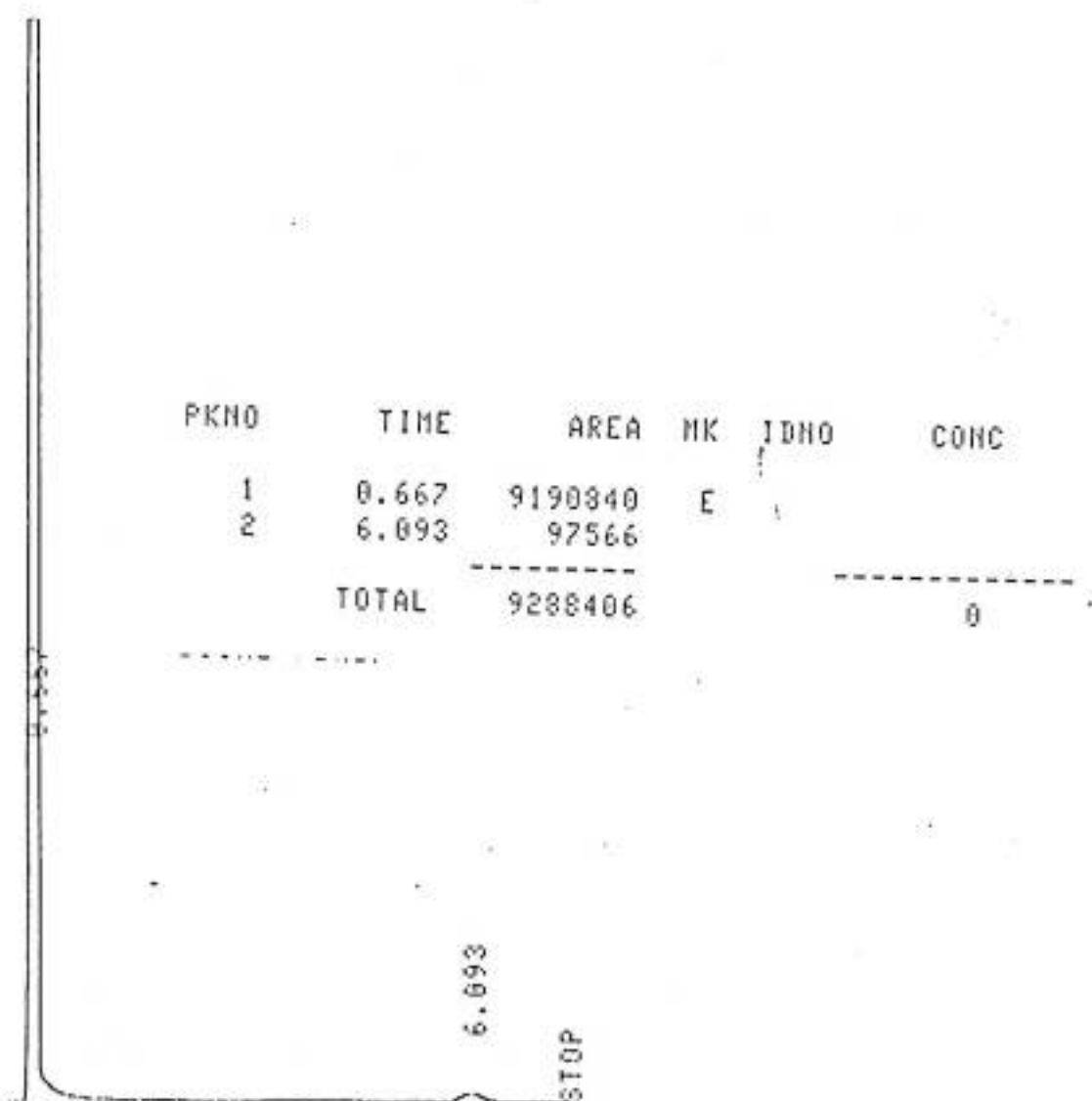
Gambar III. Kromatogram hasil pengukuran lindan standar  
Pada konsentrasi 0.02 bpj



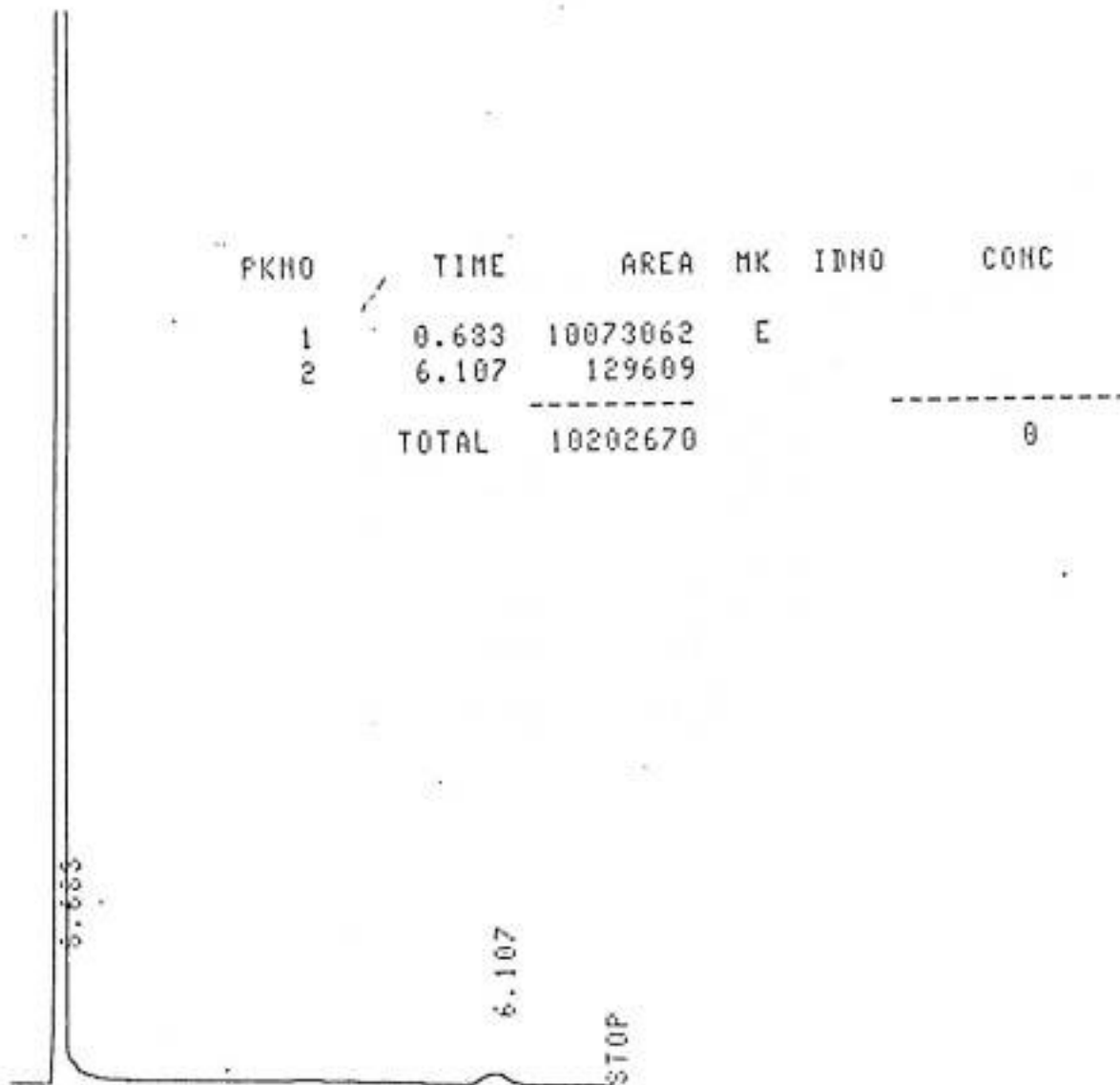
Gambar IV. Kromatogram hasil pengukuran lindan standar  
Pada konsentrasi 0.04 bpj



Gambar V. Kromatogram hasil pengukuran lindan standar  
Pada konsentrasi 0.06 bpj

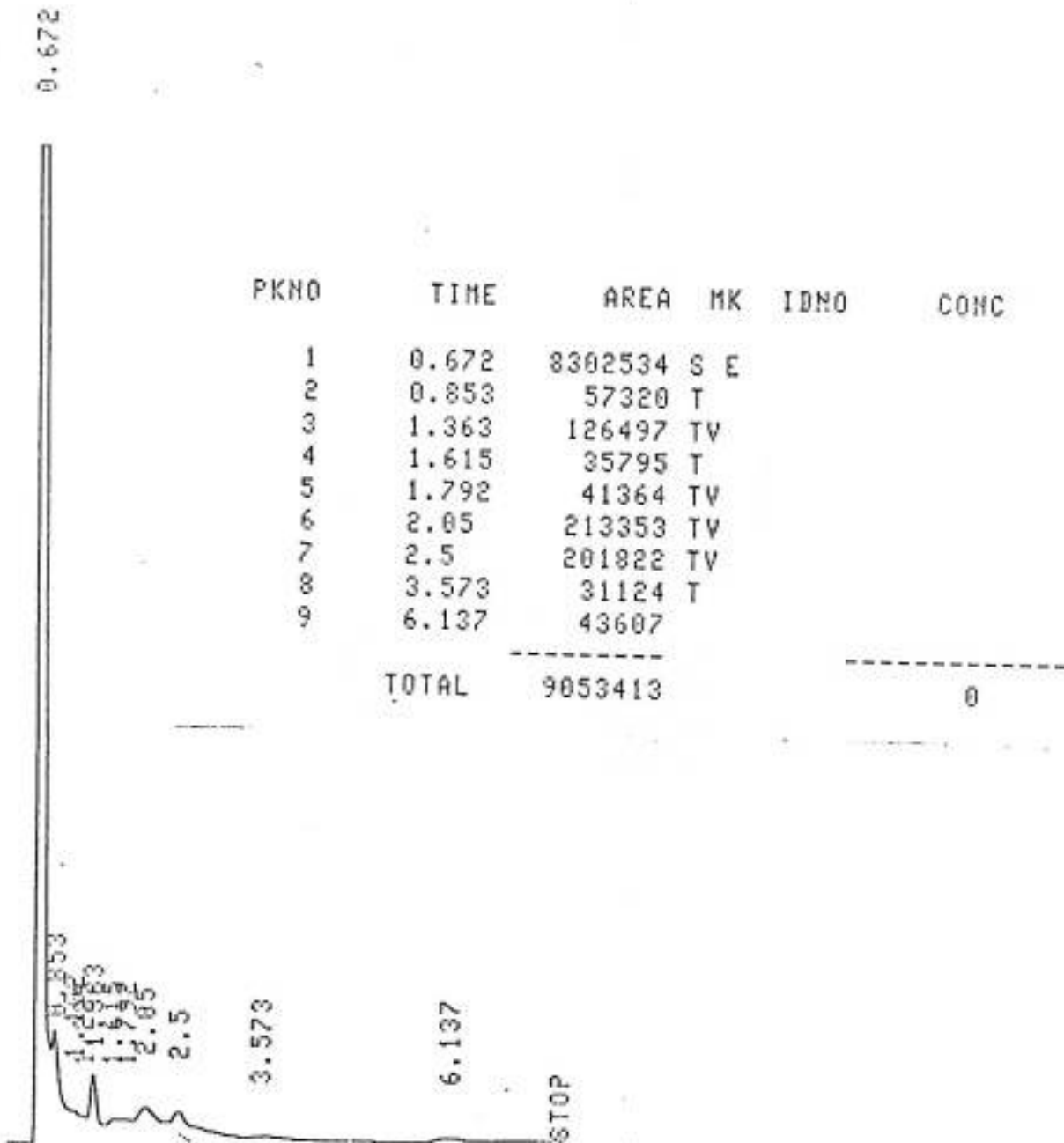


Gambar VI. Kromatogram hasil pengukuran lindan standar  
Pada konsentrasi 0.08 bpj



Gambar VII. Kromatogram hasil pengukuran lindan standar  
Pada konsentrasi 0,10 bpj

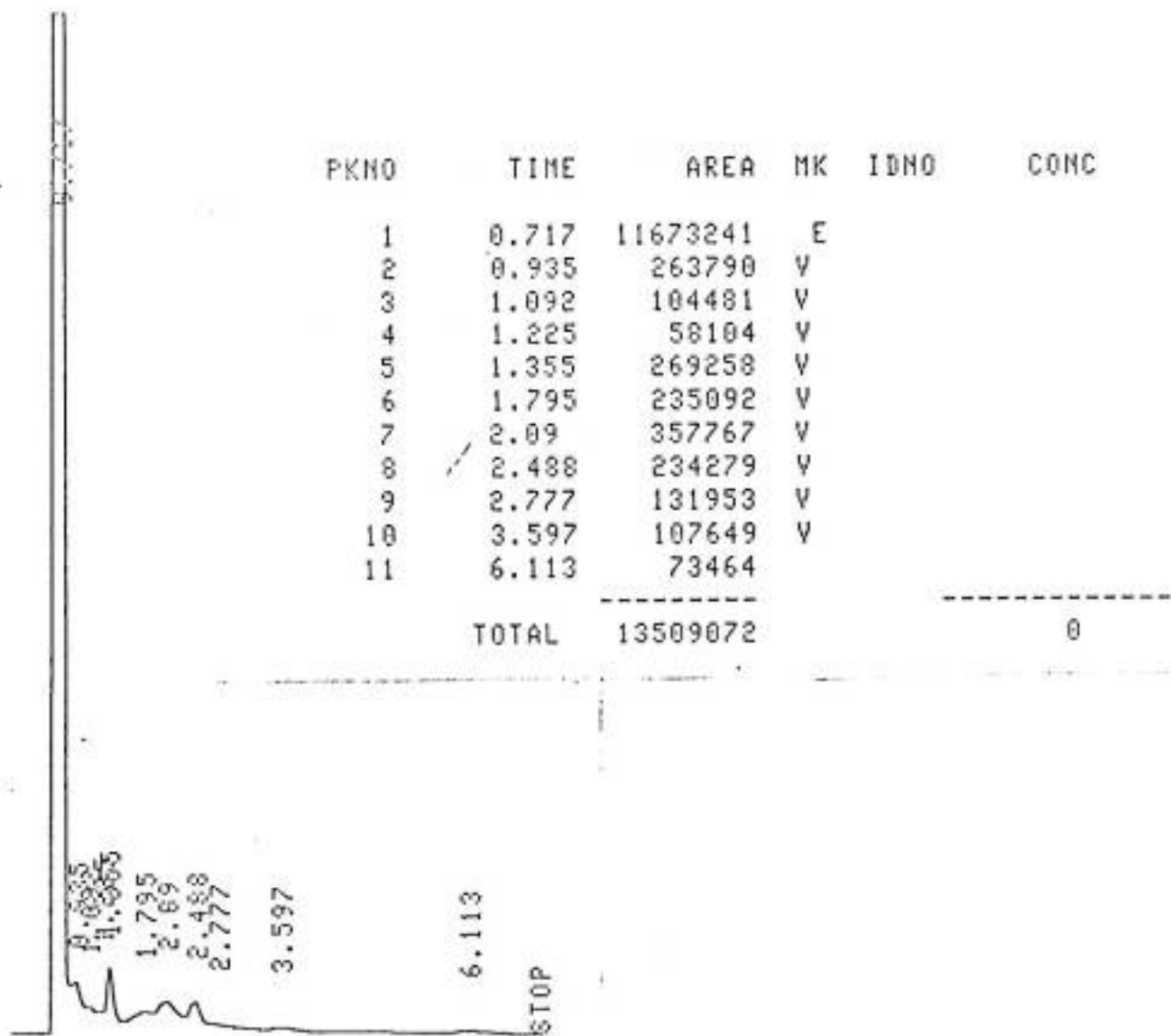
:04112A 072



Gambar VIII. Kromatogram hasil pengukuran contoh buah anggur A<sub>1</sub>

DHIMADZU

221-

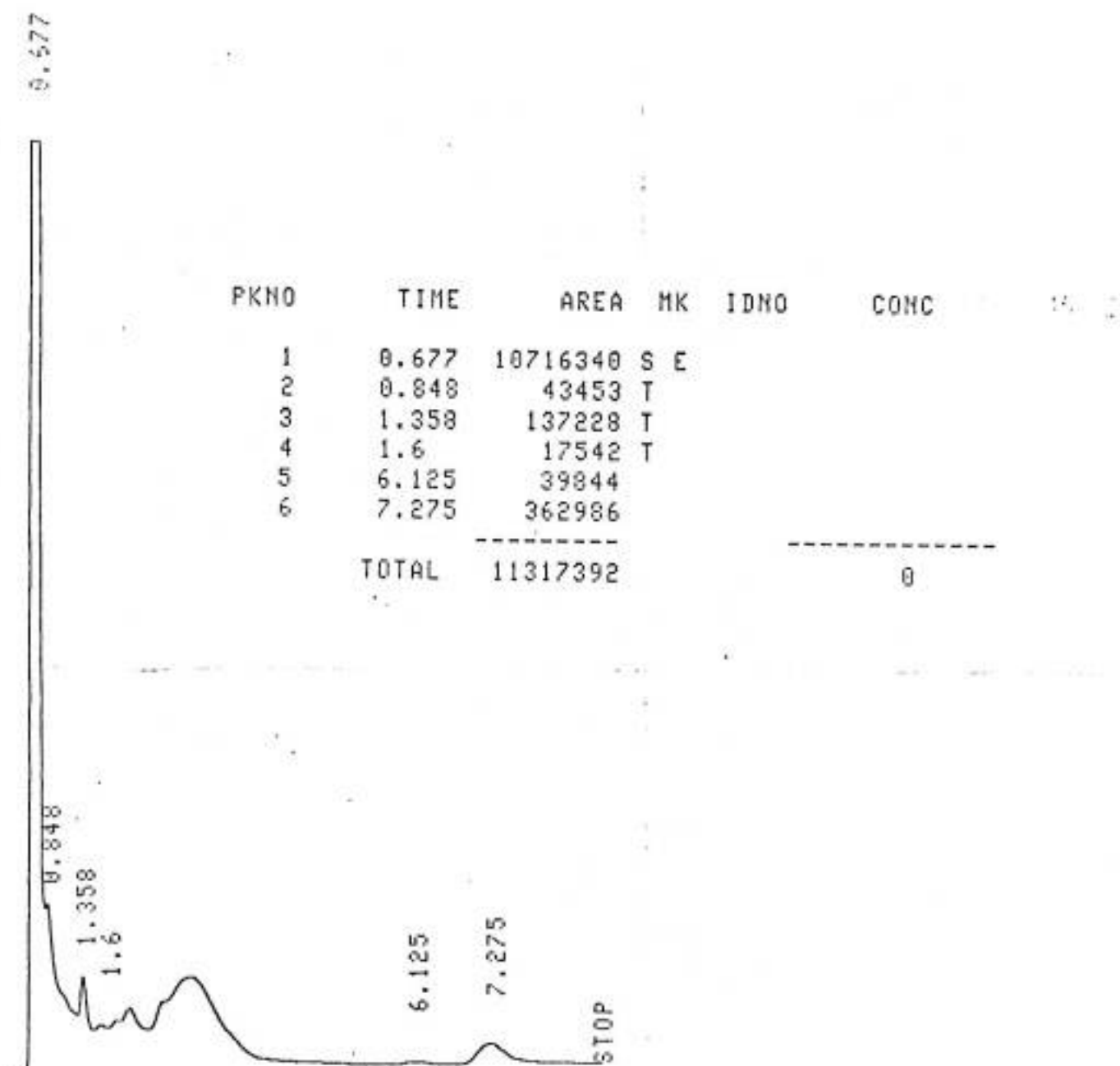


Gambar IX. Kromatogram hasil pengukuran contoh buah  
anggur A<sub>2</sub>

01 15/10/2024

221-25412

20

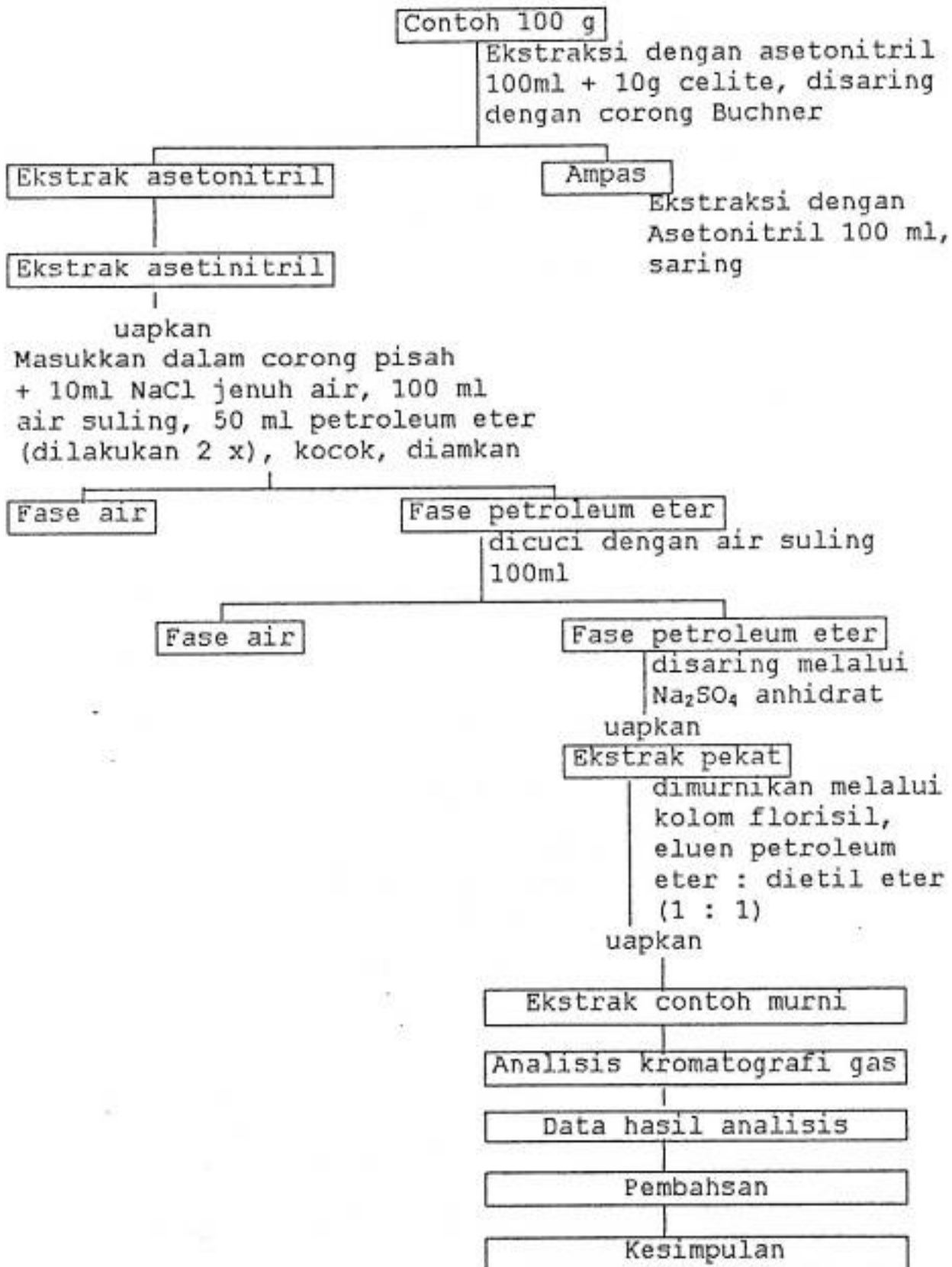


Gambar X. Kromatogram hasil pengukuran contoh buah anggur B



## LAMPIRAN A

### SKEMA KERJA



## LAMPIRAN B

### PERHITUNGAN KONSENTRASI RESIDU

#### PESTISIDA LINDAN (mg/kg)

Perhitungan kadar residu pestisida lindan dalam contoh buah anggur dari persamaan linier  $Y = a + bX$

$X$  = konsentrasi (bpj = ng/ $\mu$ l)

$Y$  = Luas are ( $\mu$ m<sup>2</sup>)

$a$  = perpotongan grafik dengan sumbu  $y$

$b$  = Kemiringan kurva baku

#### 1. Contoh anggur $A_1$

Berat contoh = 100 g

Volume injeksi = 0,5  $\mu$ l

Volume contoh = 5 ml = 5000 $\mu$ l

Bila  $Y$  = 43607, maka

$$X = \frac{43607 - 19284,3}{1061585}$$

$$X = 0,0229 \text{ bpj}$$

$$\Rightarrow \frac{0229 \times 5000 \times 10^{-6} \text{ mg}}{0,5 \times 100 \times 10^{-3} \text{ kg}} \\ = 0,00229 \text{ mg/kg}$$

2. Contoh anggur A<sub>2</sub>

Berat contoh = 100 g

Volume contoh = 5 ml = 5000  $\mu$ l

Volume injeksi = 0,5  $\mu$ l

Bila Y = 73464, maka

$$X = \frac{73464 - 19284,3}{1061585}$$

$$= 0,0510 \text{ bpj}$$

$$\Rightarrow \frac{0,0510 \times 5000 \times 10^{-6} \text{ mg}}{0,5 \times 100 \times 10^{-3} \text{ kg}}$$

$$= 0,00510 \text{ mg/kg}$$

## 3. Contoh anggur B

Berat contoh = 100 g

Volume contoh = 5 ml = 5000  $\mu$ l

Volume injeksi = 0,5  $\mu$ l

Bila Y = 39844, maka

$$X = \frac{39844 - 19284,3}{1061585}$$

$$X = 0,0193 \text{ bpj}$$

$$\Rightarrow \frac{0,0193 \times 5000 \times 10^{-6} \text{ mg}}{0,5 \times 100 \times 10^{-3} \text{ kg}}$$

$$= 0,00193 \text{ mg/kg}$$