

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **A. Metode Penelitian Dengan Kajian Artikel**

Penelitian ini dilakukan dengan metode kajian artikel dengan melakukan kajian dengan mencari kesamaan diantara beberapa literatur jurnal dan diambil kesimpulan. Kajian artikel merupakan metode sistematis untuk melakukan identifikasi, evaluasi, dan sintesis terhadap karya-karya hasil penelitian dan hasil pemikiran yang sudah dihasilkan oleh para peneliti dan praktisi sebelumnya. Teknik ini dilakukan dengan mengumpulkan sejumlah referensi seperti buku, artikel, jurnal yang berkaitan dengan masalah dan tujuan penelitian. Referensi-referensi tersebut sudah diakui secara luas atau sudah terindeks. Referensi yang digunakan, yaitu jurnal dicari melalui sebuah aplikasi bernama Publish or Perish melalui situs [www.harzing.com](http://www.harzing.com). Jurnal dicari dengan memasukkan beberapa kata kunci, setelah mendapatkan judul jurnal yang dibutuhkan, dilanjutkan pencarian jurnal ters. Teknik ini dilakukan yang mana bertujuan untuk mencari teori yang relevan dengan permasalahan yang diteliti sebagai bahan rujukan dalam pembahasan hasil penelitian. Dalam analisis kadar pestisida pada sampel makanan dilakukan kajian artikel dari beberapa daerah.

Tahapan dalam melakukan kajian artikel adalah sebagai berikut :

- a. Mencari jurnal terkait dengan penelitian yang akan dilakukan tentang analisis kadar pestisida pada sampel makanan dari beberapa daerah

- b. Melakukan perbandingan dari jurnal-jurnal penelitian sebelumnya dengan mengacu pada simpulan umum pada masing-masing jurnal tanpa melakukan analisis statistik atau analisis mendalam pada data dan hasil penelitian
- c. Menyimpulkan hasil perbandingan jurnal sesuai dengan tujuan penelitian.

**B. Informasi Jurnal dan Jenis Artikel**

Penelitian ini menggunakan 5 jurnal sebagai acuan data yang akan digunakan sebagai dasar penyusunan hasil dan pembahasan yang akan di analisa. Jurnal yang digunaka antara lain dua jurnal internasional dan 3 jurnal nasional yang masing-masing sudah terindeks Sinta. Jurnal yang digunakan merupakan penelitian eksperimental yang sejenis. Berikut data dari artikel yang digunakan :

**Tabel 3.1 Data Jurnal yang Digunakan**

<b>Jurnal 1 (Internasional)</b>	
Nama Jurnal	<i>Agriculture</i>
Judul	<i>Estimation of Pesticide Residues in Selected Products of Plant Origin from Poland with the Use of the HPLC-MS/MS Technique</i>
Tahun; Volume (No); Halaman	2020; 10(192); 1-20
H-Index	9
Impact factor	2.925
Quartil	Q2
Sjr	0.53
<b>Jurnal 2 (Internasional)</b>	
Nama Jurnal	<i>Food Science and Technology Letters</i>

**Lanjutan Tabel 3.1 Data Jurnal yang Digunakan**

Judul	<i>Monitoring of Pesticide Residues in Vegetables Collected from Markets of Sindh, Pakistan</i>
Tahun; Volume (No): Halaman	2013; 4(1): 41-45
H-Index	4.20
Impact factor	
Quartil	
<b>Jurnal 3 (Nasional)</b>	
Nama Jurnal	<i>Fullerene Journal of Chemistry</i>
Judul	Analisis Residu Pestisida dalam Tomat, Cabai Rawit dan Wortel dari Beberapa Pasar Tradisional di Sulawesi Utara
Tahun; Volume (No): Halaman	2018; 3(2): 63-69
Sinta	S4
H-Index	4
<b>Jurnal 4 (Nasional)</b>	
Nama Jurnal	Eksakta
Judul	Analisi Residu Klorpirifos dalam Sayuran Kubis Dengan metode HPLC di Beberapa Pasar Tradisional di Sulawesi Utara
Tahun; Volume (No): Halaman	2017; 18(2): 77-85
Sinta	S3
H-Index	20
<b>Jurnal 5 (Nasional)</b>	
Nama Jurnal	Jurnal Kimia Mulawarman
Judul	Analisis Residu Kloropirifos dalam Sayur-Sayuran dengan Teknik <i>High Performance Liquid Chromatography</i> (HPLC)
Tahun; Volume (No): Halaman	2016; 13(2): 57-63
Sinta	S4
H-Index	12

### C. Isi Artikel

Paparan isi dari artikel yang akan di telaah :

a. Jurnal Pertama

Judul Artikel : *Estimation of Pesticide Residues in Selected Products of Plant Origin from Poland with the Use of the HPLC-MS/MS Technique*

Nama Artikel : *Agriculture*

Penerbit : *University of Life Sciences in Lublin*

Volume dan Halaman : 10(192) hal 1-20

Tahun Terbit : 2020

Penulis Artikel : Grazyna Kowalska, Ursula Pankiewicz, Radoslaw Kowalski

Isi Artikel

Tujuan Penelitian : Untuk membandingkan kandungan residu pestisida di produk tanaman yang belum diproses dari ladang yang terletak di bagian Polandia Timur

Metode

1. Desain : Eksperimental

2. Populasi dan Sampel : Produk tanaman yang belum diolah yang dikumpulkan secara acak dari

ladang yang terletak di bagian  
Polandia Timur

3. Instrumen : System HPLC Shimadzu  
Prominence / 20 series, AB SCIEX  
4000 sistem QTRAP, Agilent kolom  
ZORBAX eclipse XDB C18 (4,6 ×  
100 mm × 5 m) dengan injeksi 10  
µL

4. Metode Analisis :

Analisis dengan metode HPLC MS/MS dengan sampel produk tanaman yang belum diolah yang dikumpulkan secara acak. Sebanyak 3 kg bahan dicampur dan diambil 100 g untuk dihomogenkan. Homogenisat yang diperoleh dipindahkan ke dalam tabung reaksi 50ml. Kemudian ditambahkan 10 ml asetonitril dan 100 µl trifenilfosfat standar ke dalam homogenisat. Tabung reaksi dikocok kuat selama 1 menit. Selanjutnya, dicampur dengan garam QuEChers Mix I, tabung dikocok kembali selama 1 menit dan disentrifugasi selama 5 menit. Ekstrak yang diperoleh dimurnikan dengan ditambahkan campuran garam QuEChers Mix II, untuk sampel yang mengandung klorofil dicampur dengan QuEChers Mix III, lalu tabung dikocok selama 1 menit dan disentrifugasi selama 5 menit. Analisis HPLC MS/MS menggunakan sistem HPLC

Shimadzu Prominence/20 series dan AB SCIEX 4000 sistem QTRAP dengan sumber Turbo V. Dengan kolom pada temperatur 40 °C. Fase gerak yang digunakan yaitu air mengandung 5 mM amonium asetat untuk eluen A dan metanol mengandung 5 mM amonium asetat untuk eluen B. Kecepatan alir 0,5 ml/menit dan volume injeksi 15 ml.

5. Hasil Penelitian :

**Tabel 3.2 Hasil Analisis Residu Pestisida dalam Sampel**

	Jumlah Sampel						
	Sayuran	Buah-buahan	Herbal	Rempah-rempah	Jus buah dan sayur	Sereal	Total
Sampel dianalisis	20	27	85	21	4	3	160
Tidak ditemukan residu	12	8	40	12	2	3	77
Residu yang ditemukan < BMR	8	19	45	9	2	0	83
Residu yang ditemukan > BMR	0	0	0	0	0	0	0

Analisis menunjukkan bahwa diantara 160 sampel yang dianalisis, residu pestisida terdeteksi di 83 sampel, sedangkan di 77 sampel tidak ada residu pestisida yang ditemukan. Tingkat residu pestisida yang teridentifikasi pada setiap sampel tidak melebihi dari Batas Maksimum Residu. Dari 160 sampel yang

digunakan dibagi dalam beberapa jenis sampel, yaitu rempah-rempah, buah-buahan, sayuran, serta jus buah dan sayur. Dari 83 sampel yang terkonfirmasi mengandung residu pestisida, 5 diantaranya merupakan sampel sayuran dengan residu pestisida golongan insektisida.

**Tabel 3.3 Konsentrasi Residu Pestisida pada Sampel Sayuran**

<b>Produk makanan</b>	<b>Residu Pestisida</b>	<b>BMR (mg/kg)</b>	<b>LOQ (mg/kg)</b>	<b>Konsentrasi (mg/kg)</b>
Wortel	Klorpirifos	0,1	0,002	0,013
Brokoli	Klorpirifos	0,05	0,002	0,200
Kucai	Imidaklopid	2,0	0,005	0,009
Dill	Klorpirifos	5,0	0,002	0,019
Akar Parsley	Klorpirifos	0,05	0,002	0,220

Pada sampel brokoli dan akar parsley, kadar residu klorpirifos yang terkonfirmasi melebihi dari BMR. Jenis pestisida yang paling sering teridentifikasi yaitu golongan fungisida (47.5%), insektisida (32.5%), herbisida (15%), karbamat (2.5%), pestisida organofosfat (2.5%). Jenis pestisida dari golongan insektisida yang terkonfirmasi pada sampel sayuran, yaitu klorpirifos dan imidaklopid.

6. Kesimpulan dan Saran : Studi di bidang analisi residu pestisida sangat penting dalam menentukan kualitas bahan

makanan. Pemantauan kandungan residu pestisida tetap dilakukan untuk mengurangi resiko terhadap kesehatan dan kehidupan konsumen.

b. Jurnal Kedua

Judul Artikel : *Monitoring of Pesticide Residues in Vegetables Collected from Markets of Sindh, Pakistan*

Nama Artikel : *Food Science and Technology Letters*

Penerbit : *Sindh Agriculture University, Bioinfo Publications*

Volume dan Halaman : 4(1) hal 41-45

Tahun Terbit : 2013

Penulis Artikel : Sheikh S.A, Nizamani S.M, Panhwar A.A, Mirani B.N

Isi Artikel

Tujuan Penelitian : Untuk menilai penilaian residu pada sampel sayuran yang dikumpulkan dari pasar lokal Sindh Selatan

Metode

1. Desain : Eksperimental



2. Populasi dan Sampel : 13 macam sayuran berbeda dipilih untuk dianalisis, masing-masing sayuran dikumpulkan 20 sampel dari berbagai toko sayuran di ibukota Jamshoro dan Tando Mohammad Khan
3. Instrumen : Agilentt (6890N) dilengkapi dengan model 7673 *auto-sampler* *Mass Spectroscopy* (GC/MS), kolom kapiler agilent DB-1 (30 m × 0,25 mm dengan film 0,1 m), KCKT digabungkan dengan detektor ultra violet, Kolom Supelco LC-18 (250 mm × 4,6 mm ID, 5 μm),
4. Metode Analisis : 13 macam sayuran berbeda dipilih untuk dianalisis, masing-masing dari sayuran dikumpulkan 20 sampel dari berbagai toko sayuran. Proses ekstraksi dilakukan dengan sampel dihomogenisasi dengan homogeniser dengan menambahkan 1 g natrium sulfat, 20 ml asetonitril, dan 1 g campuran garam. Sampel yang sudah homogen dipindahkan ke tabung 50 ml, lalu dikocok kuat selama 3 menit dan disentrifugasi selama 5 menit. Supernatan sebanyak 5ml dipindahkan ke tabung PTFE 15 ml yang telah ditambahkan 750

mg MgSO<sub>4</sub> dan 250 mg PSA. Ekstrak dikocok dengan vortex mixer selama 1 menit dan disentrifugasi selama 5 menit. Supernatan kemudian disaring dengan filter PTFE 0,45 mm dan dipindahkan ke botol 10ml dan disegel untuk kuantitatif menggunakan kromatografi gas yang dilengkapi dengan spektrometri massa. HPLC-UV digunakan untuk penentuan residu.

5. Hasil Penelitian :

**Tabel 3.4 Residu Pestisida dalam Sayuran Organik**

Pestisida	Parameter	Selada	<i>Fenugreek</i>	Labu Botol	Kacang Polong	Kacang Tandan	Bayam
Klorpirifos	Residu yang ditemukan	TT	TT	0.005	0.01	TT	0.003
	BMR (ppm)	TT	TT	0.01	0.05	TT	0.01
	% + ve (% violate)	TT	TT	40-TT	30-TT	TT	25-TT
	Max-min	TT	TT	0.008-TT	0.045-TT	TT	0.007-TT
Endosulfan	Residu yang ditemukan	0.05	0.13	0.07	0.09	0.04	1.02
	mrl (ppm)	1	0.5	0.5	0.5	0.5	2
	% + ve (% violate)	10-TT	25-TT	35-TT	25-TT	15-TT	55-TT
	Max-min	0.1-TT	0.22-TT	0.13-TT	0.17-TT	0.05-TT	1.28-TT
Imidakloprid	Residu yang ditemukan	0.11	0.06	0.21	0.13	0.31	0.65
	mrl (ppm)	3	5	1	3	3	15
	% + ve (% violate)	35-TT	35-TT	30-TT	25-TT	20-TT	35-TT
	Max-min	0.51-TT	0.19-TT	0.49-TT	0.34-TT	0.8-TT	1.2-TT
Bifentrin	Residu yang ditemukan	0.2	0.013	0.05	0.01	0.01	0.07
	mrl (ppm)	3	2	0.4	0.05	0.2	0.2
	% + ve (% violate)	30-TT	30-TT	35-TT	20-TT	10-TT	35-TT
	Max-min	0.45-TT	0.42-TT	0.15-TT	0.04-TT	0.03-TT	0.13-TT

**Tabel 3.5 Residu Pestisida dalam Sayuran Non-Organik**

Pestisida	Parameter	Okra	Labu Pahit	Brinjal	Tomat	Bawang Bombai	Kembang Kol	Cabai
Klorpirifos	Residu yang ditemukan	0.09	TT	TT	TT	TT	0.04	TT
	mrl (ppm)	0.1	TT	TT	TT	TT	0.05	TT
	% + ve (% violate)	60 (25)	TT	TT	TT	TT	25 (10)	TT
	Max-min	0.13-TT	TT	TT	TT	TT	0.06-TT	TT
Profenos	Residu yang ditemukan	TT	TT	TT	TT	0.046	TT	TT
	mrl (ppm)	TT	TT	TT	TT	0.05	TT	TT
	% + ve (% violate)	TT	TT	TT	TT	20 (10)	TT	TT
	Max-min	TT	TT	TT	TT	0.07-TT	TT	TT
Endosulfan	Residu yang ditemukan	0.93	0.28	0.33	0.35	0.17	0.25	0.22
	mrl (ppm)	1	0.5	0.5	0.5	0.2	0.5	0.5
	% + ve (% violate)	55 (25)	35 (15)	40 (15)	25 (10)	35 (10)	35 (15)	45 (15)
	Max-min	1.5-TT	0.57-TT	0.59-TT	0.68-TT	0.42-TT	0.53-TT	0.57-TT
Imidakloprid	Residu yang ditemukan	0.29	0.38	0.74	0.82	0.15	0.25	TT
	mrl (ppm)	0.5	1	2	2	0.2	0.4	TT
	% + ve (% violate)	35 (25)	45 (20)	30 (15)	40 (10)	35 (10)	45 (15)	TT
	Max-min	0.74-TT	1.32-TT	2.65-TT	2.12-TT	0.5-TT	0.55-TT	TT
Emamektin benzoat	Residu yang ditemukan	TT	0.06	0.04	TT	TT	0.1	0.07
	mrl (ppm)	TT	0.1	0.1	TT	TT	0.5	0.2
	% + ve (% violate)	TT	35 (10)	15-TT	TT	TT	30 (10)	25 (5)
	Max-min	TT	0.14-TT	0.07-TT	TT	TT	0.92-TT	0.28-TT
Lufenuron	Residu yang ditemukan	TT	TT	TT	TT	TT	TT	0.37
	mrl (ppm)	TT	TT	TT	TT	TT	TT	0.5
	% + ve (% violate)	TT	TT	TT	TT	TT	TT	35 (10)
	Max-min	TT	TT	TT	TT	TT	TT	0.67-TT
Bifentrin	Residu yang ditemukan	0.031	TT	TT	0.26	TT	TT	TT
	mrl (ppm)	0.04	TT	TT	0.5	TT	TT	TT
	% + ve (% violate)	35 (25)	TT	TT	30 (15)	TT	TT	TT
	Max-min	0.098-TT	TT	TT	0.66-TT	TT	TT	TT
Diafentiuron	Residu yang ditemukan	TT	0.015	0.017	0.008	TT	TT	TT
	mrl (ppm)	TT	0.02	0.02	0.01	TT	TT	TT
	% + ve (% violate)	TT	56 (30)	45 (35)	10 (10)	TT	TT	TT
	Max-min	TT	0.05-TT	0.03-TT	0.03-TT	TT	TT	TT
Sipermetrin	Residu yang ditemukan	TT	0.22	TT	TT	TT	0.58	0.29
	mrl (ppm)	TT	0.5	TT	TT	TT	1	0.5
	% + ve (% violate)	TT	30-TT	TT	TT	TT	25 (10)	35 (20)
	Max-min	TT	0.08-TT	TT	TT	TT	1.67-TT	0.94-TT

TT = Tak Terdeteksi

Untuk setiap pestisida baris pertama menunjukkan residu terdeteksi dalam ppm, baris kedua menunjukkan BMR, baris ketiga menunjukkan persentase sampel yang ditemukan positif, baris keempat menunjukkan persen sampel yang melanggar MRL.

Pada tabel 3.3 untuk sayuran yang ditanam secara organik ditemukan residu yang kemungkinan disebabkan oleh sayuran dicuci dengan air yang sama dengan yang digunakan untuk mencuci sayuran yang disemprotkan banyak pestisida. Selain itu, adanya residu pestisida pada sayuran juga bisa disebabkan karena sayuran tumbuh di tanah yang terkontaminasi dari tanaman sebelumnya. Namun dari data pada tabel 3.3 hasil dari analisis residu pestisida pada sayuran organik tidak melebihi BMR. Sehingga sayuran aman dan layak untuk dikonsumsi oleh manusia.

Pada tabel 3.4 menunjukkan bahwa pestisida jenis klorpirifos, profenofos, endosulfan, imidakloprid, emamektin benzoat, lufenuron, bifentrin, diafentiuron, dan sipermetrin, paling sering digunakan pada sayuran, telah terdeteksi dan sebagian besar ditemukan dengan residu diatas BMR. Pada sampel okra, 25% sampel mengandung residu klorpirifos 0,13 ppm dengan BMR 0,1 ppm; 25% sampel mengandung residu endosulfan 1,5 ppm dengan BMR 1 ppm; 25% sampel mengandung residu imidakloprid 0,74 dengan BMR 0,5 ppm; 25% sampel mengandung residu bifentrin 0,098 ppm dengan BMR 0,04. Pada sampel pare, 15% sampel mengandung residu endosulfan 0,57

ppm dengan BMR 0,5 ppm; 20% sampel mengandung residu imidakloprid 1,32 ppm dengan BMR 1 ppm; 10% sampel mengandung residu emamektin benzoat 0,14 ppm dengan BMR 0,1 ppm; 25% sampel mengandung residu diafenthiuron 0,05 ppm dengan BMR 0,02 ppm.

Demikian pada sampel brinjal, sebanyak 15% sampel mengandung residu endosulfan 0,59 ppm dengan BMR 0,5 ppm; 15% sampel mengandung residu imidakloprid 2,65 ppm dengan BMR 2 ppm; 35% sampel mengandung residu diafenthiuron 0,03 ppm dengan BMR 0,02 ppm. Sebanyak 25% sampel tomat mengandung residu endosulfan 0,59 ppm dengan BMR 0,5 ppm; 10% sampel mengandung residu imidakloprid 2,12 ppm dengan BMR 2 ppm; 15% sampel mengandung residu bifenthrin 0,66 ppm dengan BMR 0,5 ppm; 10% sampel mengandung residu diafenthiuron 0,03 ppm dengan BMR 0,01 ppm. Pada sampel bawang, sebanyak 10% sampel mengandung residu profenofos 0,07 ppm dengan BMR 0,05 ppm; 10% sampel mengandung residu endosulfan 0,42 ppm dengan BMR 0,2 ppm; 10% sampel mengandung residu imidakloprid 0,5 ppm dengan BMR 0,2 ppm. Pada sampel kembang kol, sebanyak 10% sampel mengandung residu klorpirifos 0,06 ppm dengan BMR 0,05 ppm; 15% sampel mengandung residu endosulfan 0,53 ppm dengan BMR 0,5 ppm; 15% sampel mengandung residu imidakloprid 0,55 ppm dengan BMR 0,4 ppm; 10% sampel mengandung residu

emamektin benzoat 0,92 ppm dengan BMR 0,5 ppm; 10% sampel mengandung reisu cypermethrin 1,67 ppm dengan BMR 1 ppm. Sebanyak 15% sampel cabai mengandung residu endosulfan 0,57 ppm dengan BMR 0,5 ppm; 5% sampel mengandung residu emamektin benzoat 0,28 ppm dengan BMR 0,2 ppm; 10% sampel mengandung residu lufenuron 0,67 ppm dengan BMR 0,5 ppm; 20% sampel mengandung residu cypermethrin 0,94 ppm dengan BMR 0,5 ppm.

Pestisida banyak digunakan untuk meningkatkan produktivitas pertanian dan karenanya merupakan komponen penting dalam pertanian modern. Berdasarkan sampel yang telah dianalisis tercatat bahwa pestisida golongan organoklorin, organofosfat, nikotinoit, dan piretroid paling banyak ditemukan dan sering digunakan di Sindh. Penggunaan pestisida endosulfan telah dilarang dikarenakan bersifat toksik, namun masih dimanfaatkan oleh petani Sindh. Pelanggaran batas maksimum residu juga ditemukan pada sebagian besar sampel. Tingkat residu yang tinggi menunjukkan bahwa sebagian besar sayuran tidak layak dikonsumsi oleh manusia.

6. Kesimpulan dan Saran : Penggunaan pestisida di Sindh sangat umum dilakukan, pada sayuran ditemukan adanya residu pestisida diatas batas maksimum residu. Sebelum digunakan sebaiknya sayuran dicuci dengan air yang

mengalir untuk mengurangi kontaminasi pestisida.

c. Jurnal Ketiga

Judul Artikel : Analisis Residu Pestisida dalam Tomat, Cabai Rawit dan Wortel dari Beberapa Pasar Tradisional di Sulawesi Utara

Nama Artikel : *Fullerene Journal of Chemistry*

Penerbit : Fakultas MIPA, Universitas Negeri Manado

Volume dan Halaman : 3(2) hal 63-69

Tahun Terbit : 2018

Penulis Artikel : Abdon Saiya, Dokri Gumolung, Joice Dorsila Susana Caroles

Isi Artikel

Tujuan Penelitian : Untuk menganalisis residu pestisida dalam tomat, cabai rawit, dan wortel dengan metode HPLC.

Metode

1. Desain : Eksperimental

2. Populasi dan Sampel : Sampel buah tomat, cabai rawit, dan wortel yang diambil dari Pasar

Bersehati Tomohon, Pasar Karombasan Manado, dan Pasar Kawangkoan Minahasa

3. Instrumen : Seperangkat alat HPLC (Agilent 1260 Infinity Binary LC) yang dilengkapi dengan detektor DAD, utosampler, dan kolom Zorbax Eclipse Plus C18 (3,5  $\mu\text{m}$ ; 2,1 x 100 mm), Spektrofotometer UV-Vis PerkinElmer Lambda 25, rotavapor, sonikator, neraca analitik, penyaring vakum beserta saringan berpori 0,4 - 0,45  $\mu\text{m}$ , blender, corong pisah dengan tutup, penangas air, pompa vakum, dan alat gelas yang lazim.

4. Metode Analisis :

Terdiri dari penentuan panjang gelombang serapan maksimum klorpirifos, penentuan kondisi optimum HPLC, penentuan kinerja analitik, penetapan kadar klorpirifos dalam sampel.

Penentuan panjang gelombang serapan maksimum klorpirifos ditentukan dengan mengukur serapan larutan baku klorpirifos 10 ppm menggunakan spektrofotometer UV/Vis



Lambda 25. Penentuan kondisi optimum HPLC ditentukan menggunakan kolom Zorbax Eclipse Plus C18 (3,5  $\mu\text{m}$ ; 2,1  $\times$  100 mm) menggunakan detektor DAD pada panjang gelombang 289 nm. Penentuan kondisi optimum HPLC meliputi penentuan komposisi fase gerak, penentuan laju alir fase gerak dan penentuan volume injeksi. Setelah menentukan kondisi optimum HPLC selanjutnya menentukan kinerja analitik yang meliputi penentuan presisi, linearitas dan kurva kalibrasi, serata batas deteksi dan batas kuantitasi.

5. Hasil Penelitian :

a. Panjang Gelombang Serapan Maksimum Klorpirifos

Panjang gelombang serapan maksimum klorpirifos ditentukan dengan mengukur serapan larutan baku klorpirifos 10 mg/L menggunakan spektrofotometer UV/Vis Lambda 25 pada rentang panjang gelombang 190 – 700 nm. Berdasarkan hasil pengukuran diperoleh panjang gelombang serapan maksimum klorpirifos adalah  $\lambda = 289 \text{ nm}$ .

b. Penentuan Kondisi Optimum HPLC

Penentuan kondisi optimum HPLC meliputi pengaruh komposisi fase gerak, pengaruh laju alir fase gerak, pengaruh volume injeksi sampel,

**Tabel 3.6 Pengaruh Komposisi Air:Asetonitril terhadap Waktu Retensi dan Luas Area**

<b>Komposisi Air:Asetonitril</b>	<b>Waktu Retensi (menit)</b>	<b>Luas Area (mAU*s)</b>
50 : 50	6,877	1753,36926
40 : 60	6,724	32,82681
30 : 70	3,055	32,73163
20 : 80	1,797	32,44448
10 : 90	1,184	32,23305
0 : 100	0,999	32,98140

Komposisi fase gerak yang digunakan pada penelitian ini adalah air:asetonitril. Berdasarkan tabel diatas, luas area puncak kromatogram klorpirifos terbesar pada komposisi air:asetonitril dengan komposisi 50:50, namun waktu retensinya lebih lama. Maka komposisi fase gerak air:asetonitril yang digunakan adalah komposisi dengan perbandingan 10:90, karena waktu pengukuran yang singkat dan luas area puncak kromatogram yang cukup baik.

**Tabel 3.7 Pengaruh Laju Alir Fase Gerak terhadap Waktu Retensi dan Luas Area**

<b>Laju Alir Fase Gerak (ml/menit)</b>	<b>Waktu Retensi (menit)</b>	<b>Luas Area (mAU*s)</b>
0,30	1,682	162,69608

**Lanjutan Tabel 3.7 Pengaruh Laju Alir Fase Gerak  
terhadap Waktu Retensi dan Luas Area**

Laju Alir Fase Gerak (ml/menit)	Waktu Retensi (menit)	Luas Area (mAU*s)
0,50	1,006	97,39092
0,70	0,720	72,81155
0,90	0,561	61,86494

Pengukuran laju alir fase gerak dilakukan menggunakan komposisi fase gerak optimum yang telah ditentukan sebelumnya, yaitu pada komposisi air:asetonitril dengan perbandingan 10:90. Berdasarkan tabel diatas, semakin tinggi laju alir fase gerak, semakin singkat waktu retensi dan semakin kecil luas area puncak kromatogram yang dihasilkan. Pada laju alir 0,70 ml/menit merupakan kromatogram terbaik dengan waktu retensi lebih singkat.

**Tabel 3.8 Pengaruh Volume Injeksi Sampel terhadap  
Waktu Retensi dan Luas Area**

Volume Injeksi Sampel ( $\mu\text{L}$ )	Waktu Retensi (menit)	Luas Area (mAU*s)
5,0	1,184	32,23305
10,0	1,008	65,02857
15,0	1,008	97,40105
20,0	1,004	129,75168
25,0	1,001	178,27931
30,0	0,993	210,57770

Dalam penelitian ini digunakan volume injeksi sampel 15  $\mu\text{L}$ , karena menghasilkan kromatogram yang lebih baik.

Berdasarkan penentuan kondisi optimum HPLC yang telah dilakukan didapatkan data sebagai berikut.

**Tabel 3.9 Kondisi Optimum HPLC untuk Penentuan Klorpirifos**

Parameter	Hasil Pengukuran
Kolom	Zorbax Eclipse Plus C18 (3,5 µm; 2,1 × 100 mm)
Detektor	DAD
Panjang gelombang	289 nm
Komposisi fase gerak	Air:asetonitril (10:90)
Laju alir fase gerak	0,70 ml/menit
Volume injeksi sampel	15 µL

c. Penetapan Kadar Klorpirifos dalam Sampel

**Tabel 3.10 Konsentrasi Klorpirifos dalam Tomat, Cabai Rawit, dan Wortel yang Diambil dari Beberapa Pasar Tradisional di Sulawesi Utara**

No	Nama Sampel	Lokasi Sampling	Perlakuan	[Klorpirifos] (mg/kg)
1	Tomat	Pasar Bersehati Tomohon	Dicuci	0.0314
			Tidak dicuci	0.0471
		Pasar Karombasan Manado	Dicuci	0.0146
			Tidak dicuci	0.0594
		Pasar Kawangkoan	Dicuci	Tidak terdeteksi
Tidak dicuci	0.3150			
2	Cabai rawit	Pasar Bersehati Tomohon	Dicuci	0.1459
			Tidak dicuci	0.1875
		Pasar Karombasan Manado	Dicuci	0.1397
			Tidak dicuci	0.1502

**Lanjutan Tabel 3.10 Konsentrasi Klorpirifos dalam  
Tomat, Cabai Rawit, dan Wortel yang Diambil dari  
Beberapa Pasar Tradisional di Sulawesi Utara**

		Pasar Kawangkoan	Dicuci	Tidak terdeteksi
			Tidak dicuci	Tidak terdeteksi
3	Wortel	Pasar Bersehati Tomohon	Dicuci	0.0105
			Tidak dicuci	0.0304
		Pasar Karombasan Manado	Dicuci	-0.0003
			Tidak dicuci	0.0034
		Pasar Kawangkoan	Dicuci	0.0040
			Tidak dicuci	0.0049

Berdasarkan data pada tabel dapat diketahui bahwa pestisida klorpirifos terdeteksi hampir pada semua sampel yang dianalisis, namun kadarnya masih dibawah nilai BMR yang ditetapkan yaitu 1 mg/kg.

6. Kesimpulan dan Saran : Metode HPLC dapat digunakan untuk menentukan kadar residu klorpirifos dalam sampel.

d. Jurnal Keempat

Judul Artikel : Analisis Residu Klorpirifos dalam Sayuran Kubis dengan Metode HPLC di Beberapa Pasar Tradisional di Sulawesi Utara

Nama Artikel : Eksakta

Penerbit : FMIPA, Universitas Negeri  
Manado, halaman 77-85

Volume dan Halaman : 18(2) hal 77-85

Tahun Terbit : 2017

Penulis Artikel : Abdon Saiya, Dokri Gumolung,  
Dian Herlinda Octarina Howan

Isi Artikel

Tujuan Penelitian : Melakukan penentuan kadar residu  
klorpirifos dalam sayur kubis yang  
diambil dari beberapa pasar  
tradisional yang ada di Sulawesi  
Utara menggunakan metode HPLC  
yang telah dioptimasi dan divalidasi  
sebelumnya.

Metode

1. Desain : Eksperimental
2. Populasi dan Sampel : Daun kubis yang diambil dari Pasar  
Bersehati Tomohon, Pasar  
Karombasan Manado, Pasar  
Tondano, Pasar Langoan, dan Pasar  
Kawangkoan
3. Instrumen : Seperangkat alat HPLC (Agilent  
1260 Infinity Binary LC) yang

dilengkapi dengan detektor DAD, autosampler, dan kolom Zorbax Eclipse Plus C18 (3,5  $\mu\text{m}$ ; 2,1 x 100 mm), Spektrofotometer UV-Vis PerkinElmer Lambda 25, rotavapor, sonikator, neraca analitik, penyaring vakum beserta saringan berpori 0,4 - 0,45  $\mu\text{m}$ , blender, corong pisah dengan tutup, penangas air, pompa vakum, dan alat gelas yang lazim.

#### 4. Metode Analisis :

Prosedur penelitian terdiri dari penentuan panjang gelombang serapan maksimum klorpirifos, penentuan kondisi optimum HPLC, penentuan kinerja analitik, preparasi sampel dan penetapan kadar residu klorpirifos.

Penentuan panjang gelombang serapan maksimum klorpirifos dilakukan dengan mengukur serapan larutan baku klorpirifos 10 ppm menggunakan spektrofotometer UV/Vis Lambda 25. Penentuan kondisi optimum HPLC dilakukan dengan menggunakan kolom Zorbax Eclipse Plus C18 (3,5  $\mu\text{m}$ ; 2,1 x 100 mm) menggunakan detektor DAD pada panjang gelombang optimum yang telah diperoleh sebelumnya.

Penentuan kondisi optimum HPLC meliputi penentuan komposisi fase gerak, penentuan laju alir fase gerak, penentuan volume injeksi. Setelah dilakukan penentuan kondisi optimum HPLC, selanjutnya ditentukan kinerja analitik meliputi penetapan presisi, linearitas dan kurva kalibrasi, serta batas deteksi dan batas kuantitasi.

Pada proses preparasi sampel, sampel daun kubis dibagi dalam 2 kelompok, yaitu sampel yang dicuci dengan air dan sampel tanpa dicuci dengan air. Sejumlah 300 g sampel dari hasil perlakuan sebelumnya diblender hingga homogen, kemudian ditimbang sebanyak 25 g dan ditambahkan 25 g natrium sulfat anhidrat dan 50 ml etil asetat, kemudian diekstraksi selama 10 menit menggunakan alat ekstraksi. Ekstrak yang dihasilkan kemudian disaring dengan penyaring vakum dan filtratnya ditampung, filtrat diekstraksi kembali dengan 50 ml etil asetat sebanyak tiga kali. Filtrat hasil ekstraksi pertama sampai ketiga dicampurkan kemudian dipekatkan dengan rotavapor pada suhu 35°C hingga menghasilkan ekstrak pekat sebanyak 1-3 ml. Selanjutnya ekstrak diencerkan dengan eluen dan diukur dengan HPLC lalu ditentukan kadar klorpirifos yang terkandung.

## 5. Hasil Penelitian :

### a. Panjang Gelombang Serapan Maksimum Klorpirifos



Panjang gelombang serapan maksimum klorpirifos ditentukan dengan mengukur serapan larutan baku klorpirifos 10 mg/L menggunakan spektrofotometer UV/Vis Lambda 25 pada rentang panjang gelombang 190 – 700 nm. Berdasarkan hasil pengukuran diperoleh tiga daerah serapan larutan baku klorpirifos, yaitu pada  $\lambda = 209$  nm,  $\lambda = 229$  nm, dan  $\lambda = 289$  nm. Panjang gelombang serapan maksimum klorpirifos yang digunakan dalam penelitian ini adalah  $\lambda = 289$  nm, karena pada panjang gelombang tersebut tidak terjadi tumpeng tindih. Setelah ditentukan panjang gelombang maksimum klorpirifos selanjutnya dilakukan optimasi kondisi HPLC dengan menggunakan detektor DAD pada panjang gelombang tersebut.

b. Penentuan Kondisi Optimum HPLC

Fase gerak yang digunakan pada penelitian ini yaitu air dan asetonitril.

**Tabel 3.11 Pengaruh Komposisi Air:Asetonitril terhadap Waktu Retensi dan Luas Area**

Komposisi Air : Asetonitril	Waktu Retensi (menit)	Luas Area (mAU*s)
50:50	6,877	1753,36926
40:60	6,724	32,82681
30:70	3,055	32,73163
20:80	1,797	32,44448
10:90	1,184	32,23305
0:100	0,999	32,98140

Luas area puncak kromatogram klorpirifos terbesar pada air:asetonitril dengan perbandingan 50:50, namun waktu retensi komposisi tersebut lebih lama dan kromatogram yang dihasilkan tidak simetris. Maka komposisi fase gerak yang digunakan pada penelitian ini adalah komposisi air:asetonitril dengan perbandingan 10:90, karena waktu pengukuran yang lebih singkat dan luas area puncak kromatogram yang cukup baik.

Pengukuran laju alir fase gerak dilakukan dengan menggunakan komposisi fase gerak optimum yang telah ditentukan sebelumnya, yaitu komposisi air:asetonitril dengan perbandingan 10:90.

**Tabel 3.12 Pengaruh Laju Alir Fasa Gerak terhadap Waktu Retensi dan Luas Area**

Laju Alir Fase Gerak (ml/menit)	Waktu Retensi (menit)	Luas Area (mAU*s)
0,30	1,682	162,69608
0,50	1,006	97,39092
0,70	0,720	72,81155
0,90	0,561	61,86494

Dari tabel dapat dilihat bahwa semakin tinggi laju alir fase gerak, maka semakin singkat waktu retensi dan semakin kecil luas area puncak kromatogram yang dihasilkan. Pada laju alir 0,70 ml/menit diperoleh kromatogram terbaik dengan waktu retensi lebih singkat.

Pengukuran volume injeksi sampel dilakukan menggunakan komposisi dan laju alir fase gerak optimum yang telah ditentukan sebelumnya, yaitu komposisi air:asetonitril dengan perbandingan 10:90 dan laju alir 0,70 ml/menit.

**Tabel 3.13 Pengaruh Volume Injeksi Sampel terhadap Waktu Retensi dan Luas Area**

Volume Injeksi Sampel ( $\mu\text{L}$ )	Waktu Retensi (menit)	Luas Area (mAU*s)
5,0	1,184	32,23305
10,0	1,008	65,02857
15,0	1,008	97,40105
20,0	1,004	129,75168
25,0	1,001	178,27931
30,0	0,993	210,57770

Berdasarkan data pada tabel, dapat diketahui bahwa luas area puncak kromatogram larutan standar klorpirifos semakin besar, jika volume injeksi sampel diperbesar. Pada penelitian ini volume injeksi sampel yang optimum pada 15  $\mu\text{L}$ .

Dari penentuan kondisi optimum HPLC yang telah dilakukan, didapat data dalam tabel berikut.

**Tabel 3.14 Kondisi Optimum HPLC untuk Penentuan Klorpirifos**

Parameter	Hasil Pengukuran
Kolom	Zorbax Eclipse Plus C18 (3,5 $\mu\text{m}$ ; 2,1 $\times$ 100 mm)
Detektor	DAD

Panjang gelombang	289 nm
Komposisi fase gerak	Air : asetonitril (10 : 90)
Laju alir fase gerak	0,70 ml/menit
Volume injeksi	15 µL

c. Penetapan Kadar Klorpirifos dalam Sampel

**Tabel 3.15 Konsentrasi Klorpirifos dalam Sayur Kubis yang diambil dari Beberapa Pasar Tradisional di Sulawesi Utara**

No	Lokasi Sampel	Perlakuan	[Klorpirifos] mg/kg
1	Pasar Bersehati Tomohon	Dicuci	0.2526
		Tidak dicuci	0.2912
2	Pasar Karombasan Manado	Dicuci	0.1969
		Tidak dicuci	0.2157
3	Pasar Kawangkoan	Dicuci	0.4961
		Tidak dicuci	0.5870
4	Pasar Langowan	Dicuci	0.3441
		Tidak dicuci	0.5878
5	Pasar Tondano	Dicuci	0.0472
		Tidak dicuci	0.0533

Hasil penelitian menunjukkan terdeteksinya kadar klorpirifos pada seluruh sampel, namun kadar klorpirifos pada masing-masing sampel masih di bawah nilai BMR yaitu 1 mg/kg.

6. Kesimpulan dan Saran : Metode HPLC dapat digunakan untuk menentukan kadar residu

klorpirifos dalam sayur kubis dengan ketelitian tinggi.

e. Jurnal Kelima

Judul Artikel : Analisis Residu Klorpirifos dalam Sayur-Sayuran dengan Teknik *High Performance Liquid Chromatography* (HPLC)

Nama Artikel : Jurnal Kimia Mulawarman

Penerbit : Kimia FMIPA Unmul

Volume dan Halaman : 13(2) hal 57-63

Tahun Terbit : 2016

Penulis Artikel : Aman Sentosa Panggabean

Isi Artikel

Tujuan Penelitian : Melakukan prosedur pengukuran untuk menentukan kadar residu klorpirifos dalam sampel sayur-sayuran.

Metode

1. Desain : Eksperimental

2. Populasi dan Sampel : Sayur-sayuran yaitu kembang kol, sawi putih dan kubis

3. Instrumen : Seperangkat instrument HPLC Agilen 1100 Series kolom Shim-Pack VP-ODS (i.d.  $4,6 \times 250$  mm) dan detector UV, pompa vakum, pH meter, labu ukur, pipet volume, beaker glass dan kertas saring whatman No.42

4. Metode Analisis :

Prosedur penelitian terdiri dari persiapan alat HPLC, optimasi parameter pengukuran HPLC, penentuan kinerja analitik, penentuan konsentrasi klorpirifos dalam sampel.

Pada proses persiapan alat HPLC kolom yang digunakan adalah Shim-Pack VP-ODS ( $4,6 \times 250$  mm). HPLC menggunakan detektor UV-Visible pada panjang gelombang 230 nm dengan sensitifitas 1,000 AUFS. Pompa menggunakan mode aliran tetap dengan sistem elusi gradien. Setelah alat HPLC dihidupkan, maka pompa dijalankan dengan fase gerak dibiarkan mengalir selama  $\pm 30$  menit sampai diperoleh base lineyang menandakan sistem telah stabil.

Pada optimasi parameter pengukuran HPLC dilakukan penentuan fase gerak air:metanol, penentuan volume injeksi, penentuan laju alir fase gerak, penentuan pH fase gerak. Untuk

penentuan kinerja analitik dilakukan penentuan *repeatability*, linearitas dan kurva kalibrasi, limit deteksi, *% Recovery*.

Preparasi sampel dilakukan dengan sayuran sampel dikeringkan lalu dihaluskan dengan blender. Ditimbang sebanyak 20 gram dan tambahkan diklorometan sebanyak 100 ml, dimaserasi selama 48 jam. Disaring, lalu dimasukkan ke dalam corong pisah. Diekstraksi selama 60 menit, fraksi diklorometan diambil dan kemudian dimasukkan ke dalam gelas vial.

Penetapan kadar residu klorpirifos dalam sampel dilakukan dengan mengambil 25 ml sampel kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 50 ml ditambahkan dengan eluen sampai tanda tera. Di kocok dan di saring, kemudian diinjeksikan ke dalam sistem HPLC melalui injektor. Direkam kromatogram dan di catat luas puncak. Kadarnya dihitung dengan mensubstitusikan luas puncak ke dalam persamaan regresi yang diperoleh dari kurva kalibrasi.

## 5. Hasil Penelitian :

### a. Pengaruh Komposisi Fasa Gerak Metanol : Air

Penentuan hasil optimasi berdasarkan luas puncak kromatogram, luas puncak kromatogram merupakan parameter keakuratan untuk pengukuran kuantitatif. Luas puncak kromatogram paling besar pada komposisi fase gerak

(air:metanol) 70:30 dibandingkan dengan komposisi lainnya. Komposisi fase gerak air:methanol dengan perbandingan 70:30 merupakan kondisi yang paling optimum untuk analisa klorpirifos.

b. Pengaruh Volume Injeksi Sampel

Suatu kolom memiliki kapasitas volume injeksi sampel tertentu, jika injeksi melebihi batas maksimal akan berpengaruh pada pendeteksian sampel menjadi tidak maksimal. Volume injeksi sampel optimum yang dapat menganalisa klorpirifos yaitu 5  $\mu$ L.

c. Pengaruh Laju Alir Fasa Gerak

Pada penentuan laju alir fase gerak, diperoleh laju alir 0,3 mL/menit dengan kromatogram yang luas areanya lebih besar namun berbentuk tidak simetris, sehingga tidak dapat digunakan untuk analisa karena tidak memenuhi syarat. Dipilih laju alir fase gerak 0,5 ml/menit karena menghasilkan kromatogram yang memiliki luas area yang paling baik dan waktu retensi yang diperoleh, stabil pada 3,509 menit.

d. Pengaruh pH Fase Gerak

Disimpulkan bahwa pH 7 adalah pH optimum untuk analisa klorpirifos karena luas area kromatogram pada fase gerak pH 7 yang paling besar dibandingkan dengan fase gerak pH lainnya.



e. Penentuan Kinerja Analitik

**Tabel 3.16 Hasil Pengukuran Optimasi Kromatografik**

**HPLC**

<b>Parameter</b>	<b>Hasil Pengukuran</b>
Kolom	Si-C <sub>18</sub> Shim-Pack VP-ODS (4,6 × 250 nm)
Komposisi Fase Gerak	Air : metanol (70:30)
Volume Injeksi Sampel	5 µl
Laju Alir Fase Gerak	0,5 ml/menit
pH Fase Gerak	pH 7 (buffer fosfat)
Panjang Gelombang	230 nm
Detektor	UV

f. Penentuan Konsentrasi Klorpirifos dalam Sayur-sayuran

**Tabel 3.17 Konsentrasi Klorpirifos dalam Sayur-Sayuran yang Telah Dikeringkan**

<b>No.</b>	<b>Sampel</b>	<b>[Klorpirifos] µg/kg</b>
1	Kubis	0,131 ± 0,008
2	Kembang kol	0,013 ± 0,005
3	Sawi putih	0,109 ± 0,009

Hasil penelitian menunjukkan bahwa residu klorpirifos dapat terdeteksi dalam sayur-sayuran

6. Kesimpulan dan Saran : Dari semua sampel menunjukkan adanya kandungan residu klorpirifos, maka teknik HPLC dapat digunakan dan layak untuk

menentukan residu klorpirifos dalam sayuran dengan ketepatan dan keakuratan yang tinggi.