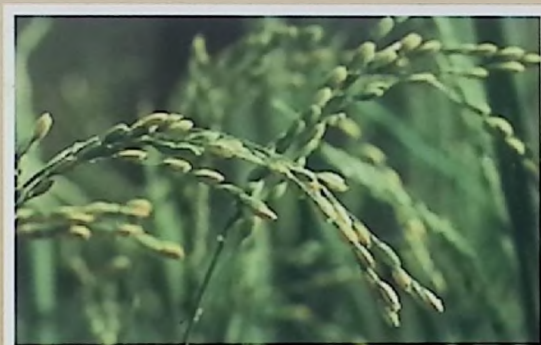


PETUNJUK TEKNIS

ANALISIS RESIDU PESTISIDA



BALAI PENELITIAN LINGKUNGAN PERTANIAN
BALAI BESAR LITBANG SUMBERDAYA LAHAN PERTANIAN
BADAN PENELITIAN DAN PENGEMBANGAN PERTANIAN
DEPARTEMEN PERTANIAN

2007

PETUNJUK TEKNIS

ANALISIS RESIDU PESTISIDA DI LINGKUNGAN PERTANIAN

PENANGGUNG JAWAB

Kepala Balai Penelitian Lingkungan Pertanian

PENYUSUN

Dr. Asep Nugraha Ardiwinata

PENYUNTING

Nono Sutrisno Sa'ad

Prihasto Setyanto

A.N. Ardiwinata

Mulyadi

PENYUNTING PELAKSANA

Poniman

TATA LETAK

Ali Pramono

FOTO SAMPUL

Dr. Asep Nugraha Ardiwinata

DITERBITKAN OLEH:

BALAI PENELITIAN LINGKUNGAN PERTANIAN

Balai Besar Litbang Sumberdaya Lahan Pertanian

Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian

Departemen Pertanian

Jl. Raya Jakenan-Jaken Km 05 Jakenan

Pati 59182 Jawa Tengah

e-mail : balingt@ yahoo.com

ISBN 978-979-15795-2-0

DAFTAR ISI

	Halaman
KATA PENGANTAR	iii
DAFTAR ISI	iv
DAFTAR TABEL	vi
DAFTAR GAMBAR	vii
DAFTAR LAMPIRAN	viii
 I. PENDAHULUAN	 1
Latar Belakang	1
 II. PESTISIDA DAN PENGGOLONGANNYA	 4
2.1 Pestisida	4
2.2. Residu Pestisida	4
2.3. Penggolongan Pestisida	4
2.4. Jenis-jenis Insektisida	5
2.5. Batas Maksimum Residu	5
2.6. Pestisida.....	5
 III. PENGAMBILAN CONTOH	 6
3.1. Hal-hal yang perlu dicatat dalam pengambilan contoh	6
3.2. Cara Pengambilan Contoh	7
3.3. Contoh Air, Tanah, Ikan dan Hasil Pertanian	10
3.4. Penyimpanan Contoh	11
 IV. PERSIAPAN CONTOH	 12
4.1. Pencucian Contoh	12
4.2. Pengeringan Contoh	12
4.3. Penumbukan/Pengayakan/Penggilingan/Penghalusan Contoh	12
4.4. Penyimpanan Contoh yang telah diproses	13
 VI. CARA ANALISIS RESIDU PESTISIDA DAN PERHITUNGANNYA	 14
6.1. Ekstraksi	14
6.2. Pemurnian (<i>clean up</i>)	17
6.3. Derivatisasi	18
6.4. Pengukuran/penetapan	19
6.5. Penghitungan Konsentrasi Residu Insektisida	19
6.6. Uji Perolehan Kembali (<i>Recovery Test</i>)	20
 VII. PERALATAN ANALISIS	 21
7.1. Prinsip Kromatografi Gas (GC)	21
7.2. Memilih Gas Pembawa-CGN.....	21
7.3. Injektor Sampel	22
	23

7.4. Kolom	29
7.5. Detektor	31
7.6. Akuisisi Data	
DAFTAR PUSTAKA	32
LAMPIRAN-LAMPIRAN.....	33

I. PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Penggunaan pestisida dalam upaya pengendalian hama pengganggu pada tanaman dapat menyebabkan tertinggalnya pestisida atau derivatnya pada bagian tanaman. Pestisida dan atau derivatnya yang tertinggal tersebut dikenal sebagai residu pestisida. Residu pestisida tersebut kadang-kadang masih ditemukan sampai saat hasil pertanian mengalami proses selanjutnya atau bahkan sampai saat dikonsumsi. Residu tidak sinonim dengan deposit. Deposit adalah bahan kimia pestisida yang terdapat pada suatu permukaan pada saat segera setelah penyemprotan atau penggunaan pestisida. Residu merupakan bahan kimia pestisida yang terdapat di atas atau di dalam suatu benda dengan implikasi penuaan (*aging*), perubahan (*alterasi*) atau kedua-duanya.

Besarnya residu pestisida yang ditemukan dalam tanaman tergantung pada dosis, jumlah dan interval aplikasi, faktor-faktor lingkungan fisik yang mempengaruhi dekomposisi pestisida, jenis tanaman yang diperlakukan, formulasi dan cara aplikasinya, jenis bahan aktif dan sifat fisikokimianya, serta saat aplikasi terakhir sebelum hasil tanaman dipanen. Residu pestisida masih mempunyai potensi untuk menimbulkan keracunan terhadap manusia dan organisme bukan sasaran lainnya, tergantung dari besarnya residu, sifat fisikokimia, sifat bioakumulatif dan toksisitasnya maka keracunan yang ditimbulkan dapat bersifat akut maupun kronis.

Dampak negatif yang dapat ditimbulkan oleh residu pestisida terhadap kesehatan manusia selain karsinogenik (kanker) adalah menimbulkan EDs (*Endocrine Disrupting Pesticides*) yakni dapat mempengaruhi metabolisme steroid, fungsi tiroid, spermatogenesis, hormon gonadotropik, aktifitas oestrogenik dan aktifitas anti-androgenik. Jenis pestisida yang berpotensi menimbulkan EDs disajikan pada Tabel 1.

KATA PENGANTAR

Validitas data yang digunakan tergantung dari penentuan lokasi contoh, cara pengambilan contoh dan keterandalan laboratorium penguji. Dimana keterandalan laboratorium tergantung kemampuan sumberdaya manusia (SDM) laboratorium dalam penguasaan metode dan karakter instrumen analisis. Kemampuan SDM laboratorium dapat ditingkatkan selain melalui pelatihan-pelatihan formal, dapat juga melalui jalur otodidak dengan menambah bahan bacaan yang berkaitan yang mudah dicerna.

Berkenaan dengan hal tersebut, Balai Penelitian Lingkungan Pertanian (Balingtan) memandang perlu untuk menyusun dan menerbitkan petunjuk teknis tentang analisis residu pestisida. Tujuan penerbitan ini adalah agar peneliti dan SDM laboratorium lebih mudah dan praktis dalam menentukan contoh, mengenal, memahami dan menguasai metoda dan instrumen *Gas Chromatography* (GC) yang merupakan alat utama dalam analisis residu pestisida. Selain itu, diharapkan SDM laboratorium dapat mengetahui hal-hal penting yang harus diketahui dan diperhatikan. Dan biasanya hal-hal penting tersebut sering tidak tercantum dalam metode maupun manual instrumentasi. Selain itu, untuk mempermudah pengenalan alat/instrumentasi laboratorium residu pestisida, maka di dalam buku ini disajikan dalam bentuk gambar visual dari alat-alat tersebut.

Buku ini diharapkan dapat membantu laboratorium-laboratorium residu pestisida, peneliti, mahasiswa, dan pihak-pihak lain yang berkepentingan, sehingga dapat menghasilkan data analisis yang dapat dipertanggung jawabkan.

Akhirnya kami mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada semua pihak yang telah berkontribusi terbitnya buku ini.

Jakenan, Oktober 2007

Balai Penelitian Lingkungan Pertanian
Kepala,

Dr. Ir. Nono Sutrisno Sa'ad, MS.
NIP. 080 069 581

Tabel 1. Jenis pestisida yang ditengarai mempunyai dampak EDs

No.	Pestisida	Dampak						
		Aktifitas oestro-genik	aktifitas anti andro-genik	metabo-lisme steroid	fungsi tiroid	hormon gonado-trofik	Sperma togene sis	repro-duktif
1.	Amitraz	√				√		
2.	Lindane	√	√	√				
3.	Parathion methyl	√						
4.	Permethrin	√						
5.	Triadimefon	√						
6.	Triazines	√						
7.	Atrazine		√	√		√		
8.	Linuron		√					
9.	Procymidon		√					
10.	Vinclozolin		√					
11.	Piretroid		√		√		√	
12.	Carbofuran			√				
13.	Conazole			√				
14.	Amitrole				√			
15.	Dithiocarbamate (maneb, zineb, mancozeb)				√	√	√	√
16.	Ioxynil				√			
17.	Metribuzin				√			
18.	Trifluralin				√			
19.	Organophosphates					√	√	√
20.	Fungicides						√	
21.	Gliphosate							
22.	2,4-D							√

Menyadari akan potensi bahaya keracunan yang disebabkan oleh residu pestisida tersebut maka di beberapa negara telah diberlakukan ketentuan/ peraturan perundang-undangan mengenai residu pestisida. Negara-negara maju telah menetapkan Batas Maksimum Residu (*Maximum Residu Limit* = MRL) pestisida dalam berbagai komoditas pertanian. Nilai batas maksimum residu erat kaitannya dengan nilai konsumsi harian yang diterima (*Acceptable Daily Intake* = ADI). Nilai ADI sangat ditentukan oleh pola konsumsi masyarakat suatu negara, maka seyogyanya setiap negara memiliki nilai MRL dan ADI sendiri. Mengingat akan berbagai keterbatasan dari banyak negara, maka FAO dan WHO telah memprakarsai penyusunan pedoman mengenai nilai MRL dan ADI dari berbagai jenis pestisida dalam berbagai macam komoditas pertanian.

II. PESTISIDA DAN PENGGOLONGAN

2.1. Pestisida

Zat atau senyawa kimia, zat pengatur tumbuh dan perangsang tumbuh, bahan lain, organisme renik atau virus yang digunakan untuk melakukan perlindungan tanaman (PP No. 6 Tahun 1995).

Pesticide: Substance or mixture of substances intended for preventing, destroying or controlling any pest, including vectors or human or animal disease, unwanted species of plants or animals causing harm or otherwise interfering with the productions, processing, storage, transport, or marketing of food, agricultural commodities, wood, wood products or animal feedstuffs, or which may be administered to animals for the control of insects, mites/spider mites or other pest in or on their bodies. The term includes substances intended for use as a plants growth regulator, defoliant, desiccant, or agent for thinning fruit or preventing the premature fall of fruit, and substances applied to crops either before or after harvest to protect the commodity from deterioration during storage or transfort (IUPAC, 1996).

2.2. Residu Pestisida

Residu pestisida adalah zat tertentu yang terkandung dalam hasil pertanian, bahan pangan, atau pakan hewan, baik sebagai akibat langsung maupun tak langsung dari penggunaan pestisida. Istilah ini mencakup senyawa turunan pestisida, seperti senyawa hasil konversi, metabolit, senyawa hasil reaksi, dan zat pengotor yang dapat memberikan pengaruh toksikologis (Komisi Pestisida, 1997)

Pesticide residue : Substance(s) which remains in or on a feed or food commodity, soil, air or water following use of pesticide. For regulatory purposes it includes the parent compound and any specified derivatives such as degradation and conversion products, metabolits and impurities considered to be of toxicological significance (IUPAC, 1996).

2.3. Penggolongan Pestisida

- A. **Akarisida**, untuk *mite* (kutu pada manusia) dan *ticks* (kutu pada pangan)
- B. **Bakterisida**, untuk bakteri
- C. **Fungisida**, untuk fungi

- D. **Herbisida**, untuk gulma
- E. **Insektisida**, untuk serangga pengganggu
- F. **Moluskasida**, untuk siput
- G. **Nematisida**, untuk cacing
- H. **PGR** (*Plant Growth Regulator*)
- I. **Rodentisida**, untuk tikus

2.4. Jenis-jenis Insektisida

- **Organoklorin** : BHC (lindan), aldrin, dieldrin, heptaklor, DDT, DDE, DDD, endrin, endosulfan, klordan, dan toksafen.
- **Organofosfat** : diazinon, klorpirifos, diklorfos, fenitrothion, fention, fentoat, malation, metamidofos, monokrotofos, profenofos, dan kuinalfos.
- **Karbamat** : karbofuran, karbaril, MIPC, metomil, propoksur, tiodikarb, dan karbosulfan.

2.5. Batas Maksimum Residu Pestisida

Batas maksimum residu (BMR) pestisida didefinisikan sebagai konsentrasi maksimum residu pestisida yang secara hukum diijinkan atau diketahui sebagai konsentrasi yang dapat diterima dalam atau pada hasil pertanian, bahan pangan atau bahan pakan hewan. Konsentrasi tersebut dinyatakan dalam miligram residu pestisida per kilogram hasil.

BMR pestisida berlaku terhadap hasil pertanian yang berupa pangan, baik dalam bentuk olahan maupun mentah, dan pakan hewan yang diperdagangkan secara nasional maupun internasional. Untuk hasil yang diperdagangkan dalam lingkup internasional, BMR pestisida diberlakukan pada pintu masuk suatu negara, sedangkan pada hasil yang diperdagangkan dalam lingkup nasional, BMR pestisida diberlakukan pada pintu masuk jalur perdagangan (Dirlintan, 2006). BMR pestisida pada beberapa komoditas pertanian disajikan pada **Lampiran 4**.

III. PENGAMBILAN CONTOH

3.1. Hal-hal yang perlu dicatat dalam pengambilan contoh

- Nama pengambil contoh, Nomor identifikasi atau Nama identifikasi.
- Tanggal, jam, lokasi pengambilan contoh.
- Diskripsi contoh (warna, kekeruhan, pH, suhu, dan sebagainya).
- Kondisi penting saat pengambilan contoh, seperti : pola aliran, keadaan pasang / surut, musim, keadaan cuaca, keadaan hujan, dan sebagainya.
- Titik pengambilan contoh.
- Cara penyimpanan contoh.
- Tanggal dan waktu analisis contoh.
- Dan keterangan lain yang diperlukan untuk pengolahan data selanjutnya.

Pengambilan contoh (pada badan air), dikenal beberapa teknik, yaitu :

- **Grab sample** (contoh sesaat), adalah: contoh yang diambil pada sembarang waktu dan tempat. Dalam hal ini hanya menyatakan komposisi sumbernya pada waktu dan tempat itu. Contoh sesaat ini lebih tepat untuk pengamatan kisaran : pH, suhu, Oksigen terlarut, Karbon dioksida terlarut, Hidrogen sulfida dan Cyanida.
- **Composite sample** (contoh gabungan), adalah: gabungan dari beberapa pengambilan contoh.

Contoh gabungan ini ada dua macam, yaitu :

- **Contoh gabungan tempat**, adalah: campuran beberapa contoh yang diambil pada satu saluran, dari beberapa titik, dengan volume dan waktu yang sama.
- **Contoh gabungan waktu**, adalah campuran beberapa contoh sesaat yang diambil pada titik yang sama dengan waktu yang berbeda. Untuk mengatasi ketidak teraturan, maka dalam pengambilan volume contoh harus sebanding dengan debit air pada saat pengambilan contoh. Contoh gabungan ini dapat mencerminkan contoh satu *shift* atau satu siklus operasi.

Misalnya : Dalam satu *shift* ada tiga langkah proses (pencucian, pembilasan I dan pembilasan II). Saat pencucian, debitnya 2 L / detik selama 1 jam, maka jumlah debit pencucian 7,2 M³/ jam. Saat pembilasan I dan II debitnya adalah 3 L / detik selama 2 jam, maka jumlah debit pembilasan I dan II 43,2 M³/jam. Jumlah contoh sesaat pada pencucian = $\{7,2 / (7,2+43,2)\}$ x 10 L = 1,40 L.

Jumlah contoh sesaat pada bilas I – II = $\{43,2 / (7,2+43,2)\}$ x 10 L = 8,60 L. Jadi jumlah contoh gabungan waktu dalam 1 *shift* = 10,00 L.

- **Integrated sample** (contoh terpadu), adalah contoh yang diambil dalam satu lokasi, dari beberapa titik dalam waktu yang sama, secara contoh sesaat, kemudian dicampur. Contoh terpadu umumnya digunakan untuk pengambilan contoh air sungai, air danau atau air laut yang komposisinya bervariasi menurut lebar dan kedalamannya.
- **Proporsional sample** (pengambilan contoh secara proporsional), adalah pengambilan contoh dengan teknik komposit setiap pengambilan contoh, dan volumenya sebanding dengan debit air pada saat itu.
- **Specialy sample** (Pengambilan contoh khusus), adalah : pengambilan contoh untuk analisis kadar parameter tertentu, misalnya : Oksigen terlarut (*Dissoved Oxygen = DO*).

3.2. Cara Pengambilan Contoh

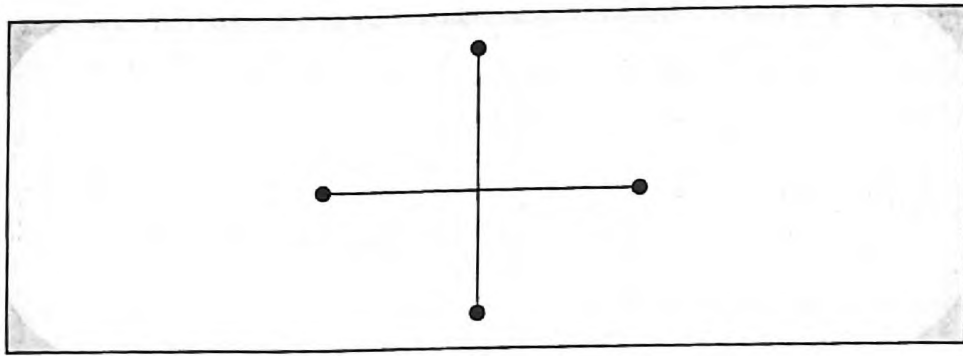
Untuk menentukan titik (tempat) pengambilan contoh (tanah) individu ada dua cara yaitu: (a) cara sistematis dan (b) cara acak.

3.2.1. Cara sistematis

Ada dua sistem yaitu:

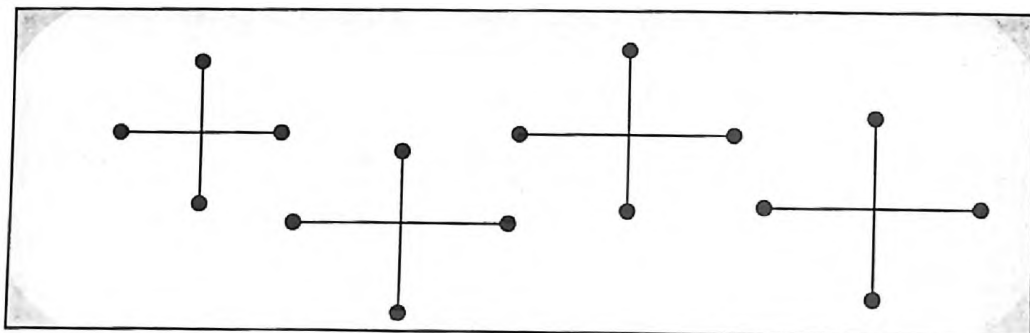
1. Sistem diagonal

Pertama-tama ditetapkan satu titik sebagai titik pusat, pada lahan yang akan diambil contoh tanahnya. Kemudian ditentukan titik-titik di sekelilingnya. Jumlah titik yang dibuat sebanyak 5 buah (1 titik pusat + 4 titik diagonal). Jarak antara setiap titik ± 50 m diukur dari titik pusat (**Gambar 1**).



Gambar 1. Titik yang ditetapkan pada suatu lahan untuk pengambilan contoh tanah individu dengan system diagonal

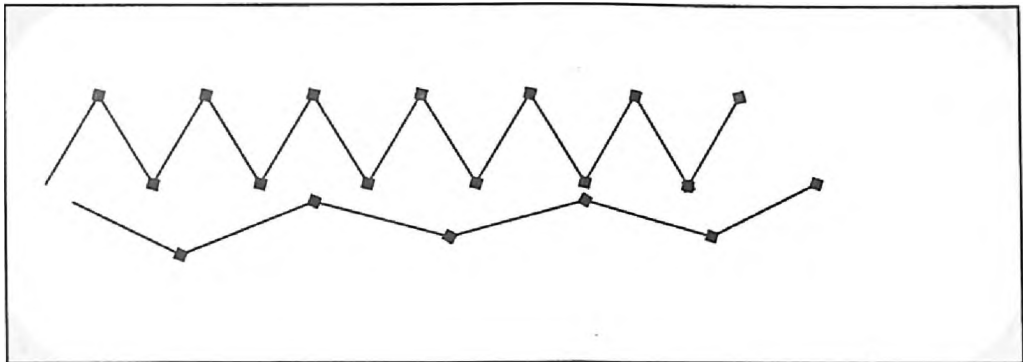
Contoh tanah yang diambil dari tiap titik disebut contoh tanah individu. Jumlah diagonal tergantung dari luas tanah. Untuk lahan 0-2,5 ha cukup satu diagonal (5 titik). Berat contoh yang diambil dari tiap titik (contoh tanah individu) sebanyak 200 gram. Jika luas lahan 10-15 ha berarti terdapat 4-6 diagonal atau 20-30 titik yang ditentukan dengan jumlah contoh tanah individu (**Gambar 2**). Contoh-contoh tanah individu tersebut diambil dengan cangkul atau bor tanah pada lapisan olah (lapisan perakaran) kemudian dicampur sampai benar-benar merata, lalu diambil 1 kg dan dimasukkan ke dalam kantong plastik kemudian diberi label.



Gambar 2. Contoh penentuan titik-titik dengan system diagonal pada suatu lahan dengan luas 10-15 ha

2. Sistem zigzag

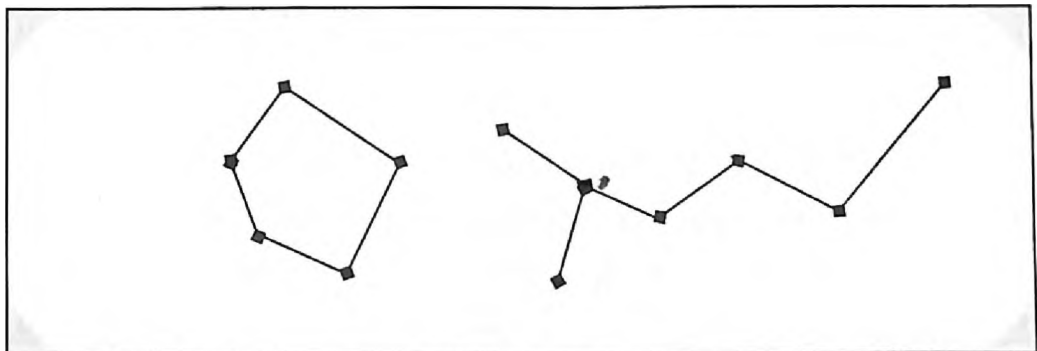
Cara pengambilan contoh tanah ini dilaksanakan dengan menentukan titik-titik yang akan digunakan sebagai tempat pengambilan contoh tanah secara zigzag (**Gambar 3**). Adapun persyaratan dan cara pengambilan contoh tanah ini sama seperti pada system diagonal, hanya saja berbeda dalam cara penentuan tempat pengambilan contoh.



Gambar 3. Contoh titik-titik yang ditentukan pada suatu lahan sebagai tempat pengambilan contoh tanah individu dengan system zigzag pada lahan seluas 15 ha.

3. Cara Acak

Pengambilan contoh tanah secara acak dilaksanakan dengan menentukan titik-titik pengambilan contoh tanah secara acak, tetapi menyebar rata di seluruh bidang tanah yang diwakili. Setiap titik yang diambil mewakili daerah sekitarnya (**Gambar 4**).



Gambar 4. Pengambilan contoh tanah secara acak

Persyaratan dan cara pengambilan contoh tanah secara acak sama seperti pada system diagonal dan zigzag, namun cara penentuan tempat pengambilan contoh tanahnya berbeda.

Semua contoh tanah komposit dimasukkan ke dalam kantong plastik yang diberi label (keterangan) luar dan dalam. Label dalam harus dibungkus dengan plastik supaya tulisan tidak kotor atau basah, sehingga label tersebut bisa dibaca sesampainya di laboratorium tanah. Sedangkan label luar disatukan pada saat pengikatan plastik.

3.3. Contoh Air, Tanah, Ikan dan Hasil Pertanian

3.3.1. Air

Air dapat berupa air minum (sumur/kran), air sungai atau air limbah dari pabrik/ formulator pestisida dan sebagainya. Ukuran contoh paling sedikit 2 liter yang merupakan komposit (gabungan) dari beberapa titik pengambilan. Umpamanya contoh diambil dari kedalaman yang berbeda atau tempat yang berbeda (tepi sungai, tengah sungai dan sebagainya). Contoh hendaknya diambil dan disimpan di dalam botol gelas/ plastik yang bersih. Contoh air sebelum dianalisis harus disiapkan dengan menyaring kotoran tanah yang terbawa dengan menggunakan kertas saring.

3.3.2. Tanah

Tanah sebaiknya dibedakan antara tanah permukaan (sampai kedalaman 5 cm) dan tanah di bawah permukaan (kedalaman lebih dari 5 cm). Residu pestisida pada tanah di bawah permukaan menunjukkan kedalam penetrasi pestisida. Tanah permukaan dapat diambil dengan cangkul kecil sedangkan yang di bawah permukaan harus di ambil dengan alat khusus (bor tangan). Banyaknya contoh tanah untuk keperluan analisis adalah sebanyak 500 gr. Hal-hal yang perlu diperhatikan sebelum contoh tanah dimasukkan dalam kantong plastik adalah bahan-bahan organik yang menempel pada tanah sebaiknya dibuang untuk mengurangi gangguan analisis. Tanah sebelum dianalisis, terlebih dahulu dikering-anginkan hingga kadar air maksimum 15%, setelah itu ditumbuk hingga lolos saringan 2 mm.

Beberapa negara maju telah menetapkan nilai MRL = nol untuk senyawa organoklorin. Kelompok senyawa yang lain pada umumnya cepat mengalami degradasi dan tidak bersifat bioakumulatif, sehingga masalah residu yang ditimbulkannya tidak sebesar kelompok senyawa organoklorin. Selain masalah residu sebagai penyebab keracunan, masalah residu pestisida juga dapat menjadi ancaman terhadap pendapatan petani dan pemerintah. Sebagaimana telah disebutkan bahwa beberapa negara maju telah menetapkan angka MRL = nol untuk senyawa organoklorin. Dengan demikian apabila ditemukan kandungan senyawa organoklorin pada komoditas pertanian yang diekspor ke suatu negara, maka negara tersebut akan menolak masuknya komoditas pertanian itu ke negara tersebut. Keadaan ini dapat menimbulkan kerugian yang sangat besar bagi negara pengekspor.

Pestisida yang banyak digunakan di subsektor tanaman pangan antara lain adalah dari kelompok senyawa organofosfat, karbamat, piretroid sintetik, organoklorin, rotenon, asam fenoksi, triazin, bupiridin, nitrofenol, urea, ditiokarbamat, dan kumarin. Pada umumnya kelompok senyawa organoklorin mempunyai persistensi yang lebih tinggi dibandingkan kelompok senyawa yang lain. Selain itu organoklorin pada umumnya dapat terakumulasi pada tubuh manusia, hewan, dan unsur lingkungan lainnya khususnya tanah dan air. Oleh karena itu kelompok senyawa organoklorin sering menjadi sumber masalah residu pestisida yang paling utama.

3.3.3. Ikan

Untuk ikan ukuran kecil diperlukan beberapa ekor sehingga terkumpul kurang lebih 100 gr. Untuk ikan ukuran besar cukup seekor saja.

3.3.4. Hasil Pertanian

Pengambilan contoh dapat dilakukan di sawah/kebun yang siap untuk dipanen, di gudang penyimpanan hasil panen, maupun di pasar, tergantung dari tujuan analisis. Penentuan jumlah contoh yang akan diambil perlu dipertimbangkan beberapa hal sebagai berikut:

- a. Kemampuan laboratorium dalam menangani sejumlah contoh.
- b. Luas daerah untuk menentukan berapa luas sawah/kebun untuk setiap contoh, misalnya 10 ha/contoh atau 100 ha/contoh dan sebagainya.
- c. Kemudahan untuk mencapai daerah yang bersangkutan. Sebagai pedoman umum, ukuran tiap contoh adalah sebagai berikut:
 - Buah ukuran kecil misalnya gabah, minimum 2 kg.
 - Buah/sayur ukuran sedang, misalnya tomat, kentang, apel dan sebagainya minimum 10 kg.
 - Buah/sayur ukuran besar, misalnya kol, minimum 20 kg.

Pedoman di atas juga berlaku untuk contoh yang diambil dari gudang atau pasar. Untuk contoh dari gudang, contoh diambil secara acak sehingga dapat dianggap mewakili tiap gudang atau kelompok gudang.

3.4. Penyimpanan Contoh

Contoh mempunyai batas waktu penyimpanan sebelum dianalisis. Batas waktu ini tergantung dari jenis contoh dan jenis residu yang hendak dianalisis. Transportasi dari tempat pengambilan ke laboratorium harus juga diperhitungkan sebagai waktu penyimpanan. Pedoman untuk batas waktu penyimpanan contoh dapat dilihat pada (Lampiran 1). Batas waktu ini sedapat mungkin dipenuhi kecuali kalau tujuan analisis hanya untuk mengetahui tingkat penyebaran pencemaran lingkungan.

IV. PERSIAPAN CONTOH

Persiapan sampel sangat tergantung pada senyawa yang akan dianalisis. Persiapan sampel pada umumnya terdiri dari proses pencucian, pengeringan, penumbukan (contoh tanah) dan pengayakan (contoh tanah) serta penyimpanan.

4.1. Pencucian Contoh

Sebelum dianalisis, contoh (tanaman) perlu dicuci terlebih dahulu. Pencucian dilakukan dengan hati-hati agar tidak sampai menyebabkan kerusakan pada contoh (bagian-bagian tanaman). Pencucian ini dimaksudkan untuk menghilangkan debu, dan bahan-bahan lain seperti zat-zat sulfur, nitrogen, Cl, besi, seng, tembaga dan lain-lain yang menempel pada tanaman. Untuk menghindari kontaminasi dengan bahan-bahan lain, maka pencucian harus dilakukan dengan menggunakan sarung plastik. Selain itu juga diadakan pencucian dengan penyiraman air aquades/air suling yang bebas dari unsur-unsur kimia.

4.2. Pengeringan Contoh

Sampel (tanaman) sesudah dibersihkan atau dicuci dikeringkan dengan mengangin-anginkan pada udara kering. Selama itu perlu dijaga jangan sampai ada debu kotoran atau bahan lain yang mencampurnya. Bila diinginkan agar proses pengeringannya cepat, sampel tanaman dapat dikeringkan dengan menggunakan oven pengering tetapi temperaturnya tidak boleh melebihi 50°C. Untuk contoh, pengeringan hingga mencapai kadar air 15 %.

4.3. Penumbukan/Pengayakan/Penggilingan/Penghalusan Contoh

Contoh (tanah) ditumbuk pada lumpang porselen atau mesin giling dan diayak dengan ayakan ukuran lubang 2 mm. Contoh tanah hasil ayakan disimpan dalam botol yang sudah diberi nomor/kode contoh. Selanjutnya, contoh tanah yang berukuran $< 0,5$ mm diambil dari contoh tanah < 2 mm, untuk kemudian digerus atau digiling dan diayak dengan ayakan 0,5 mm.

Sedangkan untuk penghalusan contoh-contoh berupa beras, kedelai, jagung dan kacang-kacangan dapat dilakukan dengan alat penggiling kecil (*miller*) dengan kapasitas kurang lebih 100 gram (**Gambar 5**). Contoh tersebut digiling hingga menjadi tepung. Makin halus, semakin bagus !!

Catatan : *Lumpang, ayakan dan alat-alat lainnya harus bersih sebelum dipakai untuk contoh berikutnya.*



Gambar 5. Alat penggiling contoh beras, kedelai, jagung dan biji-bijian (*miller*).

4.4. Penyimpanan Contoh yang telah diproses

Contoh yang telah selesai proses persiapan, selanjutnya disimpan di ruangan yang dekat dengan ruang timbang. Setelah selesai dianalisis, contoh disimpan di gudang penyimpanan contoh untuk jangka waktu tertentu agar memudahkan bila diperlukan untuk pengulangan analisis (contoh arsip).

Hal yang perlu diingat : *Contoh (tanah dan tanaman) sebelum masuk tahapan analisis (ekstraksi dst.), contoh harus di cek terlebih dahulu kadar airnya dengan alat pengukur kadar air portable (digital) (**Gambar 6**) !!*



Gambar 6. Alat pengukur kadar air *portable* (digital)

VI. CARA ANALISIS RESIDU PESTISIDA DAN PERHITUNGANNYA

Berbagai metoda analisis telah dipublikasi, baik oleh lembaga pemerintah suatu negara, lembaga penelitian maupun oleh perusahaan pestisida. Ditinjau dari jumlah jenis pestisida yang hendak diketahui dalam suatu contoh, metoda analisis terbagi atas:

- a. Metode untuk residu tunggal, artinya hanya ada satu jenis residu pestisida yang hendak dicari dari satu contoh. Metoda ini terutama untuk pengujian residu satu pestisida tertentu dalam berbagai contoh.
- b. Metode multi residu yang bertujuan untuk mengetahui sebanyak mungkin jenis residu pestisida yang terdapat dalam satu contoh (**Lampiran 2**).

Metoda analisis umumnya terdiri dari 3 (tiga) tahap, yaitu:

1. Ekstraksi
2. Pemurnian (*clean up*)
3. Pengukuran/Penetapan

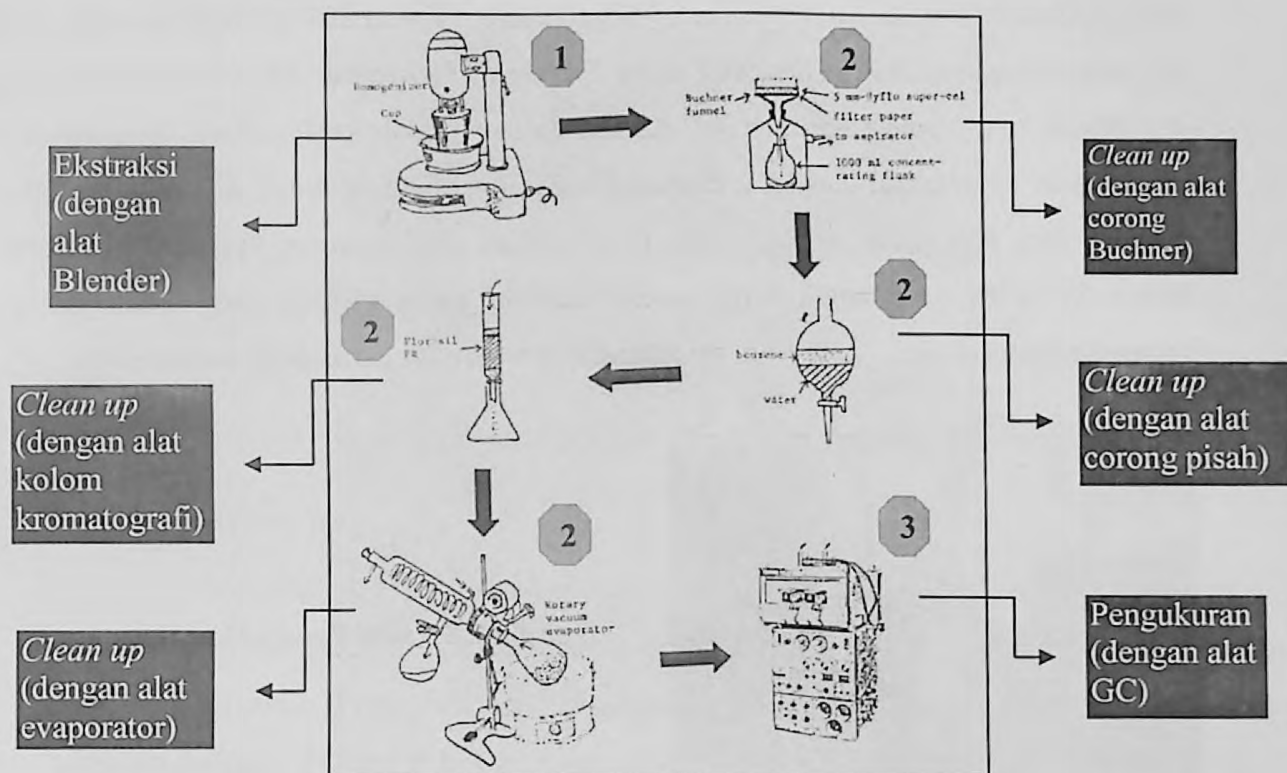
Pada **Gambar 7** disajikan bagan alir dari tahapan analisis residu pestisida. Tahap awal adalah ekstraksi (dengan alat blender atau soxhlet), selanjutnya tahap pemurnian (dengan alat corong buchner, corong pisah atau kolom kromatografi) dan terakhir adalah tahap pengukuran/penetapan dengan alat kromatografi gas.

6.1. Ekstraksi

Ekstraksi adalah tahap awal analisis sampel, biasanya diekstrak dengan pelarut organik yang mudah menguap. Pemurnian adalah tahap berikutnya (jika diperlukan). Pemekatan dilakukan sebelum sampel diinjeksikan. Ekstraksi dilakukan dengan pelarut organik. Persyaratan pelarut untuk analisis residu antara lain:

- a. Melarutkan dengan baik pestisida yang hendak dianalisis.
- b. Melarutkan sedikit mungkin komponen lain dari contoh yang diekstrak. Hal ini dimaksudkan untuk mengurangi gangguan dalam analisis.
- c. Titik didih tidak boleh terlalu tinggi (umumnya lebih rendah dari 80°C), agar pada penguapan tidak diperlukan suhu yang terlalu tinggi (Tabel 2).

Tingkat kemurniannya tinggi. Biasanya digunakan pelarut dengan kualitas untuk analisis, kualitas residu atau pelarut yang telah mengalami pemurnian dan didistilasi dengan alat distilasi yang seluruhnya terbuat dari gelas.



Gambar 7. Bagan alir tahapan analisis residu pestisida
(1) Ekstraksi, (2) clean up dan (3) pengukuran

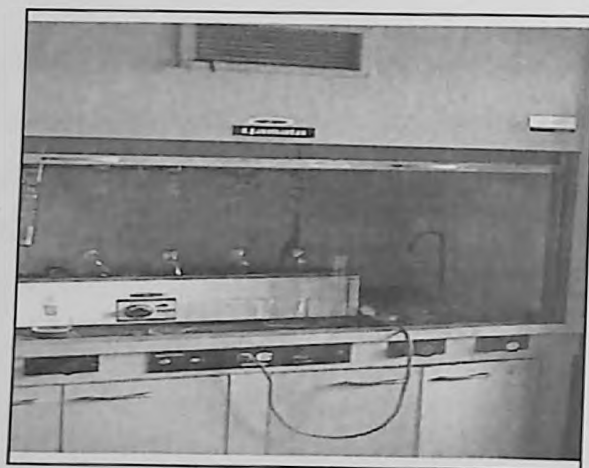
Pelarut yang umum digunakan adalah n-heksan, petroleum eter, diklorometan, asetonitril, aseton, kloroform, metanol, dan sering juga berupa campuran antara dua pelarut. Untuk analisis residu tunggal, pemilihan pelarut lebih mudah dilakukan. Sedangkan untuk analisis multi residu haruslah diusahakan agar pestisida yang dituju terekstrak semuanya. Kepolaran pestisida sangat bervariasi, mulai dari yang non polar (misalnya DDT) sampai yang sangat polar (misalnya Azodrin dan pestisida yang berupa garam). Seperti kita ketahui pelarut yang polar melarutkan dengan baik senyawa polar, sedangkan pelarut yang non polar melarutkan senyawa non polar dengan baik. Apabila dalam suatu contoh terdapat campuran residu pestisida yang polar dan non polar maka pemilihan pelarut hendaknya dilakukan dengan bijaksana, biasanya menggunakan pelarut yang kepolarannya sedang atau campuran antara dua pelarut yang non polar dan polar.

Indeks polaritas pelarut disajikan pada **Tabel 2**. Ekstraksi dapat dilakukan di dalam *blender*, *soxhlet* (**Gambar 9**) atau dengan mengocok di dalam corong pemisah untuk contoh air.

Hasil ekstraksi disaring dan dikeringkan, kemudian diuapkan. Penguapan paling baik dilakukan dengan *Kuderna Danish Evaporator*. Kalau alat ini tidak tersedia, maka penguapan dapat dilakukan dengan *Rotary Evaporator* (**Gambar 8**). Aliran nitrogen juga digunakan untuk menguapkan hasil ekstrak dalam jumlah kecil. Hasil penguapan ini dimurnikan lebih lanjut dengan melakukan *clean up*. Penting untuk diperhatikan bahwa metode yang kita gunakan hendaknya memberikan hasil *recovery* (penemuan kembali) antara 80-110%. Kadang-kadang karena fasilitas suatu metoda yang telah ada atau membuat metoda baru. Dalam hal ini metoda/cara baru ini harus diuji *recovery*nya.



Gambar 8. Alat *Rotary Evaporator*



Gambar 9. Alat Soxhlet

Tabel 2. Daftar Indeks Polaritas Pelarut

No.	Pelarut	Formula	Indeks Polaritas	Titik didih (°C)
1.	n-heksan	C_6H_{14}	0,0	68,9
2.	Sikloheksan	C_6H_{12}	0,0	80,7
3.	Isooktan	C_8H_{18}	0,4	99,2
4.	Karbontetraklorida	CCl_4	1,7	76,5
5.	Toluen	$C_6H_5CH_3$	2,3	110,6
6.	Diklorometan	CH_2Cl_2	3,4	40,0
7.	1-Butanol	$CH_3(CH_2)_3OH$	3,9	117,2
8.	Tetrahidrofuran	C_4H_8O	4,2	67,0
9.	2-Propanol	$CH_3CH(OH)CH_3$	4,3	82,4
10.	Etil asetat	$CH_3COOC_2H_5$	4,3	77,1
11.	Kloroform	$CHCl_3$	4,4	61,7
12.	1,4-Dioksan	$C_4H_8O_2$	4,8	101,0
13.	Etanol	C_2H_5OH	5,2	78,5
14.	Aseton	CH_3COCH_3	5,4	56,2
15.	Asetonitril	CH_3CN	6,2	81,6
16.	Metanol	CH_3OH	6,6	65,0
17.	Air	H_2O	9,0	100,0

6.2. Pemurnian (*clean up*)

Hasil ekstraksi selain mengandung residu pestisida juga mengandung bahan-bahan ikutan lainnya. Bahan tersebut perlu dihilangkan agar tidak mengganggu pada pengukuran residu. Pemilihan pelarut sangat menentukan dalam pemisahan bahan ikutan yang terekstrak. Pelarut n-heksana dan petroleum eter akan melarutkan lemak dengan baik, sedangkan asetonitril sangat sedikit melarutkannya.

Pemilihan pelarut yang tepat, memperingan pekerjaan *clean up*. *Clean up* umumnya dilakukan dengan corong buchner dan kolom kromatografi. Larutan ekstrak dimasukkan ke dalam corong buchner yang diisi dengan tanah diatomae (*Cellite 545*). Kemudian setelah itu larutan dimasukkan ke dalam kolom kromatografi yang di dalamnya berisi adsorben (biasanya florasil atau aluminium oksida). Kolom kemudian dielusi dengan eluen (pelarut) yang sesuai untuk pestisida yang dianalisis. Hasil pengelusan (eluat) diuapkan sampai volume kurang lebih 1 ml. Residu biasanya telah cukup murni untuk pengukuran dengan kromatografi gas. Jenis-jenis adsorben beserta fungsinya dapat dilihat pada **Tabel 3**.

Catatan:

Tanah diatomae "Celite 545", sebelum digunakan harus dicuci terlebih dahulu dengan aseton dan keringkan pada suhu 110°C selama 2 jam.

Tabel 3. Jenis dan fungsi adsorben

Adsorben	Fungsi
Alumina	Sterol, pewarna, vitamin, ester, alkaloid, bahan dari inorganik
Silika gel	Sterol, asam amino
Karbon	Peptida, karbohidrat, asam amino
Magnesia	Seperti alumina
Magnesium karbonat	Porphyrin
Magnesium silikat	Sterol, ester gliserida, alkaloid
Kalsium hidroksida	Karotenoid
Kalsium karbonat	Karotenoid, xanthophylls
Kalsium fosfat	Enzim, protein, polinukleotida
Aluminium silikat	Sterol
Pati (starch)	Enzim
Gula	Klorofil, xantophyll

6.3. Derivatisasi

Lakukan derivatisasi jika diperlukan: esterifikasi (metil ester), sililasi (silil ester) untuk asam-asam lemak, gula, asam-asam amino, Bis (trimetilsilil) asetamida, klorotrimetilsilan, N-Trimetilsilil) asetamida, 1,1,1,3,3,3-heksametildisilazan, 1-fluoro - 2,4-dinitrobenzene (FDNB) dsb. FDNB banyak digunakan untuk analisis insektisida golongan karbamat. Cara menyiapkan FDNB untuk analisis karbamat adalah siapkan FDNB sebanyak 1,5 mL kemudian masukkan ke dalam 25 mL aseton.

Prinsip dari analisis insektisida karbamat adalah residu karbamat diekstraksi dengan asetonitril dan ekstrak dibersihkan secara partisi ke dalam petroleum eter dan dikoagulasi dengan larutan asam fosfat-amonium klorida. Sebagian besar pengotor senyawa fenol dapat dihilangkan dengan cara partisi ekstrak diklorometana dengan kalium hidroksida. Residu karbamat direaksikan dengan 1-fluoro-2,4-dinitrobenzena menjadi bentuk eter. Nilai perolehan kembali antara 90-110% dengan batas penetapan 0,05 mg/Kg.

Perhatikan !!

Selalu dicatat perubahan volume sampel selama persiapan sampel dari mulai ekstraksi sampai pemekatan. Hindari penguapan dari sampel, khususnya di akhir persiapan sampel. Dalam derivatisasi, lakukan prosedur yang sama secara teliti pada seluruh sampel dan ulangnya.

6.4. Pengukuran/penetapan

Residu pestisida yang terdapat pada contoh biasanya dalam jumlah sangat kecil dalam orde ppm (*part per million*), ppb (*part per billion*) dan bahkan ppt (*part per trillion*). Karena itu diperlukan alat yang cukup sensitive yang dapat mendeteksi jumlah pestisida sekecil itu. Alat yang biasa digunakan untuk menganalisis residu adalah kromatografi gas. Dengan menggunakan detektor khusus alat ini dapat mendeteksi residu pestisida sampai 1 nanogram, bahkan sampai 100 piko gram. Detektor yang biasa digunakan adalah detector penangkap elektron (*Electron Capture Detector-ECD*) untuk residu pestisida yang mengandung unsur klor dan karbamat, detektor nyala api (*Flame Photometry Detector-FPD*) untuk residu pestisida yang mengandung unsur fosfor dan sulfur. Dan detektor ionisasi nyala (*Flame Ionization Detector-FID*) untuk residu pestisida yang mengandung unsur fosfor dan nitrogen.

6.5. Penghitungan Konsentrasi Residu Insektisida

Kandungan residu insektisida pada contoh tanah dihitung dengan menggunakan rumus dari Komisi Pestisida (1997):

$$\text{ppm (mg/kg) residu} = A \cdot \frac{C}{B} \cdot \frac{D}{E} \cdot \frac{F}{G}$$

Keterangan:

- A = konsentrasi larutan standar ($\mu\text{g/mL}$)
- B = luas puncak standar
- C = luas puncak contoh
- D = volume larutan standar yang disuntikan (μL)
- E = volume larutan contoh yang disuntikan (μL)
- F = volume pengenceran (mL)
- G = bobot awal contoh (g)

Atau secara perhitungan lengkap adalah sbb:

- Tinggi peak contoh (mm)/tinggi peak standar (mm) x nanogram (ng) standar^{*} = A ng contoh
- Misalkan total vol. Akhir contoh = 10 ml

- Maka dalam 10 ml contoh = $10 \text{ ml} \times 1000 \mu\text{l/vol injek contoh} (2\mu\text{l}) \times A \text{ ng} = \mathbf{B \text{ ng/10ml}}$ contoh.
- Kemudian misalkan berat contoh awal 25 gr
- Maka dalam 25 gr contoh ada = $B \text{ ng} \times 1000 \mu\text{g/25 gr} = \mathbf{C \text{ ppm}}$

Catatan:

- *) ng contoh didapat dari konsentrasi standar (misalkan 1 ppm) yang diinjeksikan (misalkan 2 μl) itu berarti 2 ng

$$\text{ppm} = \text{ng}/\mu\text{l}$$

6.6. Uji Perolehan Kembali (*Recovery Test*)

Kualitas suatu metode analisis residu insektisida didasarkan pada hasil uji perolehan kembali metode itu yang dilakukan secara rutin dalam suatu laboratorium. Uji perolehan kembali suatu metode untuk beberapa jenis insektisida dilakukan dengan menganalisis sejumlah tertentu contoh komoditas yang telah diperkaya dengan insektisida tersebut, dan dilakukan bersamaan dengan analisis setiap deret contoh komoditas. Untuk setiap kelompok 10 – 15 contoh komoditas, disertai satu atau lebih contoh serupa yang terpilih dan diperkaya dengan suatu jumlah kuantitatif tertentu baku insektisida pembanding yang sedang diteliti. Selanjutnya semua contoh, baik contoh biasa maupun contoh yang diperkaya, dianalisis dengan metode yang sama, dan nilai perolehan kembali diperoleh dengan menghitung selisih data hasil analisis antara contoh yang diperkaya dan contoh biasa. Uji recovery dilakukan pada sebelum/ bersama-sama analisis.

$$\text{Nilai perolehan kembali} = \frac{W_1C_1 - W_0C_0}{G} \times 100\%$$

Dalam analisis residu insektisida, nilai perolehan kembali berkisar 70 – 110 % dengan nilai rata-rata lebih tinggi dari 80% umumnya dapat diterima. Nilai pada kisaran tersebut secara sederhana akan menunjukkan, bahwa kualitas metode ekstraksi dan pembersihan yang digunakan dalam pengujian, dan tenaga penguji yang melaksanakan pengujian adalah baik untuk kelompok sampel yang sedang diteliti (Komisi Pestisida, 1997).

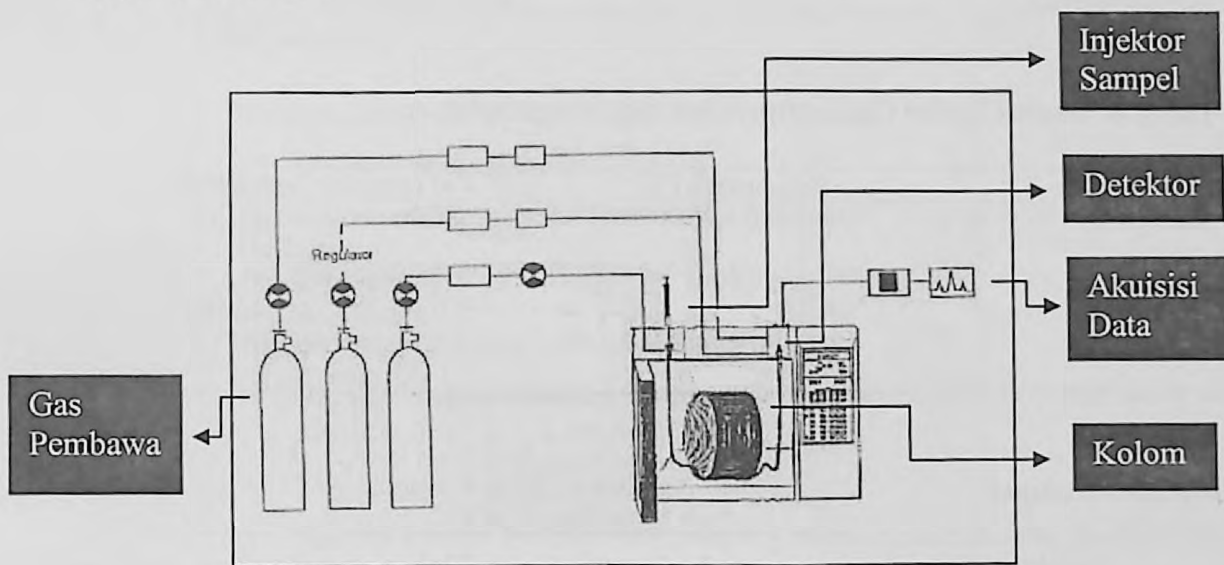
VII. PERALATAN ANALISIS



Gambar 10. Alat GC

7.1. Prinsip Kromatografi Gas (GC)

Pemisahan di dalam GC adalah disebabkan oleh perbedaan dalam kemampuan distribusi analit diantara fase gerak dan fase diam di dalam kolom pada kecepatan dan waktu berbeda. Secara garis besar terdapat 5 (lima) komponen utama kromatografi gas (**Gambar 11**), yaitu: (1) Gas Pembawa, (2) Injektor Sampel, (3) Kolom, (4) Detektor, dan (5) Akuisisi Data.



Gambar 11. Komponen Utama Kromatografi Gas

7.2. Memilih Gas Pembawa-CG

Gas pembawa (*Carrier Gas* – CG) sangat dibutuhkan dalam teknik analisis dengan GC. Jenis gas yang digunakan berbeda-beda sesuai dengan tipe detektor dan tujuan analisis (**Tabel 4**). Gas harus memenuhi syarat: (1) gas sesuai dengan detektor

yang digunakan, (2) inert, (3) kering dan (4) murni. Helium merupakan pilihan utama, nitrogen sebagai alternatif. Pada Tabel 6 disajikan jenis-jenis CG yang umum digunakan pada analisis residu pestisida dengan tingkat kemurnian yang sangat tinggi. Jika perlu gunakan sistem filter untuk CG.

Tabel 4. Jenis detektor dan gas yang dibutuhkan

Detektor	Gas pembawa	Gas pembakar	Gas pendukung
TCD	He*	-	-
FID	N ₂ atau He	H ₂	Udara
ECD	N ₂	-	-
FPD	N ₂ or He	H ₂	Udara atau O ₂

* N₂ atau Ar digunakan dalam penetapan H₂

Tabel 5. Jenis Gas dan tekanan yang di butuhkan

Gas	Tekanan Gas
Gas pembawa	7 kg/cm ² atau lebih
Gas pembakar	2 kg/cm ² atau lebih
Gas pendukung	2 kg/cm ² atau lebih

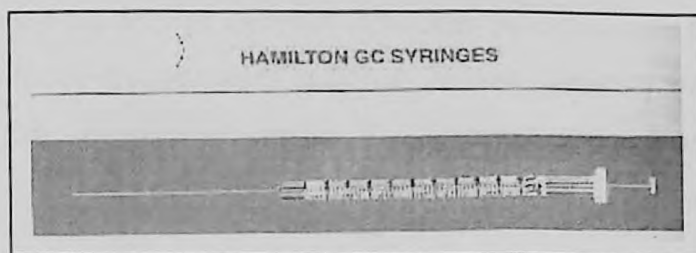
Tabel 6. Jenis Carrier Gas, kemurnian dan zat pengotornya.

Carrier Gas	Kemurnian (%)	Zat pengotor (impuritis)
He	99,9995 – 99,9999	0,1 ppm (Ar, N ₂ , H ₂) 5,0 ppm (Ne)
N ₂	99,9995	0,5 ppm (O ₂ , CO ₂) 5,0 ppm (H ₂ , Ar, Ne, He)
Ar	99,9997 – 99,9999	0,1 ppm (CO ₂) 3,0 ppm (N ₂ , H ₂)

7.3. Injektor Sampel

Injektor dilengkapi dengan blok pemanas. Blok pemanas akan memanaskan injektor sehingga sampel akan mudah menguap. Suhu injektor biasanya 20 - 50°C di atas suhu kolom, agar sampel yang menguap segera masuk ke kolom. Suhu injektor harus lebih tinggi dari titik didih seluruh senyawa yang dianalisis. Sampel cair diinjeksikan melalui septum, menguap, dan didorong oleh CG masuk ke kolom melalui septum. Septum perlu diganti setelah beberapa kali injeksi untuk mencegah kebocoran gas. Injeksikan sampel dengan ketepatan yang sangat tinggi. Injeksi sampel ke dalam GC

umumnya menggunakan alat mikro siring dengan teknik perangkap udara untuk menghindari efek destilasi (tertinggalnya sampel) di dalam jarum suntik (**Gambar 12**).



Gambar 12. Alat jarum suntik atau mikro siring

7.4. Kolom

Kolom adalah tempat terjadinya pemisahan senyawa-senyawa. Terbuat dari baja tahan karat, gelas, tembaga, aluminium atau teplon.

7.4.1. Jenis kolom

1. Kolom jejal (*packed column*)
 - Kolom berisi adsorbent (GSC)
 - Kolom berisi padatan inert dilapisi fase cair yang tidak menguap (GLC)
 - Panjangnya antara 0,7 sampai 2 m
2. Kolom terbuka (*open tubular column*)
 - Bagian tengah kolom kosong, medium pemisah dilapiskan pada dinding dalam kolom
 - Panjangnya antara 30 sampai 5 meter
 - Karena kolom ini tipis dan panjang sekali, maka kolom ini disebut kolom kapiler
 - Jenisnya ada WCOT (*wall-coated open tubular column*) atau SCOT (*suport-coated open tubular column*).

7.4.2. Pemanas Kolom (Oven)

Pemanas kolom berfungsi untuk mengendalikan suhu kolom. Pada suhu lebih tinggi, sampel akan keluar lebih cepat dari kolom. Suhu mungkin dipertahankan tetap (*isothermal*), atau terprogram (*temperatur programing*).

Dengan suhu terprogram, misalnya 80 – 170°C dengan kecepatan 4°C per menit, sampel yang tertinggal jauh di belakang dapat menjadi lebih dekat.

Dua hal yang tidak diinginkan yang mungkin terjadi pada isothermal, yaitu: Dalam hal komposisi tidak diketahui, senyawa bertitik didih tinggi mungkin tidak sempat keluar pada satu operasi, dan akan keluar pada beberapa operasi kemudian. Puncak-puncak yang keluar lebih tajam, berdekatan, dan sulit dipisahkan. Masalah ini diperbaiki pada suhu terprogram.

7.4.3. Memilih suhu kolom yang sesuai

Suhu kolom harus cukup tinggi untuk mengelusi senyawa-senyawa dalam waktu yang tidak terlalu lama tanpa menyebabkan penguraian sampel dan tanpa menyebabkan bleeding yang berlebihan. Suhu kolom harus cukup rendah sehingga pemisahan yang diinginkan dapat diperoleh (Suhu kolom yang lebih rendah umumnya lebih baik, karena kelarutan senyawa yang tinggi dalam fase stasioner). Dalam beberapa hal tidak mungkin menggunakan suhu rendah, misalnya Carbowax 20M akan memadat pada suhu < 50°C sehingga daya pemisahannya berkurang.

7.4.4. Memilih Fase Cair (Kolom)

Fase cair dapat bersifat polar atau non-polar. Untuk memilih fase cair, **INGAT: *Like dissolves like***, jadi fase cair yang polar untuk sampel polar, sebaliknya fase cair yang non polar baik untuk sampel yang non polar. Contoh: squalane untuk pemisahan hidrokarbon, carbowax untuk alkohol, dan poliester untuk metil ester asam lemak.

Tabel 7. Contoh kolom untuk Analisis Kromatografi Gas.

Jenis kolom	Fase diam (cair)	Aplikasi	Temperatur (°C)
OV-1	Metil silikon	Hidrokarbon, steroid, alkaloid	50 – 310
OV-17	Fenil, metil silikon	Pestisida, steroid, alkaloid	0 - 300
OV-101	Metil silikon	Hidrokarbon	10 - 300
OV-210	Silikon	Pestisida	10 - 270
OV-225	Fenil, sianopropil, metil silikon	Pestisida	10 - 230
DC-11	Silikon	Pestisida	10 – 250
DC-200	Silikon	Pestisida	10 - 210
EGA	Etilen glikol adipat	Asam Amino	
DEGS	Dietil glikol suksinat	Ester asam lemak	20 - 210
SE-30	Metil silikon	Senyawa dengan titik didih tinggi, gula	50 - 350

7.4.5. Cara Memilih Kolom

Tidak ada prosedur khusus untuk menentukan kondisi suatu analisis. Studi pustaka dari penelitian yang telah dilakukan sangat menolong upaya untuk mendapatkan kolom dan kondisi optimumnya. Jika tidak tersedia informasi, tahap berikutnya adalah melakukan percobaan pendahuluan dan mempelajari kromatogram yang diperoleh.

Pelajari: Simetri puncak, waktu analisis, derajat pemisahan senyawa. Jika puncak berekor sangat parah, kolom tidak sesuai. Untuk mengurangi ekor, lakukan derivatisasi.

Jika sampelnya sangat asam, isi kolom harus juga bersifat asam, dan sebaliknya jika basa. Jika sampel mengandung gugus hidroksil seperti alkohol, sangat menolong jika kolom juga mengandung gugusan hidroksil seperti Carbowax. Jika jenis pengisi kolom sudah diketahui, tentukan konsentrasi fase stasionernya (**Tabel 8**). Dalam analisis isothermal, untuk senyawa campuran sampai C₆, konsentrasi fase stasioner 15%, dari C₆ sampai C₂₀ gunakan 10%, dan di atas C₂₀ gunakan 3 – 5% tergantung BM dan polaritas senyawa.

Tabel 8. Jenis Fase Stasioner untuk berbagai senyawa

Jenis Senyawa	Fase stasioner
Asam C1 – C6	Porapak Q, SP-1200/H ₃ PO ₄
Asam > C6	DEGS-PS
Alkohol C1 – C5	Chromosorb 102, Carbopack C/ 0,2% Carbowax 1500
Alkohol > C6	SP-2100, SP-2300, 10% Carbowax 20M
Karbohidrat TMS	15% SP-2330, 15% Silar 9C
Ester asam lemak	10% SP-2330, DEGS
Pestisida	1,5% SP-2250/1,95% SP-2401
Steroid	3% SP-2100, 3% SP-2250

7.4.6. Conditioning

Conditioning carbowax, poliester, dan polifenil ester dilakukan pada suhu operasi kolom. Untuk silikon seperti OV, SE-30, Silar, dan SP dilakukan pemanasan secara perlahan-lahan sampai sedikit di atas suhu operasi selama 1 samapi 2 jam, kemudian siap dipakai.

Perhatikan !!

- **Jangan** digunakan suhu terlalu tinggi, karena hanya akan memperpendek umur kolom.
- **Jangan** mengeluarkan kolom dari kromatografi gas dalam keadaan masih panas.

Prosedur Baku: matikan oven dan pemanas injektor, buka kolom biarkan menjadi dingin selama 30 menit sambil *carrier gas* dialirkan, matikan aliran *carrier gas*, buka kolom, dan tutup ujung-ujungnya.

7.4.7. Karakteristik Separasi Kolom

Untuk mendapatkan hasil pemisahan optimum di dalam kolom GC perlu diperhatikan 3 (tiga) hal, yaitu: (1) efisiensi, (2) resolusi dan (3) selektifitas.

Efisiensi adalah kemampuan kolom untuk menghasilkan puncak-puncak yang tajam.

Resolusi adalah kemampuan kolom untuk memisahkan 2 (dua) puncak dari yang lainnya.

Selektifitas adalah kemampuan kolom untuk menetapkan perbedaan kimia dan/atau fisik dari 2 (dua) puncak.

7.4.8. Efisiensi kolom

Efisiensi kolom tergantung pada pelarut, (ukuran) sampel, suhu, dan kecepatan aliran gas pembawa. Efisiensi kolom diukur sebagai jumlah pelat/lempeng teoritis (N). Semakin banyak lempeng teoritis berarti puncak yang diperoleh semakin tajam dan sempit.

$$N = 16 (t_R/W_b)^2$$

dimana:

N	=	jumlah lempeng teoritis
t_R	=	waktu retensi
W_b	=	lebar dasar puncak

Jumlah lempeng teoritis dapat diperbesar jumlahnya dengan cara sebagai berikut:

- (1) Menggunakan kolom yang lebih panjang
- (2) Menggunakan kolom dengan diameter yang lebih kecil
- (3) Memperkecil jumlah sampel yang diinjeksikan
- (4) Memilih laju aliran gas pembawa yang optimum
- (5) Memilih fase cair dengan viskositas rendah
- (6) Memilih bahan penyangga atau bahan pengemas yang mempunyai ukuran dengan kisaran sempit, misalnya 80-100 mesh.
- (7) Menggunakan suhu yang terprogram

Jumlah lempeng teoritis berbanding terbalik dengan HETP (*Height Equivalent to a Theoretical Plate*) artinya makin besar N maka nilai HETP makin kecil. Nilai HETP minimum diperoleh pada saat laju aliran gas pembawa optimum.

Rumus HETP adalah:

$$HETP = L/N$$

dimana:

HETP	=	panjang setara lempeng teoritis
L	=	panjang kolom
N	=	jumlah lempeng teoritis

Tabel 9. Klasifikasi efisiensi kolom jejal dan kolom kapiler

Efisiensi kolom	Kolom jejal		Kolom kapiler	
	N	HETP (cm)	N	HETP (cm)
Sangat Baik	>500	<0,06	>5000	<2x10 ⁻⁴
Baik	300-500	0,06-0,10	3000-5000	2-3x10 ⁻⁴
Cukup	200-300	0,10-0,15	2000-3000	3-5x10 ⁻⁴
Kurang baik	<100	>0,03	<1000	>1x10 ⁻³

7.4.9. Resolusi

Resolusi dapat ditentukan dari perbedaan waktu retensi (Δt) dibagi dengan rata-rata lebar dasar puncak seperti pada rumus berikut:

$$R = \Delta t / \frac{1}{2} (W_{b1} + W_{b2})$$

Nilai resolusi sebesar 1,5 menunjukkan bahwa tumpang tindih dari dua puncak komponen senyawa sebesar 0,3%, hal ini dapat dikatakan bahwa kedua komponen sudah terpisah sempurna. Tingkat pemisahan dengan nilai $R = 1$ dan tumpang tindih senyawa sebesar 2% untuk kebanyakan analisis sudah memadai. Apabila nilai R semakin lebih kecil dari satu, pertumpangtindihan semakin besar, dan akhirnya bila R mencapai nilai 0,75 (pertumpangtindihan 50%), maka pemisahan sudah tidak lagi memadai.

Terdapat dua cara untuk meningkatkan resolusi, yaitu:

- (1) Memperbesar Δt dengan cara memilih fase cair lebih selektif lagi sehingga kedua puncak terpisah.
- (2) Menurunkan nilai W_b seminimal mungkin dengan cara meningkatkan jumlah lempeng teoritis.

7.5. Detektor

Detektor berfungsi untuk mendeteksi dan memberikan sinyal listrik jika komposisi gas yang keluar dari kolom berubah. Jenis detektor yang digunakan tergantung pada penerapannya, khususnya kepekaan mendeteksi senyawa yang dianalisis (Tabel 10).

Jenis detektor yang paling umum:

1. **TCD** (*Thermal Conductivity Detector*)
2. **FID** (*Flame Ionization Detector*)

3. **ECD** (*Electron Captured Detector*)
4. **FPD** (*Flame Photometric Detector*)
5. **NPD** (*Nitrogen Phosphorus Detector*)
6. **ELCD** (*Electrolytic Conductivity Detector*)
7. **PID** (*Photoionization Detector*)
8. **MSD** (*Mass Selective Detector*)
9. **IRD** (*Infrared Detector*)
10. **AED** (*Atomic Emission Detector*)

7.5.1. TCD

Bekerja berdasarkan penyerapan panas oleh gas sehingga dapat mendinginkan filamen panas pada detektor. Jika komposisi gas berubah karena senyawa terpisahkan yang dibawanya, maka kemampuan penyerapan panas oleh gas dari filamen juga berubah. Perubahan suhu filamen inilah yang diukur melalui pengukuran tahanan filamen. Sifatnya universal dan non-destruktif.

7.5.2. ECD

ECD dilengkapi dengan sumber radioaktif H^3 , Ni^{63} atau Kr^{85} yang menghasilkan elektron jika menembak nitrogen dari *carrier gas*. Elektron akan ditangkap oleh molekul dalam detektor membentuk ion-ion negatif atau atom bermuatan yang stabil. Hanya molekul yang mempunyai elektronegatifitas yang tinggi yang dapat menangkap elektron. Detektor ini bersifat selektif, yaitu peka terhadap gugusan berhalogen (I, Br, Cl, dan F), nitrat, karbonil konyugasi. Detektor ini sesuai untuk analisis pestisida berhalogen. Detektor ini tidak peka terhadap senyawa yang afinitasnya terhadap elektron rendah, misalnya hidrokarbon, amina, dan keton. Bagan detektor ECD disajikan pada **Gambar 13**.



Gambar. 13. Bagan detektor ECD

7.5.3. FID

Detektor yang paling banyak digunakan, sifatnya hampir universal. Memberikan respon pada semua senyawa kecuali beberapa gas yang termasuk ke dalam gas permanen seperti N_2 , oksida nitrogen, H_2S , SO_2 , CO , CO_2 . Sifatnya sangat peka tetapi destruktif. Bekerja karena terjadinya ionisasi senyawa yang dianalisis dalam api. Beberapa keuntungan FID, yaitu: (1) memberikan respon pada hampir semua senyawa organik, dengan kepekaan relatif sama, (2) tidak memberikan respon pada kotoran gas, (3) pengaruh perubahan aliran, tekanan, dan suhu terhadap detektor sangat rendah, (4) baseline pada rekorder stabil dan (5) mudah disetel.

Tabel 10. Sensitifitas dari beberapa jenis detektor

Detektor	Sensitifitas				
	10^{-15} fg pptrillion	10^{-12} pg ppb	10^{-9} ng ppm	10^{-6} μ g ppthousand	10^{-3} mg persen
TCD			●		●
FID		●			●
ECD	●		●		
FPD			●	●	
NPD	●			●	
PID		●	●		
ELCD		●		●	
MSD		●		●	
AED		●	●		

7.6. Akuisisi Data

Akuisisi (perolehan) data dari analisis KGC akan dicatat dan diolah oleh alat, yaitu: (1) rekorder dan (2) integrator.

7.6.1. Rekorder

Rekorder berfungsi sebagai pengubah sinyal dari detektor yang diperkuat melalui elektrometer menjadi bentuk grafik/kromatogram. Dari kromatogram yang diperoleh dapat dilakukan analisis kualitatif dan kuantitatif. Analisis kualitatif dilakukan dengan membandingkan waktu retensi sampel dengan standar.

Analisis kuantitatif dilakukan dengan menghitung luas area di bawah kurva dari beberapa standar dan memplotkannya menjadi suatu kurva kalibrasi. Luas area di bawah kurva dari sampel kemudian dibandingkan dengan kurva kalibrasi untuk selanjutnya dihitung konsentrasinya. Contoh-contoh kromatogram dari beberapa standar pestisida disajikan pada **Lampiran 3**.

7.6.2. Integrator

Integrator fungsinya seperti rekorder ditambah dengan kemampuan untuk mengolah data yang besar dalam waktu relatif singkat. Integrator komputer mempunyai kemampuan untuk menyimpan data yang dapat dipanggil kembali sewaktu-waktu diperlukan.

DAFTAR PUSTAKA

- Adjuwana, H.** 1994. Kromatografi Gas Cairan. Pelatihan Peningkatan Pengetahuan dan Ketrampilan Aplikasi Teknik Peralatan Laboratorium. Proyek Pembangunan Penelitian Pertanian Nasional bekerjasama dengan Faperta IPB dan Pusat Penelitian Tanah dan Agroklimat.
- Dedi, F.** 1994. Kromatografi Gas. Pelatihan Peningkatan Ketrampilan Tenaga Teknisi Lingkup Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian dalam Bidang Analisa Kimia. Proyek Pembangunan Penelitian Pertanian Nasional bekerjasama dengan FMIPA IPB dan Balittan Bogor.
- Diaz, A.N., A. G. Pareja and F.G. Sanches.** 1997. Liquid and Gas Chromatographic Multi-residue Pesticide Determination in Animal Tissues. *Pestic. Sci.* 49: 56-64.
- Dirlintan** (Direktorat Perlindungan Tanaman). 2006. Metode Pengujian Residu Pestisida Dalam Hasil Pertanian. Deptan, Jakarta. pp 283
- IUPAC**, 1996. Glossary of Term Relating to Pesticides. *Pure & Appl. Chem.* Vol. 68, No. 5, pp. 1167-1193.
- FFTC.** 1999. Appropriate Pesticide Use and Analytical Method of Pesticide Residue. Taiwan, Republic of China.
- Komisi Pestisida.** 1997. Metode pengujian residu pestisida dalam hasil pertanian. Departemen Pertanian, Jakarta. p 240-245.
- Mann, J.B.** 1978. Manual for Training in Pesticide Analysis. University of Miami School of Medicine Departemen of Epidemiology and Public Health.
- Matsumura, F.** 1985. Toxicology of Insecticides. Second Editions. Plenum Press. New York. . P. 598
- McEwen, F.L. and Stephenson, G.R.** 1979. The Use and Significance of Pesticide in the Environment. John Wiley & Sons. New York. P 237.
- Permadi, W.** 1995. Aspek Praktis, Instrumentasi, Aplikasi Kromatografi Gas, Kromatografi Cair Kinerja Tinggi dan Kromatografi Ion. PT. Futurinsan Sonsindo.
- Steer, B.D. and M.A. Pinnegar.** 1980. Gas Chromatographic Analysis of Agrochemicals and Consumer Products. Sittingbourne Research Centre. Second Edition.
- Suzuki, K.** 1979. Multiresidue Analytical Method for Pesticides. Review of Plant Protection Research Tokyo, Japan. 12: 122-145.

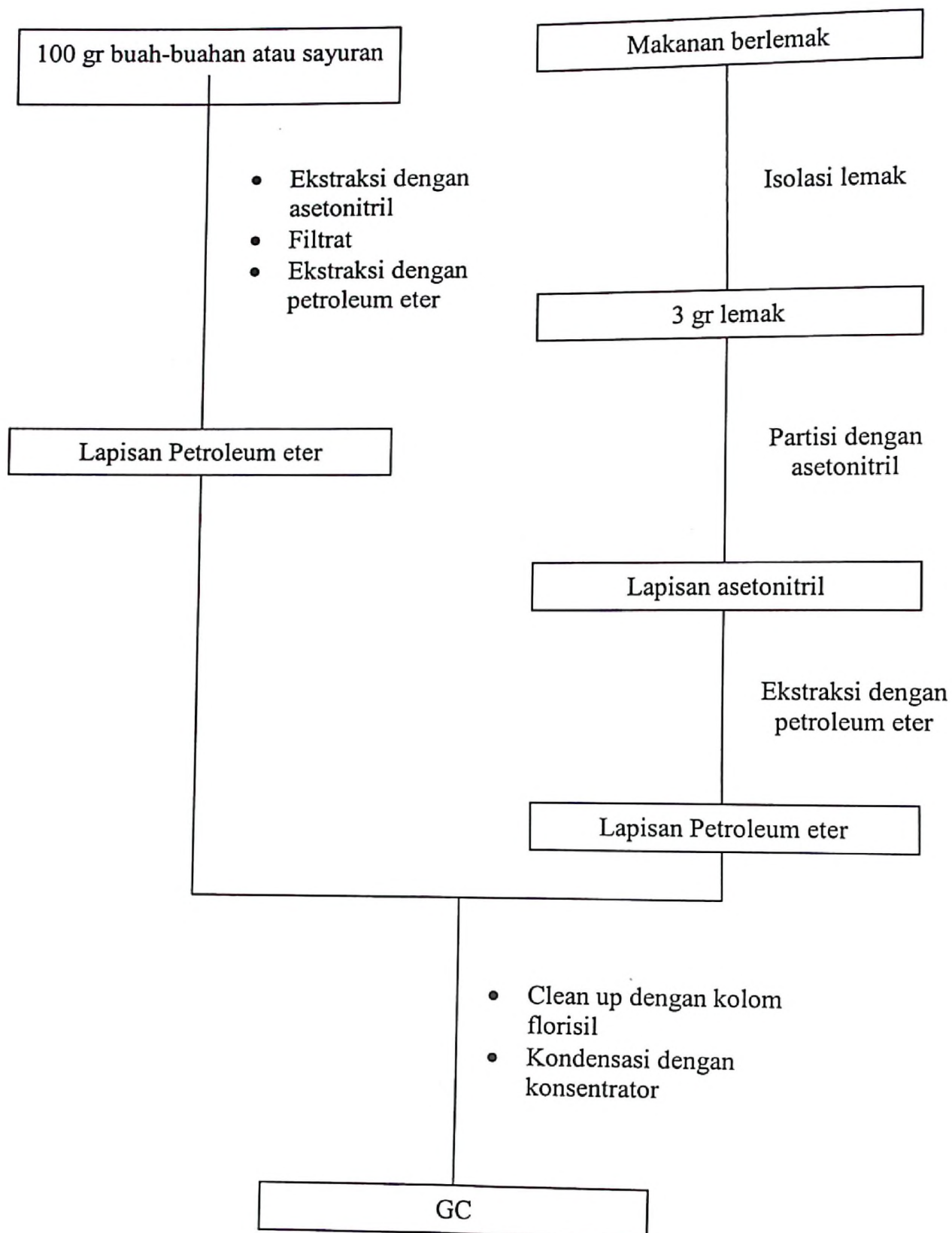
LAMPIRAN-LAMPIRAN

Lampiran 1. Kondisi dan lama penyimpanan contoh berbagai hasil pertanian untuk analisis residu pestisida

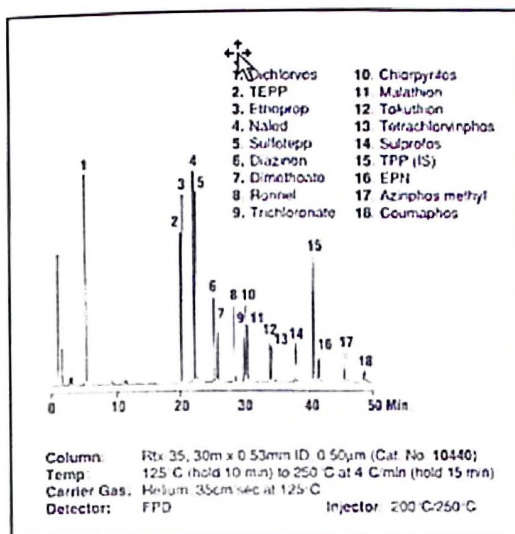
No.	Komoditas	Jenis Pestisida	Penyimpanan	
			Kondisi	Lama
1.	Hasil Pertanian Basah	organoklor	dingin, + 4°C	14 hari
			beku, - 40°C	30 hari
		organofosfat	dingin, + 4°C	7 hari
			beku, - 40°C	7 hari
		garam asam klorofenoksi	dingin, + 4°C	14 hari
				30 hari
		ester asam klorofenoksi	dingin, + 4°C	segera
			beku, - 40°C	segera
		karbamat dan urea	dingin, + 4°C	segera
			beku, - 40°C	
		Triazin	dingin, + 4°C	segera
			beku, - 40°C	
		fumigan	dingin, + 4°C	segera
			beku, - 40°C	
2.	Hasil Pertanian Kering	organoklor	dingin, + 4°C	14 hari
			beku, - 40°C	60 hari
		organofosfat	dingin, + 4°C	7 hari
			beku, - 40°C	7 hari
		garam asam klorofenoksi	dingin, + 4°C	14 hari
			beku, - 40°C	60 hari
		ester asam klorofenoksi	dingin, + 4°C	segera
			beku, - 40°C	
		karbamat dan urea	dingin, + 4°C	segera
			beku, - 40°C	
		Triazin	dingin, + 4°C	segera
			beku, - 40°C	
		fumigan	dingin, + 4°C	segera
			beku, - 40°C	

Sumber: Direktorat Perlindungan Tanaman (2006)

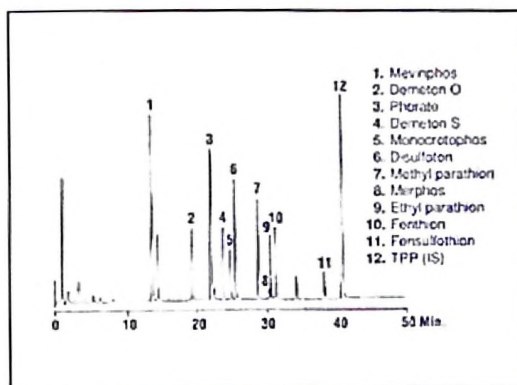
Lampiran 2. Bagan Prosedur Analisis Multi Residu Pestisida dari AOAC



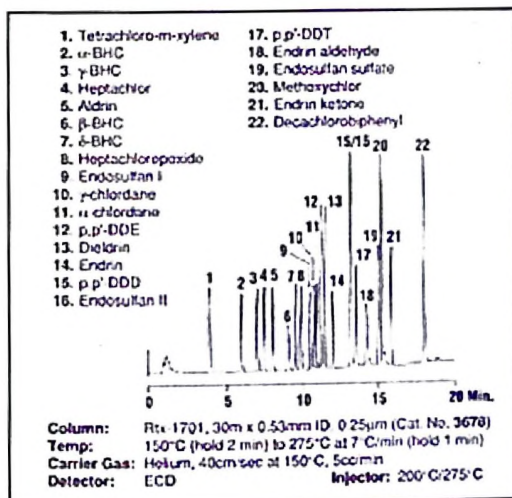
Lampiran 3. Contoh-contoh kromatogram dari standar organofosfat, organoklorin, karbamat dan herbisida.



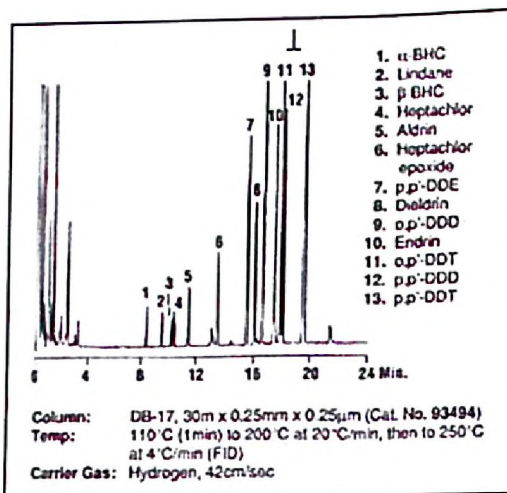
Gambar 14. Kromatogram dari standar organofosfat campuran A



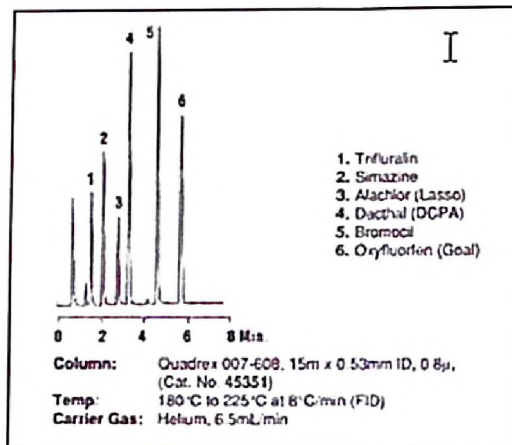
Gambar 15. Kromatogram dari standar organofosfat campuran B



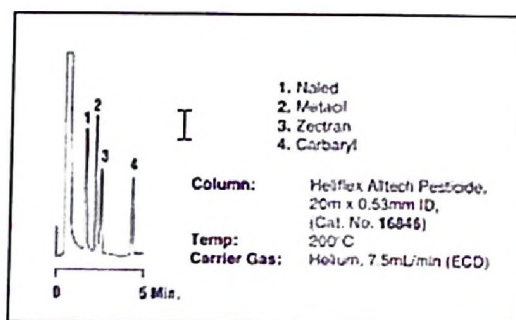
Gambar 16. Kromatogram dari standar organoklorin



Gambar 17. Kromatogram dari standar organoklorin



Gambar 18. Kromatogram dari standar herbisida



Gambar 19. Kromatogram dari standar karbamat

Lampiran 4. Batas Maksimum Residu (BMR) Pestisida pada Beberapa Komoditas

No.	Jenis Pestisida	Komoditas	Batas Maksimum Residu (mg/kg)
1.	Aldikarb	bawang bombay	0,05
		biji-bijian (kering)	0,1
		buncis (kering)	0,1
		jagung	0,05
		jagung (pakan ternak)	5
		jeruk	0,2
		kacang kedelai (kering)	0,02
		kacang tanah	0,05
		kentang	0,5
		nenas	0,5
		pisang	0,5
		sorgum	0,2
		tomat	0,5
		ubi jalar	0,1
2.	Aldrin	asparagus	0,1
		bawang bombay	0,1
		biji-bijian	0,02
		brokoli	0,1
		buah-buahan	0,05
		kentang	0,1
		ketimun	0,1
		kubis	0,1
		kubis bunga	0,1
		lobak	0,1
		selada	0,1
		terung	0,1
		wortel	0,1
3.	Bendiokarb	beras	0,02
		gandum	0,05
		jagung	0,05
		kentang	0,05
		padi (pakan ternak)	1
4.	Benomil	advokat	0,5
		anggur	10
		apel	5
		asparagus	0,1
		bawang bombay	2
		beras	0,5
		gandum	0,5
		jeruk	10
		kacang tanah	0,1
		kacang-kacangan	2
		kacang kedelai	0,2

		kentang	3
		ketimun	0,5
		mangga	2
		melon	2
		nanas	20
		pisang	1
		selada	3
		seledri	2
		terung	0,5
		tomat	5
5.	BHC	daging	0,3
		susu	0,3
		telur	0,3
6.	2,4-D	arbei	0,1
		biji-bijian	0,1
		gabah	0,05
		gandum	0,5
		jagung	0,05
		jeruk	2
		kentang	0,2
		sorgum	0,05
7.	DDT	biji-bijian	0,1
		buah (kecuali anggur)	1
		sayuran	1
8.	Deltametrin	anggur	0,05
		apel	0,05
		arbei	0,05
		biji-bijian	1
		buncis (kering)	1
		gandum	5
		jeruk (manis, masam)	0,05
		kacang (minyak biji)	0,1
		kacang kapri	1
		kacang tanah	0,01
		kakao (biji)	0,05
		kopi (biji)	2
		melon	0,01
		nenas	0,01
		persik	0,05
		pisang	0,05
		sayuran berakar umbi	0,01
		sayuran berbuah cucurbita	0,2
		sayuran brassica	0,2
		sayuran daun-daunan	0,05
		sayuran legum	0,05
		sayuran umbi-umbian	0,1

		tea	10
9.	Diazinon	beras	
		buah-buahan	0,1
		gandum	0,5
		jagung manis	0,1
		jeruk	0,7
		kacang tanah	0,7
		kapas (biji)	0,1
		kemiri	0,1
		kenari	0,1
		kubis	0,1
		persik	0,7
		sayuran	0,7
			0,5
10.	Dieldrin	asparagus	
		bawang bombay	0,1
		biji-bijian	0,1
		brokoli	0,02
		buah-buahan	0,1
		kembang kol	0,05
		kentang	0,1
		ketimun	0,1
		kubis	0,1
		lobak	0,1
		padi	0,1
		selada	0,02
		terung	0,1
		wortel	0,1
11.	Diiflubenzuron	apel	
		jeruk	1
		kacang kedelai	0,1
		kapas (biji)	0,2
		kubis	1
		tomat	1
12.	Diklorvos	biji-bijian	
		buah-buahan	2
		kacang kedelai (kering)	0,1
		kacang tanah	2
		kakao (biji)	2
		kopi (biji)	5
		sayuran	2
		selada	0,5
13.	Dikofol	arbei	
		buah-buahan	1
		ketimun	5
		sayur-sayuran	2
			5

		teh	5
		tomat	1
			0,1
14.	Dikuat	bawang bombay	0,2
		beras	2
		gandum	0,1
		jagung	0,1
		kacang kapri	0,5
		kacang-kacangan	0,2
		kentang	0,05
		sayur-sayuran	2
		sorgum	
			1
15.	Dimetoat	anggur	1
		apel	1
		arbei	1
		bawang bombay	0,2
		bayam	1
		jeruk	2
		kacang kapri	0,5
		kentang	0,05
		kubis daun	0,5
		pisang	1
		seledri	1
		tomat	1
		wortel	1
16.	Ditiokarbamat	anggur	5
		apel	3
		arbei	3
		gandum	0,2
		kacang-kacangan	0,5
		kentang	0,1
		ketimun	0,5
		melon	1
		nanas	1
		persik	3
		pisang	1
		selada	5
		seledri	5
		tomat	3
		wortel	0,5
17.	Endosulfan	bawang bombay	0,2
		bayam	2
		beras	1
		buah-buahan	2
		kacang kapri	0,5
		kapas (biji)	1
		kentang	0,2

		kubis daun	1
		sayur-sayuran	2
		selada	1
		seledri	2
		teh	30
		ubi jalar	0,2
		wortel	0,2
18.	Endrin	apel	0,02
		barley	0,02
		beras	0,02
		gandum	0,02
		jagung	0,02
		kapas (biji)	0,1
19.	Etion	anggur	2
		apel	2
		arbei	2
		bawang bombay	1
		bawang putih	1
		cengkeh	1
		jeruk	2
		kacang-kacangan	2
		kapas (biji)	0,5
		ketimun	0,5
		melon	2
		persik	1
		teh	5
		tomat	2
20.	Etrimfos	anggur	0,2
		apel	1
		barley	5
		bawang bombay	0,1
		gabah	0,1
		gandum	5
		jagung	5
		kacang kapri	0,2
		kacang kedelai	0,01
		kacang-kacangan	0,2
		kentang	0,1
		ketimun	0,1
		kol rabi	0,01
		kubis	0,1
		kubis bunga	0,05
		kubis cina (petsai)	0,1
		kubis tunas	0,05
		lobak (biji)	10
		lobak (minyak makan)	0,5
		persik	0,05

		selada	0,5
		tomat	0,2
			0,5
21.	Fenitrothion	anggur	0,5
		apel	0,5
		arbei	0,5
		bawang bombay	0,05
		beras	1
		biji-bijian	10
		gandum	2
		jeruk	2
		kacang kapri	0,5
		kacang kedelai	0,1
		kakao (biji)	0,1
		kentang	0,05
		ketimun	0,05
		kubis	0,5
		kubis bunga	0,1
		lobak	0,2
		persik	1
		selada	0,5
		teh	0,5
		terung	0,1
		tomat	0,5
22.	Fention	anggur	0,5
		apel	2
		arbei	2
		bawang bombay	0,1
		beras	0,1
		gandum	0,1
		jeruk	2
		jus jeruk	0,2
		kacang kapri	0,5
		kacang-kacangan	0,1
		kentang	0,05
		kubis	1
		kubis bunga	1
		persik	2
		pisang	1
		selada	2
		tomat	0,5
		ubi jalar	0,1
23.	Fentoat	beras	0,05
		jeruk	1
24.	Fenvalerat	alfalfa (pakan ternak)	20
		arbei	1
		biji-bijian	2

		brokoli	
		buncis	2
		gandum	0,1
		jagung manis	2
		jeruk	0,1
		jeruk	2
		kacang kapri	0,1
		kacang kedelai (kering)	0,1
		kacang tanah	0,1
		kapas biji	0,2
		ketimun	0,2
		kubis	0,2
		kubis cina (pet sai)	3
		kubis tunas	1
		melon	2
		persik	0,2
		selada (bunga)	5
		seledri	2
		semangka	2
		tomat	0,5
			1
25.	Glifosat	barley	20
		beras	0,1
		gandum	5
		jagung manis	0,1
		kacang kapri (kering)	5
		kacang kedelai (kering)	5
		kacang-kacangan	2
		kapas (biji)	0,5
		lobak (biji)	10
		sorgum	0,1
26.	Heptaklor	biji-bijian	0,02
		jeruk	0,01
		kapas (biji)	0,02
		kacang kedelai	0,02
		nenas	0,01
		sayuran	0,05
		tomat	0,02
		wortel	0,2
27.	Kaptan	anggur (kering)	5
		apel	25
		arbei	20
		bayam	20
		jeruk	15
		kentang	20
		ketimun	10
		persik	15
		selada	10

		tomat	15
			5
28.	Karbaril	anggur	5
		apel	7
		arbei	10
		asparagus	5
		beras	5
		gandum	1
		jagung manis	7
		jeruk	1
		kacang kapri	2
		kacang tanah	5
		kacang-kacangan	1
		kacang kedelai (kering)	1
		kapas (biji)	0,2
		kentang	3
		ketimun	5
		kubis	3
		labu	2
		lobak	3
		melon	10
		persik	5
		pisang	10
		sayuran berdaun	10
		sorgum	100
		sorgum (pakan ternak)	5
		tomat	2
		wortel	
29.	Karbendazim	advokat	0,5
		asparagus	0,1
		bawang bombay	2
		buncis	2
		Kacang tanah	0,1
		Kacang kedelai	0,2
		kentang	3
		ketimun	0,5
		mangga	2
		melon	2
		pisang	1
		terung	0,5
30.	Karbofuran	arbei	0,1
		barley	0,1
		Bawang bobay	0,1
		beras	0,2
		gandum	0,1
		Jagung manis	0,1
		Jagung (tepung)	0,1
		Kacang tanah	0,1

		Kacang kedelai	0,2
		kentang	0,5
		Kopi (biji)	0,1
		kubis	0,5
		Kubis bunga	0,2
		pisang	0,1
		selada	0,1
		teh	0,1
		tembakau	0,1
		terung	0,1
		tomat	0,1
		wortel	0,5
31.	Karbosulfan	jeruk	2
32.	Kartap	anggur	1
		beras	0,1
		Jagung manis	0,1
		jahe	0,1
		kentang	0,1
		kubis	0,2
		Kubis cina	2
		lobak	1
		teh	20
33.	Klordan	arbei	0,05
		asparagus	0,05
		bayam	0,05
		beras	0,02
		Buah-buahan dan sayur-sayuran	0,02
		cengkeh	0,02
		delima	0,02
		gandum	0,02
		jagung	0,02
		Jambu biji	0,005
		jeruk	0,02
		kacang kapri	0,02
		kacang-kacangan	0,02
		kakao	0,05
		kacang kedelai (minyak makan)	0,02
		kacang kedelai (minyak mentah)	0,05
		kentang	0,1
		ketimun	0,05
		kubis	0,05
		Kubis bunga	0,05
		lobak	0,05
		mangga	0,05

		melon	0,05
		nenas	0,05
		pepaya	0,05
		pisang	0,05
		selada	0,05
		seledri	0,02
		tomat	0,1
		wortel	
34.	Klorotalonil	arbei	10
		bawang bombay	5
		biji-bijian	0,2
		bit gula	1
		jagung manis	1
		jeruk	5
		kacang hijau	5
		kacang tanah	0,1
		kacang tanah	0,5
		kacang-kacangan	5
		kangkung	10
		kentang	0,1
		ketimun	5
		kubis	5
		kubis bunga	5
		labu	5
		melon	5
		pisang	0,2
		selada	10
		seledri	15
		semangka	10
		tomat	5
		wortel	1
35.	Klorpirifos	anggur	1
		apel	1
		bawang bombay	0,05
		beras	0,1
		bit gula	0,05
		jeruk	0,03
36.	Klorpirifos metil	apel	0,5
		beras	0,1
		gandum	10
		jagung	10
		kacang-kacangan	0,1
		kubis	0,1
		lobak	0,1
		sawi, petsai	0,1
		selada	0,1
		teh	0,1

		terung	
		tomat	0,1
		kacang-kacangan	0,5
		kapas (biji)	0,2
		kentang	0,5
		kubis	0,05
		kubis bunga	0,05
		sawi, petsai	0,05
		selada	1
		seledri	0,1
		terung	0,05
		tomat	0,2
		wortel	0,5
			0,5
37.	Lindan	anggur	0,5
		apel	0,5
		arbei	3
		bayam	2
		biji-bijian	0,5
		buncis	1
		kacang kapri	0,1
		kakao (biji)	1
		kentang	0,05
		ketimun	0,2
		kubis	0,5
		kubis bunga	0,5
		lobak	1
		per	0,5
		pruim	0,5
		selada	2
		tomat	2
		wortel	0,2
38.	Malation	anggur	0
		apel	2
		arbei	1
		bayam	8
		biji-bijian	8
		brokoli	5
		buah-buahan (kering)	8
		jeruk	4
		kacang kapri	0,5
		kacang-kacangan	2
		kubis	8
		kubis bunga	0,5
		sayuran berakar berumbi	0,5
		selada	8
		seledri	1
		terung	0,5
		tomat	3

			10
39.	Metakrifos	biji-bijian	5
		kacang kapri (kering)	1
		kacang tanah	10
		kakao (biji)	
			0,2
40.	Metalaksil	advokat	1
		anggur	0,05
		Apel	0,2
		arbei	0,05
		asparagus	0,05
		bawang bombay	0,05
		biji-bijian	5
		jeruk	0,05
		kacang kapri	0,05
		kacang kedelai	0,1
		kacang tanah	0,2
		kakao (biji)	0,05
		kapas (biji)	0,05
		kentang	0,5
		ketimun	0,5
		kubis bunga	0,2
		kubis tunas	0,2
		labu	0,2
		melon	2
		selada	0,2
		semangka	0,5
		tomat	0,05
		wortel	
41.	Metamidofos	alfalfa (makanan ternak)	0,5
		jeruk	0,05
		kacang kedelai (kering)	0,1
		kapas (biji)	0,1
		kentang	1
		ketimun	1
		kubis bunga	1
		kubis tunas	0,1
		lobak (biji)	0,5
		melon	1
		selada	2
		seledri	0,05
		semangka	1
		terung	0,01
		tomat	
42.	Metidation	advokat	0,2
		anggur	0,2
		apel	0,5
		gandum	0,1

		jagung	0,1
		jeruk	2
		kacang kapri	0,1
		kacang-kacangan	0,1
		kapas (biji)	0,2
		kentang	0,02
		kopi (biji)	0,1
		kubis	0,2
		kubis bunga	0,2
		sayuran berdaun	0,2
		sorgum	0,1
		teh	0,1
		tembakau	0,1
		tomat	0,1
43.	Metiokarb	arbei	0,05
		biji-bijian	0,05
		brokoli	0,2
		jagung manis	0,05
		jeruk	0,05
		kacang-kacangan	0,2
		kubis	0,2
		kubis bunga	0,2
		kubis tunas	0,2
		lobak (biji)	0,05
		selada	0,2
		sorgum	5
		tomat	0,2
44.	Metomil	anggur	5
		apel	2
		asparagus	2
		barley	0,5
		bawang bombay	0,2
		bayam	5
		buncis	0,1
		gandum	0,5
		jagung manis	0,1
		jeruk	1
		kacang-kacangan	2
		kacang kapri	5
		kacang tanah	0,1
		kacang kedelai	0,1
		kentang	0,1
		ketimun	0,2
		kubis	5
		kubis bunga	2
		melon	0,2
		nenas	0,2
		selada	5

		seledri	2
		semangka	0,2
		sorgum	0,2
		terung	0,2
			1
45.	Monokrotof0s0	apel	0,1
		bawang bombay	0,05
		jagung	0,2
		jeruk	0,1
		kacang kapri	0,2
		kacang-kacangan	0,05
		kacang kedelai	0,1
		kapas (biji)	0,05
		kentang	0,1
		kopi (biji)	0,2
		kubis	0,2
		kubis bunga	1
		tomat	1
		tomat	0,05
		wortel	
46.	Oksamil	apel	2
		bawang bombay	0,05
		buncis	0,2
		jagung	0,05
		jeruk	5
		kacang kedelai	0,1
		kacang tanah	0,1
		kapas (biji)	0,2
		kentang	0,1
		ketimun	2
		kopi (biji)	0,1
		labu	2
		melon	2
		nenas	1
		pisang	0,2
		sayuran berakar umbi	0,1
		seledri	5
		semangka	2
		tomat	2
		wortel	0,1
47.	Parakuat	beras	0,5
		gabah	10
		gandum	0,5
		jagung	0,1
		kacang kedelai	0,1
		kapas (biji)	0,2
		kentang	0,2
		sayuran	0,05

		sorgum	0,5
48.	Paration	buah-buahan	0,5
		jeruk	1
		persik	1
		sayuran	0,7
49.	Paration metil	buah-buahan	0,2
		ketimun	0,2
		melon	0,2
		semangka	0,2
		teh	0,2
		tomat	0,2
50.	Permetrin	alfalfa (pakan ternak)	100
		anggur	2
		apel (sari buah)	50
		arbei	1
		asparagus	1
		bawang bombay	5
		bawang prei	0,5
		bayam	2
		biji-bijian	2
		brokoli	2
		buncis	0,1
		jagung manis	0,1
		jagung (pakan ternak)	100
		jeruk	0,1
		kacang-kacangan	1
		kacang-kacangan	0,1
		kacang kapri	0,1
		kacang kedelai (kering)	0,05
		kacang kedelai	0,1
		kacang tanah	0,1
		kacang-kacangan	0,1
		kapas (biji)	0,2
		Kentang	0,05
		ketimun	0,5
		kol rabi	0,1
		kopi (biji)	0,05
		kubis	5
		kubis bunga	0,5
		kubis cina (petsai)	5
		kubis tunas	1
		labu	0,5
		lobak	0,1
		lobak (biji)	0,05
		melon	0,1
		persik	2
		selada	2

		seledri	2
		teh	20
		terung	1
		tomat	1
		wortel	0,1
			3
51.	Piretrin	biji-bijian	1
		buah (kering)	3
		ikan (kering)	1
		sayuran (kering)	
			2
52.	Pirimifos metil	apel	1
		arbei	1
		bawang bombay	5
		bayam	2
		beras	10
		biji-bijian	20
		gandum	8
		ikan (kering)	2
		jeruk	0,05
		kacang kapri	2
		kacang tanah	25
		kacang tanah (dengan kulit)	15
		kacang tanah (minyak)	0,5
		kacang-kacangan	0,05
		kentang	1
		ketimun	2
		kubis	2
		kubis bunga	2
		lobak	5
		selada	1
		tomat	1
		wortel	
53.	Pirimikarb	alfalfa (makanan ternak)	20
		arbei	0,5
		barley	0,05
		bawang bombay	0,5
		bayam	1
		brokoli	1
		buncis	0,1
		cabai	1
		gandum	0,05
		jagung manis	0,05
		jeruk	0,05
		kacang-kacangan	1
		kacang kapri	0,2
		kapas (biji)	0,05
		kentang	0,05
		ketimun	1

		kol rabi	0,5
		kubis	1
		kubis bunga	1
		kubis tunas	1
		lobak	0,05
		lobak (biji)	0,2
		persik	0,5
		selada	1
		seledri	1
		tomat	1
		wortel	0,05
54.	Profenofos	daging	0,05
55.	Propoksur	apel	3
		arbei	3
		beras	0,1
		biji-bijian	3
		kentang	0,5
		sayuran	3
		sayuran berakar dan berumbi	0,5
		tanaman polong untuk ternak	1
56.	Sianofenfos	bawang bombay	0,05
		jahe	0,05
		kacang kedelai (kering)	0,5
		ketimun	0,05
		kubis	2
		lobak	0,2
57.	Siflutrin	daging	0,05
58.	Sihalotrin	kapas (biji)	0,02
		kentang	0,02
		kubis	0,2
59.	Siheksatin	anggur	0,2
		apel	2
		arbei	0,5
		jeruk	2
		kacang-kacangan	0,2
		ketimun	0,5
		melon	0,5
		semangka	0,5
		teh	2
		terung	0,1
		tomat	2
60.	Sipermetrin	alfalfa hijau (pakan ternak)	5
		anggur	1

		arbei	0,5
		barley	0,5
		bawang bombay	0,1
		bayam	2
		buncis (berkulit)	0,05
		gandum	0,2
		jagung manis	0,05
		jagung (pakan ternak)	5
		jeruk	2
		kacang kapri	0,05
		kacang tanah	0,05
		kacang-kacangan (polong)	0,5
		kacang kedelai (kering)	0,05
		ketimun	0,2
		kopi (biji)	0,05
		persik	2
		sayuran berakar berumbi	0,05
		sayuran brassica	1
		selada	2
		sorgum	5
		teh	20
		terung	0,2
		tomat	0,5
61.	Tetraklorvinfos	daging	1,5
		telur	0,5
62.	Tiobenkarb	daging	0,1
63.	Tiodikarb	jagung manis	2
		kacang kedelai (kering)	0,2
		kapas (minyak biji)	0,02
		kapas (biji)	0,5
		kacang kedelai (minyak)	0,02
		kubis	1
		tomat	1
64.	Toksafen	daging	7



1232/BBP21P/2010

6

PETUNJUK TEKNIS



632.95
BAL
a.

ANALISIS RESIDU PESTISIDA DI LINGKUNGAN PERTANIAN



BALAI PENELITIAN LINGKUNGAN PERTANIAN

BALAI BESAR LITBANG SUMBERDAYA LAHAN PERTANIAN
BADAN PENELITIAN DAN PENGEMBANGAN PERTANIAN
DEPARTEMEN PERTANIAN
2007

Tgl. Terima	: 28-06-2016
No. Induk	: 1232/BBP-TP/2016
Asal Bahan Pustaka	: Penelitian Hadiah
Dari	: BBS DLP.