

**ANALISIS RESIDU PESTISIDA KLORPIRIFOS PADA  
DAUN BAWANG (*Allium fistulosum* L.) SECARA  
HIGH PERFORMANCE LIQUID  
CHROMATOGRAPHY (HPLC)**



**KARYA TULIS ILMIAH**

**OLEH  
SEPTI RAMA ANISA  
NIM. 2171032**

**PROGRAM STUDI DIII FARMASI  
SEKOLAH TINGGI ILMU KESEHATAN NASIONAL  
SURAKARTA  
2020**

**ANALISIS RESIDU PESTISIDA Klorpirifos pada  
DAUN BAWANG (*Allium fistulosum* L.) SECARA  
HIGH PERFORMANCE LIQUID  
CHROMATOGRAPHY (HPLC)**

**ANALYSIS OF CHLORPIRIFOS PESTICIDE RESIDUES ON  
WELSH ONION (*ALLIUM FISTULOSUM* L.) BY  
HIGH PERFORMANCE LIQUID  
CHROMATOGRAPHY (HPLC)**



**KARYA TULIS ILMIAH  
DIAJUKAN SEBAGAI PERSYARATAN MENYELESAIKAN  
JENJANG PENDIDIKAN DIPLOMA III FARMASI**

**OLEH  
SEPTI RAMA ANISA  
NIM. 2171032**

**PROGRAM STUDI DIII FARMASI  
SEKOLAH TINGGI ILMU KESEHATAN NASIONAL  
SURAKARTA  
2020**

KARYA TULIS ILMIAH

**ANALISIS RESIDU PESTISIDA KLORPIRIFOS PADA  
DAUN BAWANG (*Allium fistulosum* L.) SECARA  
HIGH PERFORMANCE LIQUID  
CHROMATOGRAPHY (HPLC)**

Disusun Oleh:  
**SEPTI RAMA ANISA**  
**2171032**

Telah dipertahankan dihadapan Tim penguji  
dan telah dinyatakan memenuhi syarat/sah

Pada Tanggal 27 Februari 2020

Tim Penguji

Novena Yety L, M.Sc., Apt

(Ketua Penguji)

Purwati, M. Pd

(Anggota Penguji 1)

C. E Dhurhaniana, S. Farm., M.Sc

(Anggota Penguji 2)

Menyetujui  
**Pembimbing Utama**

C. E Dhurhaniana, S. Farm., M.Sc

Mengetahui  
**Ketua Program Studi  
D III Farmasi**

Iwan Setiawan, M. Sc., Apt

## PERNYATAAN KEASLIAN KTI

Saya menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya tulis ilmiah dengan judul:

### ANALISIS RESIDU PESTISIDA KLORPIRIFOS PADA DAUN BAWANG (*ALLIUM FISTULOSUM L.*) SECARA HIGH PERFORMANCE LIQUID CHROMATOGRAPHY (HPLC)

Karya Tulis Ilmiah ini dibuat untuk melengkapi persyaratan dalam menyelesaikan jenjang Pendidikan Diploma III Farmasi Sekolah Tinggi Ilmu Kesehatan Nasional Surakarta. Sejauh yang saya ketahui bukan merupakan tiruan atau bahkan duplikasi dari karya tulis ilmiah yang sudah dipublikasikan dan atau pernah dipakai untuk mendapatkan gelar dilingkungan Program Studi DIII Farmasi STIKES Nasional maupun di Perguruan Tinggi atau Instansi manapun, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebut dalam daftar pustaka. Apabila terdapat bukti tiruan atau dupikasi pada KTI, maka penulis bersedia untuk menerima pencabutan gelar akademik yang diperoleh.

Surakarta, 27 Februari 2020



Septi Rama Anisa  
NIM. 2171032

## **MOTTO**

ALLAH tidak akan membebani seseorang melainkan sesuai  
dengan kadar kesanggupannya

**~Q.S Al Baqarah :286~**

If You Don't Give Up, You Still Have A Chance. Giving Up  
Is The Greatest Failure

“jika anda tidak menyerah, anda masih memiliki kesempatan.  
menyerah adalah kegagalan terbesar”

**~Jack Ma Alibaba~**

Don't Give Up On Your Dreams And Keep Working Towards It

**~Kim Jong In (EXO)~**

Berdiri Tegak... Berjuanglah Dan Bersabarlah  
Karna Itu Adalah Kunci Keberhasilan

*~penulis~*

## PERSEMBAHAN

Karya tulis ilmiah ini. Penulis persembahkan untuk:

1. ALLAH SWT yang telah memberikan jalan dan kemudahan dalam menyelesaikan Karya Tulis Ilmiah ini.
2. Bapak Sukanti dan Ibu Hafidoh yang telah menjadi orang tua yang terhebat, yang memberikan motivasi, nasehat, cinta, perhatian dan kasih sayang serta do'a. Ibu yang selalu bilang "Ibu percaya kamu bisa"
3. Kakak tersayang Ilham Anugrah Pratama yang selalu memberikan dukungan dan semangat.
4. Kak Juliana indah pertiwi yang selalu mendengarkan keluh kesah selama menjalani proses karya tulis ilmiah ini dan selalu bilang "Rahma kuat, Rahma pasti bisa"
5. C.E Dhurhanian, S.Farm., M.Sc., selaku pembimbing penulis dalam menyelesaikan Karya Tulis Ilmiah ini.
6. Tim Kos hijau yang telah membuat tertawa, menangis dan terkadang membuat marah, terimakasih untuk kebersamaannya selama 3 tahun ini
7. Tim HPLC dewi riani dan yusnia permata sari yang sudah berjuang bersama
8. Sahabat-Sahabatku yang selalu memberikan dukungan dan semangat, serta kakak tingkat tim HPLC yang sudah membantu dan memberi semangat.
9. Teman-teman Farmasi seangkatan tahun 2017 yang sudah berjuang bersama memperoleh Gelar A.md., Farm.
10. Serta pihak lain yang tidak dapat saya sebutkan satu-persatu atas bantuannya secara langsung maupun tidak langsung sehingga karya tulis ilmiah ini terselesaikan dengan baik.

## **PRAKATA**

Puji syukur kepada Tuhan yang Maha Esa, atas berkat, rahmat dan, Karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan karya tulis ilmiah (KTI) yang berjudul **ANALISIS RESIDU PESTISIDA KLORPIRIFOS PADA DAUN BAWANG (*ALLIUM FISTULOSUM L.*) SECARA HIGH PERFORMANCE LIQUID CHROMATOGRAPHY (HPLC).**

Karya tulis ilmiah ini disusun sebagai syarat dalam menyelesaikan program pendidikan DIII farmasi Sekolah Tinggi Ilmu Kesehatan Nasional.

Penulis mengucapkan terimakasih pada kepada:

1. Hartono, M.Si.,Apt. selaku Ketua Sekolah Tinggi Ilmu Kesehatan Nasional yang telah memberikan kesempatan pada penulis untuk membuat Karya Tulis Ilmiah.
2. Iwan Setiawan, M.Sc.,Apt., selaku Ketua Program Studi DIII Farmasi Sekolah Tinggi Ilmu Kesehatan Nasional.
3. C.E Dhurhania, S.Farm., M.Sc., selaku pembimbing dan penguji dengan sabar telah membimbing penulis untuk dapat menyelesaikan Karya Tulis Ilmiah ini.
4. Novena Yety L, M.Sc., Apt selaku penguji yang telah memberi nasihat dan saran kepada penulis untuk menyelesaikan Karya Tulis Ilmiah ini.
5. Purwati, M.Pd selaku penguji yang telah memberi nasihat dan saran kepada penulis untuk menyelesaikan Karya Tulis Ilmiah ini.
6. Ratih Guswinda Lestari, S.Farm. selaku instruktur penelitian yang telah membantu dalam proses penelitian.
7. Dosen dan asisten dosen Prodi DIII Farmasi Sekolah Tinggi Ilmu Kesehatan Nasional yang telah memberikan ilmu pengetahuan kepada penulis sehingga dapat menempuh pendidikan DIII Farmasi.
8. Segenap laboran Sekolah Tinggi Ilmu Kesehatan Nasional Pak Johan, Pak Petrus, Ibu Luluk dan Pak Bowo yang telah membantu proses praktikum Karya Tulis Ilmiah.

9. Teman-teman seangkatan 2017 dalam menempuh Pendidikan DIII Farmasi.

Penulis berharap Karya Tulis Ilmiah ini dapat bermanfaat bagi penulis, dan semua pihak yang membaca. Dapat membangun dan meningkatkan kemajuan penelitian yang akan datang.

Surakarta, 27 Februari 2020

Penulis



## DAFTAR ISI

HALAMAN SAMPUL .....	i
HALAMAN JUDUL .....	ii
HALAMAN PENGESAHAN .....	iii
HALAMAN PERNYATAAN.....	iv
MOTO.....	v
PERSEMBAHAN.....	vi
PRAKARTA.....	vii
DAFTAR ISI .....	ix
DAFTAR TABEL .....	xi
DAFTAR GAMBAR.....	xii
DAFTAR LAMPIRAN .....	xiii
INTISARI .....	xiv
<i>ABSTRACT</i> .....	xv
<b>BAB I PENDAHULUAN .....</b>	<b>1</b>
A. Latar belakang .....	1
B. Rumusan masalah .....	3
C. Tujuan penelitian .....	4
D. Manfaat penelitian .....	4
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA .....</b>	<b>5</b>
A. Landasan Teori .....	5
B. Penelitian sebelumnya yang pernah dilakukan .....	21

C. Kerangka pikir .....	23
<b>BAB III METODE PENELITIAN .....</b>	<b>24</b>
A. Desain Penelitian .....	24
B. Tempat dan waktu penelitian .....	24
C. Populasi Dan Sampel.....	24
D. Alat dan bahan .....	25
E. Identifikasi variabel penelitian .....	25
F. Definisi operasional variabel penelitian .....	26
G. Alur penelitian .....	27
H. Analisis data penelitian .....	31
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....</b>	<b>34</b>
A. Determinasi tanaman daun bawang .....	34
B. Larutan baku klorpirifos.....	34
C. Penentuan panjang gelombang .....	35
D. Pembuatan fase gerak.....	37
E. Pengaturan sistem HPLC.....	37
F. Kurva baku klorpirifos .....	38
G. Preparasi sampel.....	39
H. Analisis kualitatif .....	40
I. Analisis kuantitatif .....	43
J. Uji presisi .....	45
K. Linieritas .....	45

<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN .....</b>	<b>47</b>
A. Kesimpulan .....	47
B. Saran .....	47
<b>DAFTAR PUSTAKA.....</b>	<b>48</b>
<b>LAMPIRAN .....</b>	<b>51</b>

## DAFTAR TABEL

<b>Tabel 1.</b> Batas maksimal residu pestisida klorpirifos pada hasil pertanian.....	7
<b>Tabel 2.</b> Pelarut-pelarut yang digunakan untuk HPLC .....	15
<b>Tabel 3.</b> Data penentuan kurva baku .....	38
<b>Tabel 4.</b> Data analisis kualitatif .....	41
<b>Tabel 5.</b> Data analisis kuantitatif.....	44
<b>Tabel 6.</b> Interpretasi nilai koefisien korelasi .....	46

## DAFTAR GAMBAR

<b>Gambar 1.</b> Daun bawang .....	9
<b>Gambar 2.</b> Instrumen HPLC .....	14
<b>Gambar 3.</b> Bagan kerangka pikir .....	23
<b>Gambar 4.</b> Bagan alur penelitian .....	27
<b>Gambar 5.</b> Spektrum serapan larutan baku penentuan panjang gelombang maksimal klorpirifos .....	36
<b>Gambar 6.</b> Kurva baku klorpirifos.....	39
<b>Gambar 7.</b> Kromatogram larutan baku 40 ppm .....	41
<b>Gambar 8.</b> Kromatogram larutan sampel replikasi A.....	42
<b>Gambar 9.</b> Kromatogram larutan sampel replikasi B .....	42
<b>Gambar 10.</b> Kromatogram larutan sampel replikasi C .....	42

## LAMPIRAN

<b>Lampiran 1.</b> Determinasi tanaman daun bawang .....	52
<b>Lampiran 2.</b> Perhitungan konsentrasi kurva baku .....	52
<b>Lampiran 3.</b> Perhitungan persamaan regresi linier.....	54
<b>Lampiran 4.</b> Perhitungan penetapan kadar .....	54
<b>Lampiran 5.</b> Kromatogram baku .....	60
<b>Lampiran 6.</b> Spektrum serapan larutan baku penentuan panjang gelombang maksimal klorpirifos .....	64
<b>Lampiran 7.</b> Kromatogram larutan sampel .....	65
<b>Lampiran 8.</b> Gambar proses penelitian .....	64
<b>Lampiran 9.</b> Kuisisioner survei lahan .....	78

## INTISARI

Klorpirifos merupakan salah satu pestisida golongan organofosfat yang banyak digunakan oleh petani. Batas maksimal residu pestisida merupakan konsentrasi yang diperbolehkan ada pada tanaman hasil pertanian. Daun bawang (*Allium fistulosum L.*) merupakan salah satu tanaman yang terpapar pestisida, sehingga dilakukan penelitian yang bertujuan untuk mengetahui kadar residu pestisida klorpirifos yang terkandung dalam tanaman daun bawang (*Allium fistulosum L.*), dan untuk mengetahui kesesuaian dengan batas maksimal residu pestisida yang telah ditetapkan yaitu 0,05 mg/kg. Metode yang digunakan pada penelitian ini menggunakan *High Performance Liquid Chromatography* dengan fase diam kolom C18 (*Oktadesil silika*), fase gerak air : asetonitril (50:50) dan kecepatan alir 0,70 ml/menit. Analisis residu pestisida klorpirifos dilakukan menggunakan pelarut diklorometan, dengan detektor diatur pada panjang gelombang 291 nm. Hasil dari penelitian menunjukkan rata-rata kadar residu klorpirifos yang terkandung pada daun bawang 131,6023 mg/kg dan nilai koefisien variasi sebesar 2,0388 %, hasil tersebut tidak memenuhi batas maksimal residu pestisida (BMR).

Kata kunci: Daun Bawang, Klorpirifos, *High Performance Liquid Chromatography* (HPLC).

## ***ABSTRACT***

Chlorpyrifos is an organophosphate group pesticide that is widely used by farmers. The maximum limit of pesticide residues is the concentration that is permissible in agricultural crops. Welsh onion (*Allium fistulosum* L.) is one of the plants that is exposed to pesticides, so research is conducted to determine the residual levels of chlorpyrifos pesticides contained in welsh onion (*Allium fistulosum* L.), and to determine compliance with the maximum limit of pesticide residues has been set at 0.05 mg/kg. The method used in this study uses *High Performance Liquid Chromatography* with a stationary phase C18 column (*Octadecyl silica*), a water phase: acetonitrile (50:50) and a flow rate of 0.70 ml/min. Analysis of chlorpyrifos pesticide residues was carried out using dichloromethane solvents, with the detector set at a wavelength of 291 nm. The results of the study showed the average levels of chlorpyrifos residues contained in welsh onion were 131.6023 mg/kg and the coefficient of variation was 2.0388%, these results did not meet the maximum limit of pesticide residues (BMR).

Keywords: welsh onion, Chlorpyrifos, *High Performance Liquid Chromatography* (HPLC).



# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **A. Latar Belakang Masalah**

Kebutuhan bahan makanan yang semakin meningkat membuat para petani menggunakan berbagai cara untuk membasmi hama tanaman untuk meningkatkan hasil produksi, salah satunya yaitu dengan cara menggunakan pestisida. Pestisida merupakan bahan kimia beracun, penggunaan pestisida secara terus menerus dapat meninggalkan residu pestisida pada hasil panen sehingga menyebabkan pencemaran pada lingkungan sekitar, air, dan bahan pangan yang masuk dalam tubuh manusia bersama makanan (Panggabean, 2016).

Pada tahun 2006-2010 Indonesia mengalami peningkatan dalam hal penggunaan pestisida sebanyak 1.557 formulasi pestisida meningkat menjadi 2.682 formulasi pestisida (Saiya dkk, 2017). Penggunaan pestisida perlu dibatasi dengan cara pemenuhan nilai batas maksimal residu (BMR), untuk menjamin keamanan bahwa bahan pangan tersebut layak untuk dikonsumsi.

Batas maksimal residu merupakan konsentrasi yang diperbolehkan ada pada tanaman hasil pertanian. Berdasarkan Standar Nasional Indonesia (2008), batas maksimal residu pestisida klorpirifos yang terdapat pada tanaman daun bawang sebesar 0,05 mg/kg. Pestisida yang banyak digunakan petani yaitu pestisida golongan organofosfat dengan bahan aktif klorpirifos, hal ini dikarenakan pestisida golongan ini memiliki karakteristik yang lebih

menguntungkan seperti mudah terurai, dan waktu presistensinya yang sangat singkat (Saiya dkk, 2017). Survei lapangan yang telah dilakukan menunjukkan bahwa petani yang ada di Desa Lencoh Kecamatan Selo banyak menggunakan pestisida golongan organofosfat dengan bahan aktif klorpirifos dan nama dagang Dursban, yang efektif untuk membasmi berbagai tanaman pemakan serangga hama.

Hati merupakan organ target pestisida, pestisida yang masuk ke tubuh tidak dapat diuraikan dan diekresikan, tersimpan dalam hati akan menyebabkan gangguan sel atau organ hati, mengakibatkan kerusakan pada parenkim hati, sebagai respon adanya kerusakan pada hati konsentrasi enzim dalam darah akan meningkat. Enzim SGOT atau *Serum Glutamic Oxaloasetic Transaminase* dan SGPT atau *Serum Glutamic Pyruvic Transaminase* merupakan penanda adanya gangguan fungsi hati (Tsani dkk, 2017).

Penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Panggabean (2016) tentang analisis residu klorpirifos dalam sayuran dengan teknik HPLC, menemukan adanya residu klorpirifos dalam sampel sayur kubis dengan kadar yang diperoleh sebesar  $0,131 \pm 0,008 \mu\text{g}/\text{kg}$ . Kadar tersebut memenuhi syarat BMR klorpirifos sayur kubis yaitu  $1 \text{ mg}/\text{kg}$ . Triani dkk (2013) juga menemukan hasil dari rata-rata pestisida klorpirifos pada kacang panjang di Kecamatan Baturiti, Kecamatan Marga, dan Kecamatan Kerambitan, masing-masing sebesar  $0,0397 \text{ mg}/\text{kg}$ ,  $0,0169 \text{ mg}/\text{kg}$ , dan  $0,0118 \text{ mg}/\text{kg}$ , sedangkan

di Kecamatan Penebel sebesar 0,2447 mg/kg, hasil tersebut masih berada di bawah BMR, analisis tersebut dilakukan secara *chromatography gas*.

*High Performance Liquid Chromatography* (HPLC) adalah teknik kimia analitik yang digunakan untuk pemisahan komponen senyawa tunggal ataupun dalam campuran. Kadar residu klorpirifos yang terdapat pada sampel sangat rendah, sehingga dibutuhkan metode analisis yang sensitif dan selektif, dan dapat memisahkan molekul-molekul dari suatu campuran yang mampu mendeteksi senyawa klorpirifos (Saiya dkk, 2017).

Berdasarkan studi literatur dan pengamatan di lapangan bahwa analisis residu pestisida klorpirifos dengan menggunakan metode HPLC belum pernah dilakukan, Perlu adanya pengujian kadar residu pestisida klorpirifos pada daun bawang (*Allium fistulosum* L.) menggunakan metode *high performance liquid chromatography* (HPLC).

## **B. Rumusan Masalah**

Berdasarkan latar belakang masalah tersebut maka rumusan masalah dalam penelitian ini yaitu:

1. Berapakah kadar residu pestisida klorpirifos yang terkandung dalam daun bawang ?
2. Apakah kadar residu pestisida klorpirifos pada daun bawang memenuhi syarat batas maksimal residu (BMR) ?

### **C. Tujuan Penelitian**

1. Mengetahui kadar residu pestisida klorpirifos yang terkandung dalam daun bawang.
2. Apakah kadar residu pestisida klorpirifos dalam daun bawang memenuhi batas maksimal residu (BMR) atau tidak.

### **D. Manfaat Penelitian**

1. Memberikan informasi bagi masyarakat dalam daun bawang terdapat penggunaan pestisida klorpirifos yang melebihi batas maksimal residu (BMR).
2. Memberikan informasi bagi masyarakat dalam daun bawang yang mengandung pestisida melebihi batas maksimal residu (BMR), bila dikonsumsi pada jangka panjang akan menyebabkan gangguan fungsi hati.

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **A. Desain penelitian**

Penelitian ini merupakan penelitian deskriptif karena dalam penelitian tidak ada perbedaan perlakuan terhadap sampel. Hasil analisis residu pestisida pada daun bawang (*Allium fistulosum* L.) secara *high performance liquid chromatography* (HPLC) dipaparkan sebagai hasil dari penelitian.

#### **B. Tempat dan Waktu**

Penelitian ini dilakukan di laboratorium kimia instrumental Sekolah Tinggi Ilmu Kesehatan Nasional, pada bulan November 2019-Januari 2020.

#### **C. Populasi dan Sampel**

##### 1. Populasi

Pada penelitian ini populasi yang digunakan yaitu daun bawang (*Allium fistulosum* L.) yang terpapar residu klorpirifos diambil di Desa Lencoh, Selo, Kabupaten Boyolali, Jawa Tengah.

##### 2. Sampel

Sampel yang digunakan pada penelitian ini yaitu daun bawang yang diambil dari satu lahan tanaman secara acak, dengan ciri-ciri daun

berwarna hijau kekuningan, memiliki jumlah anakan helain daun yang sudah banyak.

#### **D. Alat dan Bahan**

##### 1. Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah seperangkat alat HPLC (*shimadzu reservoir tray L20305033043 SL, SPD 20-A L 20135019788 AE, Pomp L 20115017545*), dengan kolom C<sub>18</sub> (*VP- ODS 2082936 25L X 4,6 mm*), alat *degassing* (*Branson 1510*), membran filter (*whatman 0,2 μm*), seperangkat alat spektrofotometri UV-Vis (*Shimadzu A120654*), kuvet (*Hellma Analytics 100.600 QG Light Path 10mm*), neraca analitik (*OHAUS PA 2014*), bejana maserasi, corong pisah dengan tutup, saringan (kain flannel), dan alat gelas (*Pyrek*) yang lazim digunakan.

##### 2. Bahan

Bahan yang digunakan antara lain sampel Daun bawang (*Allium fistulosum* L.), baku pembanding klorpirifos Kemurnian 99,5% (purity), aquabides, asetonitril grade HPLC (E-merck, Emurse), diklorometana pro analisis (E-merck, Lichrosoly).

#### **E. Identifikasi variabel penelitian**

Jenis variabel dalam penelitian ini adalah variabel terkendali, yaitu variabel yang perlu dikendalikan meliputi:

1. Jenis pestisida yang digunakan
2. Perlakuan terhadap sampel
3. Usia panen
4. Lama penggunaan pestisida pada ladang yang sama
5. Intensitas paparan pestisida

#### **F. Definisi operasional variabel penelitian**

1. Jenis pestisida yang digunakan

Jenis pestisida yang digunakan yaitu Dursban yang berbahan aktif klorpirifos 200g/L

2. Perlakuan terhadap sampel

Perlakuan sampel dilakukan dengan cara sampel daun bawang tidak dicuci dan tidak dikeringkan.

3. Usia panen

Daun bawang dipanen pada usia 2,5 bulan untuk tanaman yang bibitnya berasal dari anakan, sedangkan 5 bulan untuk tanaman yang berasal dari semaian biji (dihitung dari semai biji).

4. Penggunaan pestisida pada tanaman pada ladang yang sama

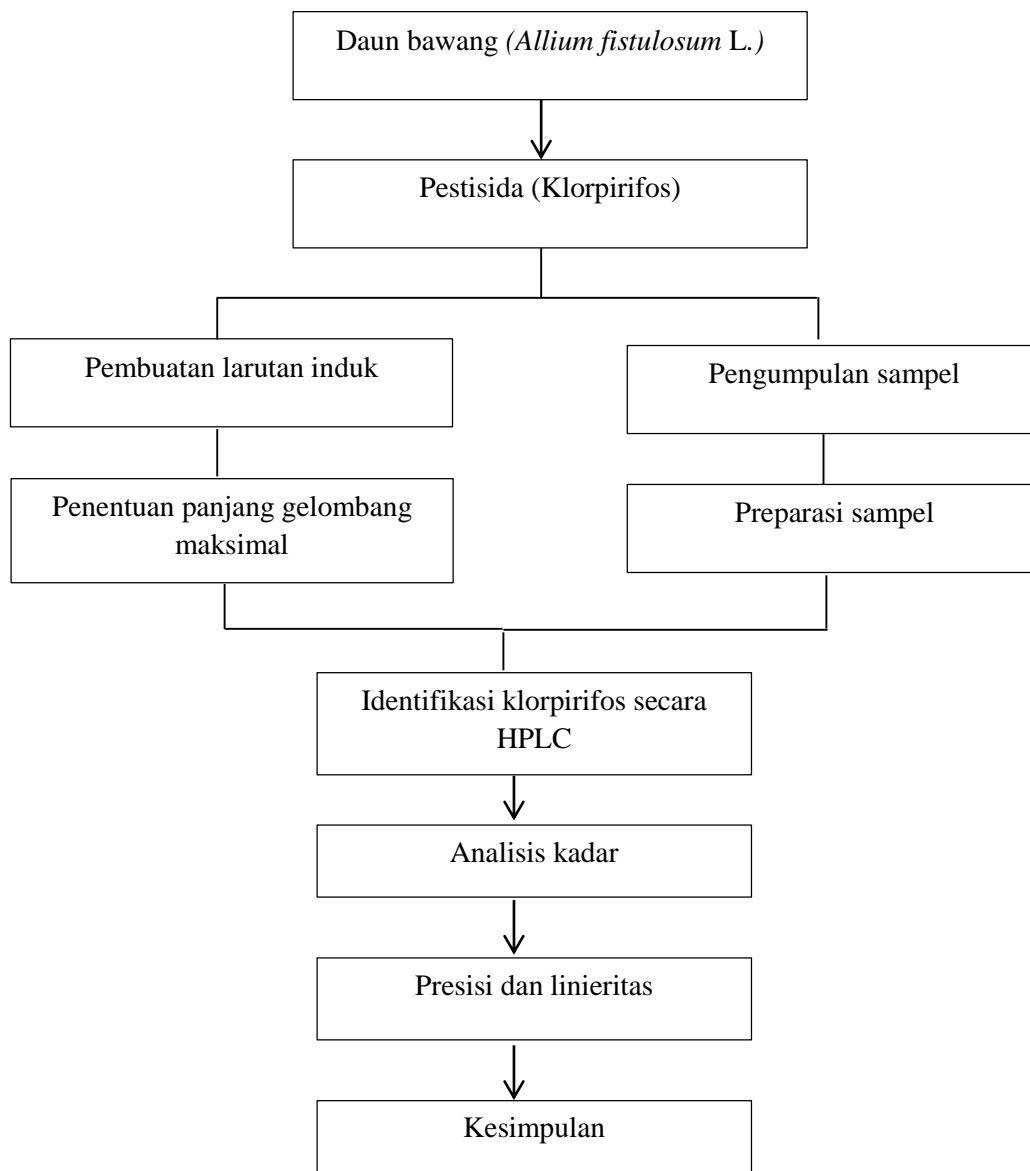
Penggunaan pestisida klorpirifos pada daun bawang terakumulasi lebih dari 10 tahun.

5. Intensitas paparan pestisida

Tanaman daun bawang terpapar pestisida klorpirifos dalam seminggu dilakukan 2 kali penyemprotan.

## G. Alur penelitian

### 1. Bagan Alur Penelitian



**Gambar 4. Bagan alur penelitian**



## 2. Cara kerja

### a. Persiapan Larutan Baku

Baku klorpirifos ditimbang sebanyak 10,0 mg, dimasukkan ke dalam labu ukur 10,0 ml, dan dilarutkan dengan pelarut diklorometan hingga tanda batas.

### b. Penentuan panjang gelombang maksimal klorpirifos

Panjang gelombang maksimum klorpirifos dengan mengukur larutan baku klorpirifos konsentrasi 20 ppm diukur serapannya dengan menggunakan spektrofotometri UV-Vis. Pipet larutan baku induk 0,2 ml ke dalam labu ukur 10,0 ml ditambah diklorometan hingga tanda batas. Panjang gelombang diukur serapannya pada  $\lambda$  200-350 nm dan diamati panjang gelombang maksimalnya, sehingga diperoleh panjang gelombang 291 nm.

### c. Pembuatan fase gerak

Fase gerak dibuat sebanyak 350 ml, dengan mencampur aquabiset dan asetonitril (50:50) campuran pelarut aquabidest dan asetonitril disaring menggunakan *vaccum filter*, kemudian larutan ditampung dalam tabung reaksi besar, dan *degassing* selama 30 menit.

### d. Pengaturan sistem HPLC

Sistem HPLC dioperasikan dengan menggunakan fase diam  $C_{18}$  (*Oktadesil silika*) dan fase gerak yang digunakan air : asetonitril dengan perbandingan 50:50, kemudian dianalisis berdasarkan fase

terbalik dan kecepatan laju alir 0,70 ml/menit. Detektor diatur pada panjang gelombang maksimal klorpirifos 291 nm.

e. Pembuatan larutan seri kurva baku.

Seri larutan baku konsentrasi 20 ppm, 30 ppm, 40 ppm, dan 50 ppm, dibuat dengan cara larutan baku induk klorpirifos dipipet sebanyak, 0,2 ml, 0,3 ml, 0,4 ml, dan 0,5 ml menggunakan pipet ukur masing-masing dimasukkan ke dalam labu ukur 10 ml larutan diklorometan hingga tanda batas, dikocok kemudian saring menggunakan membran filter whatman 0,2  $\mu\text{m}$  dan *degassing* selama 15 menit, diinjeksikan pada sistem HPLC 20  $\mu\text{l}$ , diperoleh hasil kromatogram baku klorpirifos pada setiap konsentrasi. Hasil yang diperoleh dimasukkan kedalam persamaan regresi linier  $Y = Bx + A$ .

f. Preparasi sampel

Daun bawang yang digunakan adalah daun bawang saat berumur 2,5 bulan, ciri daun bawang yang siap panen adalah jumlah anakan helai daun sudah banyak, diameter batang sudah mencapai maksimal dan daun bawang mulai mengering dan menguning. Waktu panen daun bawang yang baik pada pagi atau sore hari, pemanenan dilakukan secara acak pada satu lahan dengan cara mencabut seluruh tanaman, pencabutan dilakukan dengan hati-hati agar seluruh bagian tanaman tidak ada yang patah atau rusak, daun bawang yang sudah dipanen dikumpulkan pada tempat yang teduh, terhindar dari sinar matahari langsung, dan dibersihkan (meltin, 2009).

Daun bawang yang sudah dipanen, dipotong 0,5 cm dan dihomogenkan (Fitriani dkk, 2016). 10,0 gram sampel daun bawang dimasukkan kedalam bejana maserasi, ditambahkan pelarut diklorometan 50,0 ml dan dimaserasi selama 2 hari, proses preparasi dilakukan sebanyak 3 kali replikasi, disaring dan dimasukkan ke dalam corong pisah, didiamkan selama 60 menit hingga larutan memisah, kemudian diambil fase larutan diklorometan yang berada pada lapisan bawah (Panggabean, 2016).

g. Pembuatan larutan sampel

Larutan sampel diambil sebanyak 5,0 ml dimasukkan dalam labu ukur 10,0 ml dan ditambahkan diklorometan sampai tanda batas, kocok dan saring dengan membran filter whatman 0,2  $\mu\text{m}$  tiap replikasi sampel dilakukan sebanyak 3 kali pengulangan (triplo) dan diinjeksikan ke dalam sistem HPLC.

h. Analisis kualitatif

Analisis kualitatif dilakukan dengan larutan baku dan larutan sampel yang diinjeksikan menghasilkan waktu retensi, kemudian membandingkan antara waktu retensi larutan baku dengan waktu retensi sampel, analisis dikatakan baik jika waktu retensi sampel relatif sama dengan waktu retensi larutan baku.

i. Analisis kuantitatif

Larutan sampel disaring dengan menggunakan membran filter *whatman* 0,2  $\mu\text{m}$ , *degassing* selama 15 menit, dilakukan pengulangan

sebanyak 3 kali dan diinjeksikan dalam sistem HPLC. Hitung dengan menggunakan persamaan regresi linier dimana  $Y = Bx + A$  untuk memperoleh kadar.

j. Presisi

Uji presisi dilakukan dari hasil 9 kadar sampel daun bawang, dihitung %KV nya (koefisien variasi).

k. Linieritas

Linier ditentukan dengan mengukur AUC pada puncak kromatogram seri kurva baku dengan konsentrasi 20 ppm, 30 ppm, 40 ppm, dan 50 ppm kemudian dibuat kurva kalibrasi dengan menghubungkan AUC sebagai sumbu Y dengan konsentrasi larutan baku sebagai sumbu X kemudian diperoleh persamaan regresi linier.

## H. Analisis data penelitian

Analisis data residu pestisida pada daun bawang (*Allium fistulosum* L.) menggunakan metode HPLC dapat berupa waktu retensi dan AUC, sehingga diperoleh data kualitatif, kuantitatif, uji presisi, dan uji linieritas.

### 1. Analisis kualitatif

Analisis kualitatif diukur dengan waktu retensi larutan baku dan larutan sampel. Analisis dikatakan baik apabila memiliki waktu retensi sampel yang relatif sama dengan waktu retensi larutan baku sehingga diperoleh waktu relatif yang mendekati 1 dihitung dengan rumus:

$$R_{i_{st}} = \frac{tR_i}{tR_{st}}$$

Keterangan :  $R_{i_{st}}$  = Metode waktu relatif

$tR_i$  = Waktu retensi zat uji

$tR_s$  = Waktu retensi zat baku

(Harmita, 2004)

## 2. Analisa kuantitatif

Dihitung dengan menggunakan persamaan regresi linier sebagai berikut :

$$Y = Bx + A$$

Keterangan:  $Y$  = luas permukaan dibawah kurva (AUC)

$B$  = koefisien regresi (kemiringan)

$A$  = tetapan regresi (intersep)

Persamaan tersebut merupakan hubungan antara konsentrasi dengan luas area di bawah permukaan kromatogram (AUC) zat uji sebagai ( $Y$ ), dan untuk ( $x$ ) sebagai konsentrasi zat uji (Ganjar dan Rohman, 2012).

## 3. Uji presisi

Uji presisi dilakukan untuk mengetahui ketepatan suatu zat uji, dengan cara menghitung koefisien variasi (%KV) dengan rumus

$$\% KV = \frac{SD}{\text{Rata-rata kadar zat uji}} \times 100\%$$

Syarat %KV menurut (APVMA, 2004) sebesar  $\leq 20\%$  untuk zat uji pada kadar kurang dari 0,1%.

#### 4. Uji Linieritas

Linieritas dapat diwujudkan dalam bentuk grafik menggunakan nilai (r) atau koefisien korelasi yang menyatakan hubungan antara konsentrasi dengan luas area permukaan bawah kromatogram. Syarat uji liner dikatakan baik jika nilai (r) yang diperoleh  $\pm 1$  (Ganjar dan Rohman, 2012).

## BAB V

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### A. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, dapat diperoleh kesimpulan bahwa:

1. Daun Bawang benar mengandung klorpirifos dengan kadar sebesar 131,6023 mg/kg dengan nilai %KV sebesar 2,0388 %.
2. Kadar klorpirifos yang terdapat pada daun bawang melebihi batas maksimum residu (BMR) yang telah ditetapkan yaitu 0,05 mg/kg.

#### B. Saran

1. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut terhadap kandungan residu pestisida klorpirifos pada tanaman lain.
2. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut residu klorpirifos dengan menggunakan fase gerak yang berbeda dan tipe elusi gradient.
3. Dapat dilakukan optimasi sistem HPLC untuk menghasilkan kromatogram yang tidak *tailing*.

## DAFTAR PUSTAKA

- A'yun, Q., 2010, Analisis Sistem Tataniaga Bawang Daun (*Allium Fistulosum L.*) Di Kawasan Agropolitan Kabupaten Cianjur, *Skripsi*, Fakultas Ekonomi Dan Manajemen Institut Pertanian Bogor, Bogor. .
- APVMA, 2004, *Guidelines For The Validation Of Analytical Methods For Active, Constituent, Agricultural And Veterinary Chemical Production*, Kingston APVMA, Australia.
- Arisman, 2009, *Keracunan Makanan*, EGC: Jakarta.
- BSN. Standarisasi Nasional, 2008, *Batas Maksimum Residu Pestisida pada Hasil Pertanian*, Jakarta: Badan Standarisasi Nasional, SNI 1373:2008.
- Christensen, P. J& Janet W. Kenney, 2009, *Proses Keperawatan Aplikasi Model Konseptual Edisi 4*, EGC, Jakarta.
- Djojosumarto, P., 2006, *Pestisida dan Aplikasinya*, PT Agromedia Pustaka, Cikampek.
- Effendy, 2004, *Kromatografi Cair Kinerja Tinggi Dalam Bidang Farmasi: Farmasi*, Universitas Sumatra Utara
- Fitriani E., Itnawita., Bali S., 2016, Analisis Residu Pestisida Organofosfat, Klorida Dan Fosfat Pada Tanaman Seledri (*Appium Graveolens L.*) Diperkebunan Padang Leweh Sumatra Barat, *Jurnal Respository University Of Riau*.
- Harmita, 2004, Review Artikel: Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode Dan Cara Perhitungannya, *Majalah Ilmu Kefarmasian*, 1 (3): 117-135.
- Gandjar, I. G., Rohman, A., 2012, *Kimia Farmasi Analis*, 378- 417, Pustaka Pelajar, Yogyakarta.
- Kuncoro, K.B., 2010, Validasi Metode dan Penetapan Kadar Parasetamol dalam Jelly Secara High Performance Liquid Chromatography (HPLC) Fase Terbalik Menggunakan Teknik Preparasi Pemanasan, *Skripsi*, Fakultas Farmasi Universitas Sanata Dharma, Yogyakarta.
- Kusuma, A.S.W., Ismanto. R.M.H., 2016, Penggunaan Instrument High Performance Liquid Chromatography Sebagai Metode Penentuan Kadar Kapsain pada Bumbu Masak Kemasan “Bumbu Marinade Ayam Special” Merek Sasa, *Jurnal Farmaka*, 14(2): 41-46.



- Kusumawardani N., Sulistyarti H., Atikah., 2015, Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Dan Ph Optimum Dalam Pembuatan Tes Kit Sianida Berdasarkan Pembentukan Hidrindantin, *Kimia Student journal*, 1(1):711 – 717.
- Meltin, L., 2009, Budidaya Tanaman Bawang Daun (*Allium Fistulosum L.*) Di Kebun Benih Hortikultura (Kbh) Tawangmangu, *Skripsi*, Fakultas Pertanian Universitas Sebelas Maret, Surakarta.
- Nugraha, H., 2017, Analisis Natrium Benzoate, Kalium Sorbet, dan Natrium Sakarin dalam Manisan Cianjur dengan Metode Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT), *Skripsi*, Universitas Al-Ghifari Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam Jurusan Farmasi, Bandung.
- Panggabean, A.S., 2016, Analisis Residu Klorpirifos dalam Sayur-Sayuran dengan Teknik High Performance Liquid Chromatography (HPLC), *Jurnal Kimia Mulawarman*, 13(2): 57-63.
- Pramudita, A.W., 2015, Validasi Metode Analisis Erdostein Secara KCKT yang Digunakan pada Validasi Pembersihan Peralatan Produksi dengan Cara Usap, *Skripsi*, Fakultas Farmasi Universitas Airlangga Departemen Kimia Farmasi, Surabaya.
- Puspitarani, D., 2016, Gambaran Perilaku Penggunaan Pestisida dan Gejala Keracunan yang Ditimbulkan pada Petani Penyemprot Sayur Di Desa Sidomukti Kecamatan Bandungan Kabupaten Semarang, *Skripsi*, Fakultas Ilmu Keolahragaan Universitas Negeri Semarang, Semarang.
- Riyanto, A., 2011, *Pengolahan dan analisis data kesehatan*, Nuha Medika, Yogyakarta.
- Saiya, A., Gumolung, D., Caroles, J.D.S., 2018, Analisis Residu Pestisida dalam Tomat, Cabai Rawit dan Wortel dari Beberapa Pasar Tradisional Di Sulawesi Utara, *Jurnal Kimia*, Fakultas MIPA, Universitas Negeri Manado, Tondono, 95618, Indonesia, 3(2): 63-69.
- Saiya, A., Gumolung, D., Howan, D.H.O., 2017, Analisis Residu Klorpirifos dalam Sayuran Kubis dengan Metode Hplc Di Beberapa Pasar Tradisional Di Sulawesi Utara, *Jurnal Eksakta*, Laboratorium Kimia, FMIPA, Universitas Negeri Manado, 18(2): 78-85.
- Syenina, A., 2011, Validasi Metode Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT) Fase Terbalik pada Penetapan Kadar Nikotin dalam Ekstrak Etanolik Daun Tembakau, *Skripsi*, Fakultas Farmasi Universitas Sanata Dharma, Yogyakarta.

- Triani, A.L., Gunam, I.B.W., dan Wrasiasi, L.P., 2013, Analisis Residu Insektisida Pada Kacang Panjang (*Vigna Sinensis*) Yang Dihasilkan Di Kabupaten Tabanan, *Skripsi*, Fakultas Teknologi Pertanian Universitas Udayana, Bali.
- Tsani, R.A., Setiani, O., Dewant., N.A.Y., 2017, Hubungan Riwayat Pajanan Pestisida dengan Gangguan Fungsi Hati Pada Petani Di Desa Sumberejo Kecamatan Ngablak Kabupaten Magelang, *Jurnal Kesehatan Masyarakat (e-journal)*, 5(3): 411-420.