



Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber:
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar Unand.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin Unand.

**VALIDASI METODA UNTUK ANALISIS RESIDU PESTISIDA
KARBOFURAN DAN KARBARIL DALAM AIR SECARA
KROMATOGRAFI CAIR KINERJA TINGGI (KCKT)**

SKRIPSI



**SHINTA YULIA
06132011**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ANDALAS
PADANG 2011**

VALIDASI METODA UNTUK ANALISIS RESIDU PESTISIDA KARBOFURAN DAN KARBARIL DALAM AIR SECARA KROMATOGRAFI CAIR KINERJA TINGGI (KCKT)

SHINTA YULIA (06132011)

Dibimbing oleh : Dr. REFILDA dan Dra. RETNO YUSIASIH, MS

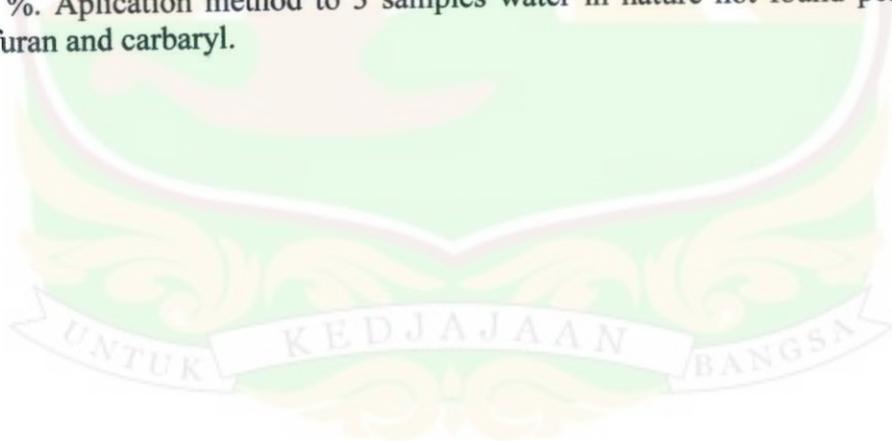
Penelitian mengenai validasi metoda untuk analisis residu pestisida karbofuran dan karbaril dalam air secara kromatografi cair kinerja tinggi (KCKT) telah dilakukan. Metoda KCKT merupakan salah satu teknik pemisahan yang baik digunakan untuk residu pestisida karbofuran dan karbaril. Oleh karena itu, dilakukan validasi metoda dengan parameter yang diuji adalah linearitas, limit deteksi, presisi dan akurasi yang berfungsi untuk mengetahui kinerja analisis residu pestisida karbofuran dan karbaril dalam air secara KCKT. Metoda KCKT yang digunakan fasa terbalik μ Bondapak C₁₈ 10 μ m 125 A dengan fasa geraknya asetonitril : air dengan perbandingan 45 : 55 (v/v). Detektor yang dipakai adalah UV-vis pada λ 275 nm. Verifikasi alat KCKT-UV memberikan deteksi minimum alat untuk karbofuran sebesar 0,1238 μ g/g dan karbaril 0,0538 μ g/g. Linearitas alat yang didapatkan cukup baik dengan nilai R² mendekati 1 pada rentang konsentrasi antara 0,1238-3,2689 μ g/g untuk karbofuran dan antara 0,0538-2,9326 μ g/g untuk karbaril. Presisi yang didapatkan cukup baik hal ini ditunjukkan dengan nilai % SDRnya kecil dari 5 %. Validasi metoda dari penelitian ini didapatkan limit deteksi metoda untuk karbofuran sebesar 0,107 μ g/g dan untuk karbaril 0,1048 μ g/g. Linearitas dan Presisi metoda dari penelitian ini juga cukup baik, hal ini dapat dilihat dari nilai R² yang mendekati 1 dengan rentang konsentrasi antara 0,1 – 0,4 μ g/g untuk karbofuran dan antara 0,1-0,6 μ g/g untuk karbaril, dan % SDR yang kecil dari 5 %. Akurasi metoda yang diperoleh adalah sebesar 99,58 % untuk karbofuran dan 86,55% untuk karbaril. Aplikasi metoda terhadap 3 buah sampel air di alam tidak menunjukkan adanya residu pestisida karbofuran dan karbaril didalamnya.

METHOD VALIDATION FOR ANALYSIS OF PESTICIDE RESIDUES CARBOFURAN AND CARBARYL IN WATER BY HIGH PERFORMANCE LIQUID CROMATOGRAPHY (HPLC)

SHINTA YULIA (06132011)

Advisors : Dr. REFILDA dan Dra. RETNO YUSIASIH, MS

Research about method validation for analysis pesticide residues carbofuran and carbaryl in water by high performance liquid chromatography (HPLC) has been made. HPLC method it is one of best separation for pesticide residues carbofuran and carbaryl. Therefore, the method validation do with parameter analysis is linearity, limit of detection, precision, and accuracy which have function for known capability analisis pesticide residues carbofuran and carbaryl in water by HPLC. Used the reverse phase method with μ Bondapak C₁₈ 10 μ m 125 A, mobile phase is acetonitrile : water in ratio 45 : 55 (v/v), used the detector UV – vis in λ 275 nm. Instrument verification HPLC-UV the have limit of detection for carbofuran 0,1238 μ g/g and carbaryl 0.0538 μ g/g. The have good linearity between 0,1238-3,2689 μ g/g for carbofuran and 0,0538-2,9326 μ g/g for carbaryl .the have good precision with R² value approximate 1 between concentration 0,1238-3,2689 μ g/g for carbofuran dan 0,0538-2,9326 μ g/g for carbaryl. Good precision because of % SDR less than 5 %. Method validation the research found out method limit of detection for carbofuran 0,107 μ g/g and carbaryl 0.1048 μ g/g. in the research found out good linearity and precision can be seen in R² value approximate 1 and between concentration 0,1 – 0,4 μ g/g for carbofuran and 0,1-0,6 μ g/g for carbaryl, and have % which of % SDR less than 5 %. Found out method accuracy for carbofuran 99,58 % and carbaryl 86,55 %. Aplication method to 3 samples water in nature not found pesticide residues carbofuran and carbaryl.



KATA PENGANTAR

Syukur alhamdulillah kepada Allah SWT atas rahmat dan karuniaNya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “ **Validasi Metoda untuk Analisis Residu Pestisida Karbofuran dan Karbaril dalam Air Secara Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT)** ”. Skripsi ini disusun berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan pada laboratorium Laboratorium Bidang Kimia Analitik dan Standar, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) Bandung serta didukung oleh berbagai sumber literatur.

Pada kesempatan ini penulis ingin menyampaikan ucapan terima kasih yang sebesar- besarnya kepada :

1. Prof. Dr. Emriadi selaku dekan FMIPA UNAND beserta pembantu-pembantu dekan FMIPA UNAND.
2. Dr. Adlis Santoni selaku ketua Jurusan, Dr. Mai Efdi selaku koordinator pendidikan dan Dr. Afrizal selaku sekretaris jurusan Kimia Unand.
3. Drs. Hasnirwan, MSi selaku dosen pembimbing akademik penulis selama menempuh studi di jurusan kimia Unand.
4. Dr. Refilda dan Dra. Retno Yusiasih, MS selaku dosen pembimbing I dan II yang telah banyak memberikan kontribusinya baik masukan, semangat dan saran pada penulis selama penelitian dan penyusunan skripsi ini.
5. Kedua Orang tua penulis yang telah banyak memberikan dukungan moril dan do'anya sehingga penulis dapat menyelesaikan studi di jurusan kimia Unand.
6. “Uni nike, kak ipar aa dandan, si bontot nofi dan ande” yang telah memberikan dukungan moril, dan do'anya kepada penulis.
7. Keluarga besar penulis yang telah memberikan semangat, dan do'anya kepada penulis.

8. Para teknisi dan peneliti di laboratorium bidang kimia analitik dan standar LIPI bandung, teh maya, kak dian, kak tina bu dedeh, kak andre, kak willy dan lainnya yang telah banyak memberikan masukan pada penulis saat melakukan penelitian di LIPI bandung.
9. Teman senasib, seperjuangan di LIPI bandung “ Radhia Putri” kenangan selama kita di Bandung tak akan hilang begitu saja dhi.
10. Teman kuliah merangkap teman kost “ Steffi adelin” terima kasih banyak atas semua bantuannya mengurus urusan kuliah penulis saat penulis tidak ada di padang.
11. D’Osara, uni anggi, mimi, nunung dan semua warga kost ni susi yang merupakan keluarga dan rumah kedua bagi penulis.
12. Teman main, teman kuliah dan teman diskusi “The Creambilles” terima kasih sudah membuat warna dalam hidup penulis.
13. Warga kimia 06 “ zokure” tetap kompak selalu walau kita akan berpisah.
14. Semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu yang telah banyak memberikan bantuan kepada penulis saat penelitian dan penyusunan skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari kesempurnaan, karena itu dengan kerendahan hati penulis mengharapkan kritik dan saran demi perbaikan dimasa yang akan datang. Akhirnya, penulis berharap semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan.

Padang, Januari 2011

Penulis

DAFTAR ISI

Halaman

HALAMAN JUDUL	
LEMBARAN PENGESAHAN	
ABSTRAK	
ABSTRACT	
KATA PENGANTAR	i
DAFTAR ISI	iii
DAFTAR TABEL	vi
DAFTAR GAMBAR	vii
DAFTAR LAMPIRAN	viii
BAB I. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang Masalah	2
1.2 Perumusan Masalah	2
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Manfaat Penelitian	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1 Pestisida Karbamat	4
2.1.1 Karbofuran	4
2.1.2 Karbaril	6
2.2 Metoda Analisis Kromatografi	7
2.3 Teknik Pemurnian (SPE)	9
2.4 Validasi Metoda	10
2.4.1 LoD	11
2.4.2 Linearitas	11
2.4.3 Presisi	12
2.4.4 Akurasi	13

BAB III METODOLOGI PENELITIAN	14
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	14
3.2 Alat-alat yang Digunakan	14
3.3 Bahan-bahan yang Digunakan	14
3.4 Pembuatan Larutan yang Dibutuhkan untuk Analisis	14
3.4.1 Pembuatan Larutan Standar Induk Karbofuran dan karbaril .	14
3.4.2 Pembuatan Standar Campuran karbofuran dan karbaril	14
3.4.3 Pembuatan Larutan Standar untuk Linearitas Alat.....	15
3.4.4 Pembuatan Larutan Standar untuk LoD	15
3.4.5 Pembuatan Larutan Standar untuk Presisi Alat.....	15
3.4.6 Pembuatan Sampel Simulasi	15
3.4.6.1 Sampel Simulasi untuk LoD dan Linearitas Metoda..	15
3.4.6.2 Sampel Simulasi untuk Presisi dan <i>Recovery</i> Metoda	16
3.5 Prosedur Percobaan	16
3.5.1 Penentuan Kondisi Optimum KCKT	16
3.5.2 Proses Pemurnian Menggunakan SPE	17
3.6 Verifikasi KCKT	17
3.6.1 Penentuan LoD Alat	17
3.6.2 Penentuan Linearitas Alat	18
3.6.3 Penentuan Presisi Alat.....	18
3.7 Validasi Metoda	18
3.7.1 Penentuan LoD dan Linearitas Metoda.....	18
3.7.1 Penentuan Presisi Metoda	18
3.8 Akurasi Metoda.....	19
3.9 Aplikasi Metoda Terhadap Sampel Alam.....	19
BAB IV HASIL DAN DISKUSI	20
4.1 Verifikasi Alat KCKT-UV	20
4.1.1 Deteksi Minimum Alat	20
4.1.2 Linearitas dan Rentang Kerja Alat KCKT	21
4.1.3 Presisi Alat KCKT	21

4.1.3.1 Presisi untuk Waktu Retensi Standar Karbofuran dan Karbaril	23
4.1.3.2 Presisi untuk Luas Puncak Standar Karbofuran dan Karbaril	24
4.2 Validasi Metoda untuk Analisis Karbofuran dan Karbaril	25
4.2.1 Deteksi Minimum Metoda	25
4.2.2 Linearitas dan Rentang Kerja Metoda.....	26
4.2.3 Presisi Metoda	28
4.2.3.1 Presisi Berdasarkan Waktu Retensi untuk Karbofuran dan Karbaril dalam Air.....	28
4.2.3.2.1 Presisi Berdasarkan Luas Puncak untuk Karbofuran dan Karbaril dalam Air	29
4.2.4 Akurasi Metoda	29
4.3 Aplikasi	30
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	31
5.1 Kesimpulan	31
5.2 Saran	31
DAFTAR PUSTAKA	32
LAMPIRAN	34

DAFTAR TABEL

Tabel 1. Perbedaan Sistem Fasa Terbalik dan Normal.....	7
Tabel 2. Parameter untuk Validasi Metoda Menurut USP (United State Pharmacopela) dan ICH (International Conference on Harmonization)	11
Tabel 3. Kriteria Keterimaan Presisi	12
Tabel 4. Komposisi Konsentrasi dalam Sampel	16
Tabel 5. Presisi Waktu Retensi dari Senyawa Karbofuran dan Karbaril.	24
Tabel 6. Presisi Standar Karbofuran dan Karbaril untuk Luas Puncak	25
Tabel 7. Presisi Berdasarkan Waktu Retensi Rata – Rata dari 6 Kali Injeksi untuk Karbofuran dan Karbaril dalam Air	28
Tabel 8. Presisi Berdasarkan Luas Puncak untuk Karbofuran dan Karbaril dalam Air	29
Tabel 9. Data Analisis Akurasi Metoda	30
Tabel 10. Konsentrasi Larutan Standar Campuran Karbofuran dan Karbaril	34
Tabel 11. Linearitas KCKT untuk Karbofuran	35
Tabel 12. Linearitas KCKT untuk Karbaril	35
Tabel 13. Konsentrasi Larutan Standar Campuran Karbofuran dan Karbaril untuk Presisi KCKT	36
Tabel 14. Presisi KCKT - UV untuk Standar Karbofuran Berdasarkan Luas Puncak.....	37
Tabel 15. Presisi KCKT - UV untuk Standar Karbaril Berdasarkan Luas Puncak...38	
Tabel 16. Konsentrasi Standar Karbofuran dan Karbaril dalam Sampel Simulasi untuk Linearitas dan LoD Alat.....	39
Tabel 17. Linearitas Karbofuran.....	40
Tabel 18. Linearitas Karbaril.....	40

Tabel 19. Presisi Metoda Berdasarkan Luas Puncak untuk Standar Karbofuran
dalam Air 41

Tabel 20. Presisi Metoda Berdasarkan Luas Puncak untuk Standar Karbaril
dalam Air 43

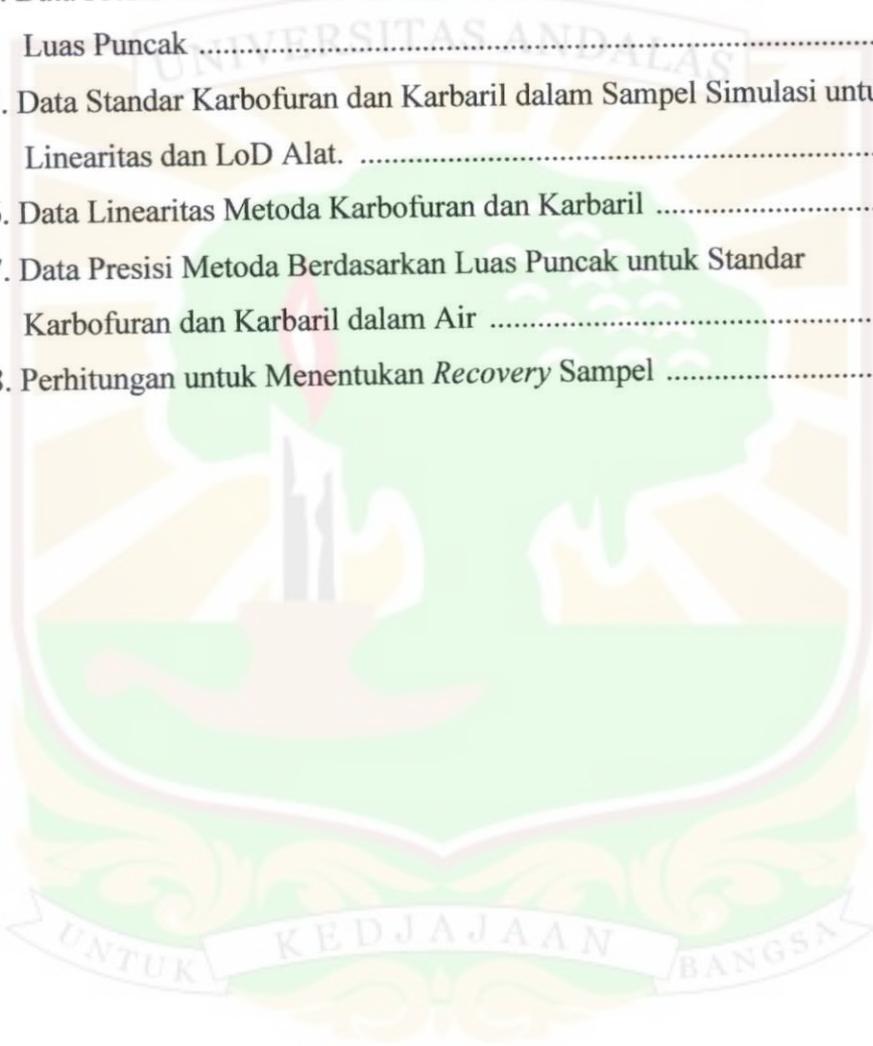


DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1. Struktur Kimia Karbamat	4
Gambar 2. Struktur Kimia Karbofuran	5
Gambar 3. Struktur Kimia Karbaril	6
Gambar 4. Rangkaian Alat KCKT Hitachi-7000 <i>Series</i>	9
Gambar 5. Rangkaian Sistim SPE.....	10
Gambar 6. Diagram proses Pemurnian Menggunakan SPE.....	17
Gambar 7. Kromatogram Standar Karbofuran dan Karbaril.....	21
Gambar 8. Kurva Linearitas Karbofuran dengan Konsentrasi Terendah 0.1238 ppm	22
Gambar 9. Kurva Linearitas Karbaril dengan Konsentrasi terendah 0.0538 ppm....	23
Gambar 10. Kromatogram Sampel yang Mengandung Standar Karbofuran dan Karbaril dengan Konsentrasi 0.1 ppm	26
Gambar 11. Kromatogram Sampel yang Mengandung Standar Karbofuran dan Karbaril dengan Konsentrasi 0.05 ppm	26

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Data Konsentrasi Standar Campuran Karbofuran dan Karbaril	34
Lampiran 2. Data Linearitas KCKT untuk Karbofuran dan Karbaril	35
Lampiran 3. Data Konsentrasi Standar Campuran Karbofuran dan Karbaril untuk Presisi KCKT	36
Lampiran 4. Data Presisi KCKT untuk Standar Karbofuran dan Karbaril Berdasarkan Luas Puncak	37
Lampiran 5. Data Standar Karbofuran dan Karbaril dalam Sampel Simulasi untuk Linearitas dan LoD Alat.	39
Lampiran 6. Data Linearitas Metoda Karbofuran dan Karbaril	40
Lampiran 7. Data Presisi Metoda Berdasarkan Luas Puncak untuk Standar Karbofuran dan Karbaril dalam Air	41
Lampiran 8. Perhitungan untuk Menentukan <i>Recovery</i> Sampel	45



BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Penggunaan pestisida dalam kehidupan sehari-hari tidak bisa dihindari lagi, terutama dalam bidang pertanian. Pestisida tersebut biasanya berfungsi untuk mematikan hama, sehingga dapat menaikkan pendapatan hasil panen. Penggunaan pestisida dalam pertanian dengan keadaan terkontrol dan tidak berlebihan tidak akan menimbulkan dampak yang begitu buruk terhadap lingkungan. Akan tetapi sebaliknya, penggunaan pestisida yang tidak terkontrol akan menimbulkan dampak yang buruk terhadap lingkungan. Dampak yang ditimbulkan seperti pencemaran air, tanah dan udara yang efeknya dapat menyebabkan keseimbangan ekosistem terganggu. Disamping itu, terdapatnya residu pestisida dalam air dapat menimbulkan bahaya bagi kesehatan. Hal ini disebabkan karena makhluk hidup yang mengkonsumsi air tercemar residu pestisida akan keracunan akibat menumpuknya pestisida didalam tubuh yang tidak dapat terurai dengan sempurna. Hal ini dapat mengakibatkan mutasi genetik dalam tubuh makhluk hidup yang dapat menimbulkan kanker atau penyakit lain yang berbahaya.⁽¹⁾

Terdapat 3 kelompok jenis pestisida yaitu organoklorin, organofosfat dan karbamat. Karbamat merupakan senyawa organik yang dihasilkan dari asam karbamat. Senyawa karbamat secara komersial banyak digunakan untuk pestisida yaitu sebagai insektisida untuk tanaman pertanian dan perkebunan. Karbaril, karbofuran, propoxur, isoprocarb, aldicarb dan lainnya merupakan sebagian kecil turunan karbamat, senyawa karbamat dan turunannya merupakan jenis pestisida yang dapat terurai atau terdegradasi melalui sinar matahari dan bakteri. Walaupun jenis pestisida ini mempunyai waktu paruh yang relatif kecil sehingga tidak dapat mencemari air dalam jangka waktu yang sangat panjang (Anonim, 1996), akan tetapi, jika pemakaian yang dosisnya tidak tepat maka pestisida ini dapat meracuni air yang akan mengakibatkan kerusakan lingkungan.

Analisis residu pestisida dapat dilakukan dengan metoda kromatografi. Kromatografi dapat bermanfaat sebagai cara untuk menganalisis suatu campuran

menjadi komponen – komponen yang terdistribusi dalam dua fase yaitu fasa diam dan fasa gerak (Khopkar S.M, 1990). Pemanfaatan kromatografi sangat luas untuk pemisahan analitik dan preparatif. Hampir semua molekul dari berat molekul rendah sampai tinggi dapat dipisahkan menjadi komponen – komponennya dengan metoda kromatografi (Gritter. B dan Schwarting, 1991). Salah satu teknik pemisahan yang baik digunakan untuk residu pestisida karbamat dalam air adalah kromatografi cair kinerja tinggi (KCKT) atau lebih dikenal dengan metoda *High Performance Liquid Chromatography* (HPLC). KCKT akan lebih sesuai untuk isolasi senyawa yang tidak mudah menguap, dan juga untuk senyawa yang tidak tahan terhadap panas (Khopkar S,M, 1990). Kromatografi adalah salah satu metoda analisis pestisida yang memiliki selektivitas, sensitivitas dan ketepatan yang cukup tinggi. Walaupun begitu masih diperlukan optimasi sehingga diperoleh hasil analisis yang valid dan absah.

Mengingat kandungan residu pestisida karbamat dan turunannya yang terdapat dalam air sangat rendah, maka metoda analisis yang akurat dan cermat sangat diperlukan. Hal ini penting, karena akan digunakan untuk mengambil kesimpulan dari hasil analisis. Untuk mengetahui kinerja metoda analisis yang digunakan maka harus dilakukan validasi. Menurut Julia J. Kantasubrata (2005) validasi metoda adalah konfirmasi melalui pengujian dan pengadaan bukti yang objektif bahwa persyaratan tertentu suatu maksud dipenuhi. Pada umumnya parameter validasi metoda meliputi presisi, *Limit of Detection* (LoD), linearitas dan akurasi yang salah satunya dapat ditunjukkan dengan % *recovery* (perolehan kembali).

1.2 Perumusan Masalah

Penentuan residu pestisida karbofuran dan karbaril sebelumnya sudah dilakukan oleh Pusat Penelitian Kimia – LIPI (2007) dengan menggunakan metoda KCKT dan detektor UV. Pada penelitian sebelumnya, sampel yang digunakan merupakan sampel semi padat yaitu buah tomat dari hasil pertanian. Dari hasil penelitian tersebut diperoleh akurasi yang ditunjukkan dengan % *recovery* senyawa karbofuran dan karbaril cukup baik yaitu sebesar 78,69 % dan 74,66 %. Untuk itu, dilakukan penelitian lanjutan untuk melihat apakah validasi

metoda analisis residu pestisida karbofuran dan karbaril dalam air secara KCKT menghasilkan data yang valid dan absah seperti pada penelitian yang dilakukan pada sampel buah tomat .

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui kinerja untuk analisis residu pestisida karbofuran dan karbaril dalam air secara metoda KCKT. Untuk mengetahui kinerja metoda analisis dilakukan dengan cara memvalidasi metoda yang digunakan. Adapun parameter yang memvalidasi metoda ini adalah linearitas, deteksi minimum, presisi, dan akurasi baik dari alat maupun metoda yang digunakan.

1.4 Manfaat Penelitian

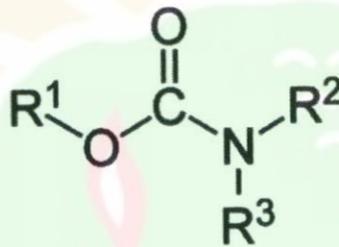
Diharapkan dari hasil penelitian ini dapat diketahui kinerja metoda untuk analisis pestisida karbofuran dan karbaril dengan menggunakan KCKT. Disamping itu, diharapkan penelitian ini dapat memberikan informasi yang berguna untuk analisis residu karbofuran dan karbaril dalam air di laboratorium pengujian lainnya baik di Universitas maupun Industri.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Pestisida Karbamat

Senyawa karbamat secara komersial banyak digunakan sebagai insektisida tanaman. Turunan karbamat antara lain : Karbaril, Karbofuran, Propoxur, Isoprocarb, Aldicarb dan lain sebagainya. Struktur kimia senyawa karbamat secara umum dapat dilihat pada Gambar 1.



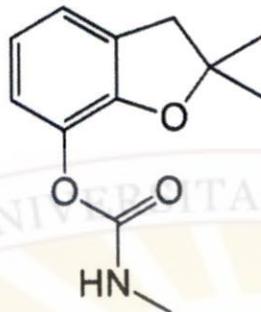
Gambar 1. Struktur Kimia Karbamat

Pestisida golongan karbamat yang dipakai dalam rumah tangga adalah propoxur yang lebih dikenal dengan nama komersial atau nama dagang yaitu baygon. Sedangkan jenis pestisida karbamat yang lainnya banyak digunakan dalam dunia pertanian dan perkebunan. Senyawa karbamat pada umumnya bersifat sistemik, didalam tanaman karbamat tidak begitu stabil (Chou dan Afghan, 1977).

2.1.1 Karbofuran

Karbofuran merupakan salah satu senyawa yang berguna sebagai bahan aktif dari pestisida karbamat. Karbofuran memiliki banyak nama dagang seperti Furadan, Teluk 70.143, Carbodan, Carbosip, Chinofur, Curaterr, D 1221, THT 27.164, Furacarb, Kenafuran, Pillarfuron, Rampart, NEX, dan Yaltox. Nama kimia dari karbofuran adalah 2,3-dihydro-2,2-dimethyl-7-benzofuranyl

methylcarbamate dengan berat molekul 221, 25 g/mol, titik didih antara 153 - 154°C, dengan kelarutan terhadap air 320 mg/L pada suhu 25°C dan larut terhadap aseton, asetonitril, benzene serta cyclohexone. Struktur kimia karbofuran dapat dilihat pada Gambar 2.



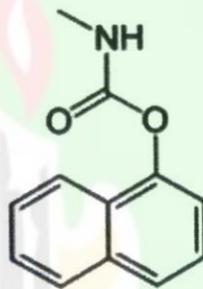
Gambar 2. Struktur Kimia Karbofuran

Pestisida yang berbahan aktif karbofuran dapat membunuh serangga, tungau, dan nematoda. Karbofuran tersedia dalam bentuk cair dan butiran, tetapi mulai tahun 1994 karbofuran yang berbentuk butiran sudah dilarang di Amerika Serikat (A.S). Walaupun pestisida karbamat dan turunannya mudah terurai oleh sinar matahari, tetapi senyawa karbofuran ini cukup berbahaya terutama jika terhirup, tertelan dan agak beracun jika terjadi penyerapan melalui kulit. Gejala keracunan karbofuran yaitu mual, muntah, kram perut, berkeringat, diare, keluar air liur berlebihan, lemah, lunglai, penglihatan kabur, sesak nafas, tekanan darah meningkat, dan inkontinensia. Pada dosis tinggi dapat menyebabkan karena terjadi kegagalan pernafasan. Keracunan oleh karbofuran dapat juga mengganggu sistim saraf sehingga perlu kehatian – hatian karena dengan ½ sendok teh (1 mL) dapat memberikan efek yang fatal.

Pestisida berbahan aktif karbofuran ini dapat mencemari tanah dan air tanah akibat terbawa oleh air ketika hujan. Memiliki waktu paruh dalam tanah dan air tanah antara 30 – 120 hari, didalam akar tanaman waktu paruhnya 4 hari, dan didaun lebih 4 hari. Sedangkan, waktu paruh dalam air pada suhu 25°C adalah 690. Akan tetapi, pada pH 6.0, 7.0, dan 8.0 mempunyai waktu paruh berturut – turut 8, 2 dan 1 minggu. Karbofuran dapat didegradasi oleh proses hidrolisis kimia dan mikroba. Proses hidrolisis akan terjadi lebih cepat pada pH basa.

2.1.2 Karbaril

Senyawa karbaril juga merupakan bahan aktif dalam pestisida karbamat. Mempunyai nama dagang atau komersial yaitu Carbamine, Denapon, Dicarbam, Hexavin, Karbaspray, Nac, Ravyon, Septene, Sevin, Tercyl, Tricarnam, dan Union Carbide 7744. Nama kimia karbaril adalah 1-naphthyl N-methylcarbamate. Karbaril mempunyai berat molekul 201, 22 g/mol, titik didih karbaril 142 °C. Karbaril dapat berwarna kristal putih atau abu-abu tergantung dengan tingkat kemurniannya, tidak bersifat korosif terhadap logam dan kemasan atau peralatan aplikasi. Kelarutan dalam air cukup rendah yaitu 0.005 g/100 g pada suhu 20°C dan 0.004/100g pada suhu 30°C . Karbaril dapat larut sempurna dalam etanol, petroleum eter, dietil eter dan chloroform. Struktur kimia senyawa karbaril dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Struktur Kimia Karbaril

Pestisida berbahan aktif karbaril ini merupakan insektisida yang dapat digunakan untuk membasmi lebih dari 100 spesies serangga tanaman jeruk, buah, kapas, di hutan, di rumput, tanaman hias, pohon peneduh dan tanaman lainnya. Sedangkan pada hewan seperti unggas, ternak dan hewan peliharaan senyawa karbaril digunakan sebagai molluscisida dan acarisida.

Karbaril cukup beracun sehingga dapat memberikan dampak buruk pada manusia jika terjadi kontak pada kulit, terhirup dan tertelan. Gejala – gejala keracunan akut jika kontak dengan mata dan kulit dapat menyebabkan luka bakar, Jika terhirup atau tertelan dalam jumlah besar menimbulkan rasa mual, kejang perut, diare dan air liur berlebihan. Gejala lainnya adalah penglihatan kabur, keseimbangan terganggu dan kejang.

Karbaril juga sangat berbahaya untuk organisme air seperti ikan, udang, dan keong serta alga. Dalam ikan akumulasi karbaril 140 kali lebih besar dari konsentrasi karbaril dalam air. Oleh karena itu, diperlukan kehati-hatian saat membuang pestisida yang mengandung karbaril ke dalam air.⁽²⁾

Degradasi karbaril dalam tanah sebagian besar disebabkan oleh sinar matahari dan bakteri. Karbaril mempunyai waktu paruh 7 hari di tanah aerobik dan 28 hari di tanah anaerobik. Degradasi karbaril dalam air disebabkan oleh bakteri melalui proses kimia. Hasil tersebut tidak mudah menguap sehingga mempunyai waktu paruh antara 1 – 32 hari.

2.2 Metoda Analisis Kromatografi

Menurut Robert D Braun (1983) kromatografi adalah suatu bagian teknik pemisahan komponen dalam suatu campuran pada fasa diam oleh fasa gerak. Dalam kromatografi terdapat tiga hal yang berperan penting yaitu fasa gerak, fasa diam dan analit dalam sampel yang akan dianalisis.

Kromatografi terbagi atas dua macam jenis yaitu kromatografi cair dan gas. Jenis kromatografi dapat digunakan tergantung pada jenis analit yang dianalisis. Pada analisis residu pestisida karbofuran dan karbaril kromatografi yang digunakan adalah kromatografi cair kinerja tinggi (KCKT). Sistem kromatografi ini sesuai untuk analisis senyawa yang tidak mudah menguap dan labil terhadap panas. Metoda KCKT terbagi atas dua sistem yaitu fasa terbalik dan sistem fasa normal, yang membedakan kedua sistem tersebut adalah kepolaran dari fasa gerak, fasa diam, dan analit yang dianalisis. Hal ini dapat dilihat dalam Tabel 1.

Tabel 1. Perbedaan Sistem Fasa Terbalik dan Normal

Komponen	Fasa terbalik	Fasa normal
Fasa diam	Non polar	Polar
Fasa gerak	Polar	Non polar
Analit	Polar	Non polar

Sumber (Gritter. B dan Schwarting, 1991)

Menurut Edward L. J dan Robert S (1991), fasa gerak mempunyai sifat-sifat sebagai berikut:

- a. Murni tanpa cemaran
- b. Tidak beraksi dengan kemasan
- c. Sesuai dengan detektor.
- d. Dapat melarutkan cuplikan.
- e. Punya viskositas rendah.
- f. Memungkinkan perolehan kembali cuplikan mudah.
- g. Harganya wajar.

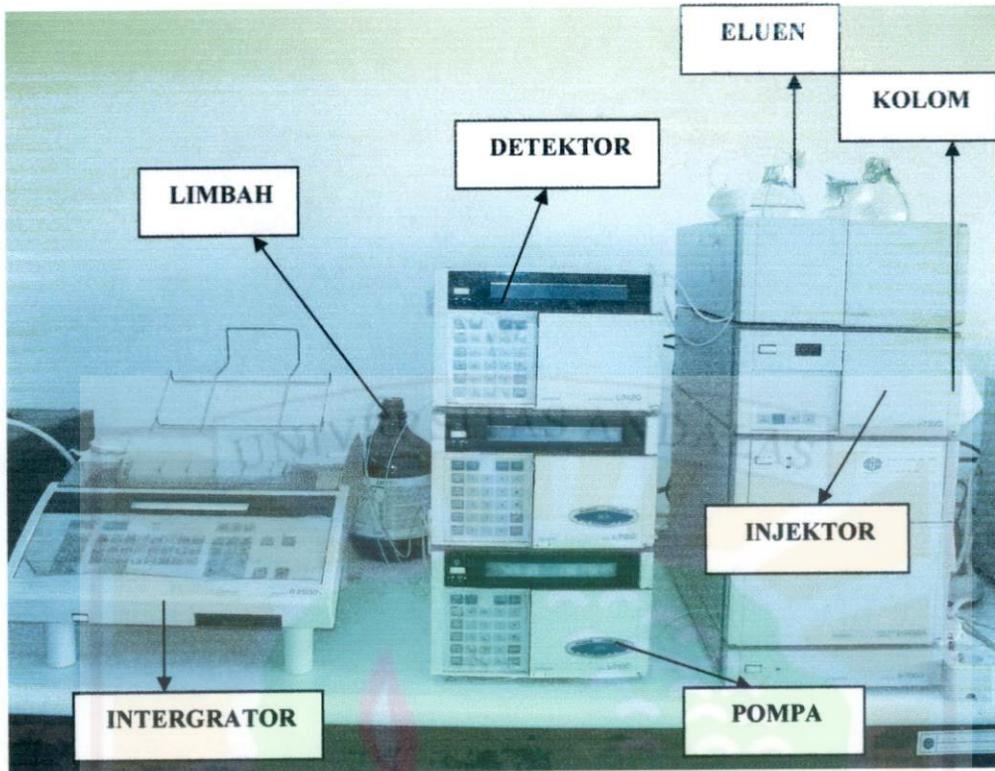
Apabila syarat dari fasa – fasa gerak tersebut terpenuhi, maka akan memberikan hasil analisis yang baik.

Beberapa keuntungan penggunaan KCKT adalah sebagai berikut :

- a. Analisis dilakukan dalam waktu cepat.
- b. Daya pisahnya baik.
- c. Kepekaan terhadap detektor spesifik.
- d. Kolom KCKT dapat dipakai kembali.
- e. Cocok untuk analisis senyawa bermolukul besar dan kecil.
- f. Mudah memperoleh cuplikan.

Oleh karena itu, KCKT cukup efektif dari segi waktu karena pengujiannya tidak butuh waktu lama, zat yang dipakai cukup sedikit sehingga lebih efisien. Sistem KCKT yang dipakai dalam penelitian ini adalah KCKT fasa terbalik dengan kolom μ Bondapak C₁₈ 10 μ m 125 A yang merupakan fasa diam yang bersifat non polar⁽³⁾.

Pada sistem KCKT data yang dihasilkan berupa kromatogram yang meliputi waktu retensi dan luas puncak. Analisis kualitatif dan kuantitatif dilakukan dengan membandingkan waktu retensi dari luas puncak standar senyawa murni. Sistem peralatan KCKT pada umumnya terdiri dari pompa, injektor, kolom, detektor, dan integrator yaitu alat pembaca sinyal yang dihasilkan oleh detektor. Rangkaian sistem KCKT tersebut secara umum tercantum pada Gambar 4.

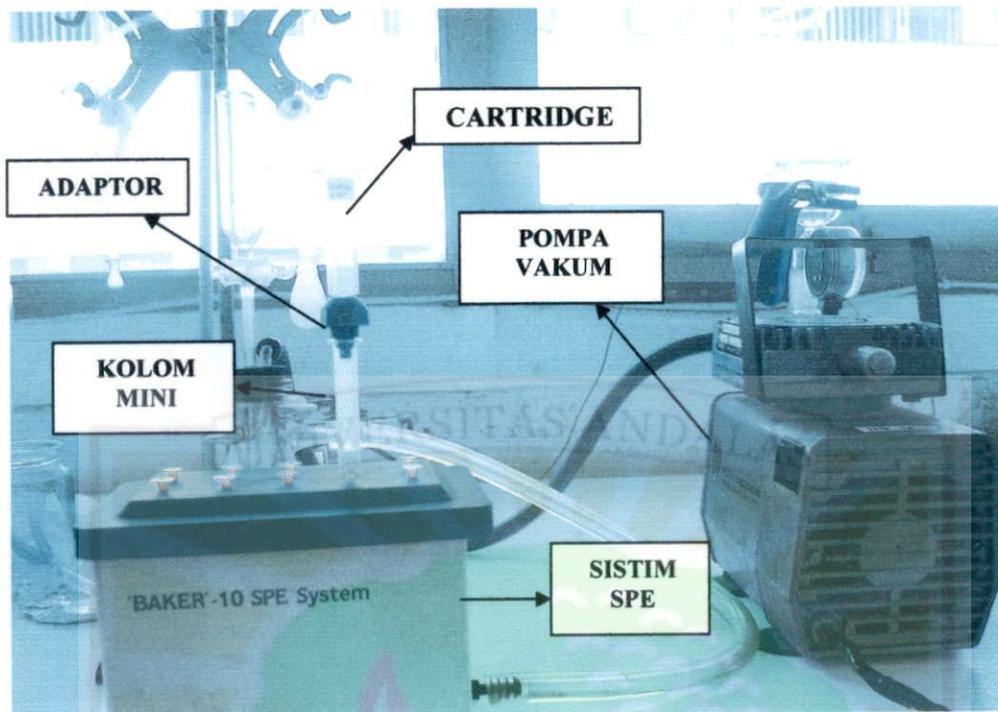


Gambar 4. Rangkaian Alat KCKT Hitachi-7000 Series.

2.3 Teknik Pemurnian

Solid Phase Extraction (SPE) merupakan suatu metoda pemisahan yang terdiri dari fasa diam dan fasa gerak yang berfungsi untuk memisahkan analit yang diinginkan dalam sebuah larutan. Metoda ini dapat digunakan dalam proses pemurnian suatu larutan sebelum dilakukan proses kromatografi atau proses analitik lainnya.

Prinsip kerja dari SPE ini hampir sama dengan prinsip kerja dari kromatografi kolom. SPE merupakan kolom mini yang berbentuk *cartridge* dengan fasa diam berbentuk partikel dengan ukuran 96 atau 47 – 90 nm. Rangkaian alat sistim SPE dapat dilihat pada Gambar 5.



Gambar 5. Rangkaian Sistim SPE

2.4 Validasi Metoda Analisis

Menurut Slamet Ibrahim S (2009) validasi metoda analisis adalah proses yang dilakukan dengan kajian dilaboratorium yang membuktikan bahwa karakteristik kinerja metoda analisis telah memenuhi syarat sesuai dengan tujuan penggunaannya. Validasi metoda sangat perlu dilakukan karena merupakan jaminan mutu hasil pengujian, sehingga dapat diterima oleh semua pihak. Dalam melakukan validasi metoda verifikasi alat juga sangat dibutuhkan. Adapun verifikasi adalah konfirmasi terhadap alat sejauh mana alat tersebut memberikan kemampuan pengukuran yang sebenarnya dengan kecermatan dan ketepatan yang tinggi, verifikasi alat dapat dilakukan dengan cara menentukan parameter – parameter diantaranya deteksi minimum alat, linearitas dan rentang kerja, presisi serta akurasi⁽³⁾.

Suatu laboratorium harus memvalidasi metoda, baik untuk metoda baku maupun metoda yang tidak baku. Hal ini bertujuan untuk menegaskan dan mengkonfirmasi metoda yang digunakan sesuai dengan penggunaan yang

dimaksud. Ada berbagai macam parameter yang digunakan untuk melakukan validasi metoda seperti tercantum pada Tabel 2

Tabel 2. Parameter untuk validasi metoda menurut USP (United States Pharmacopela) dan ICH (International Conference on Hamonization)

No	USP	ICH
1	Batas deteksi	Batas deteksi
2	Batas kuantifikasi	Batas kuantifikasi
3	Linearitas	Linearitas
4	Rentang	Rentang
5	Presisi (keseksamaan)	Presisi
6	Akurasi (kecermatan)	Akurasi
7	Spesifitas (kekhasan)	<i>Robustness</i>
8		Kesesuaian sistim
9		

sumber : Slamet Ibrahim S (2009)

2. 4 .1 LoD (*Limit of Detection*)

Batas deteksi atau *Limit of Detection* (LoD) adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi tetapi dapat terkuantifikasi dibawah kondisi yang disepakati baik untuk instrumen yang dipakai maupun metoda analisis yang digunakan.

2. 4. 2 Linearitas

Linearitas adalah kemampuan untuk memperoleh hasil uji yang secara langsung atau melalui transformasi matematik yang jelas, dan proposional terhadap konsentrasi analit dalam sampel. linearitas biasanya dinyatakan dalam persamaan matematik dari data yang diperoleh dengan berbagai konsentrasi analit. Evaluasi linearitas dilakukan melalui persamaan garis lurus dengan metoda kuadrat terkecil antara hasil analisis terhadap konsentrasi analit. Hubungan linear ditunjukkan dengan koefisien determinasi (R^2) pada persamaan $Y = a + bx$. Linearitas dianggap baik jika R^2 mendekati 1.

2.4.3 Presisi (Keseksamaan)

Presisi adalah tingkat kesesuaian antara hasil analisis individual yang dilakukan secara berulang⁽⁴⁾. Dengan memperhatikan beberapa variabel yang dapat mempengaruhi hasil uji, maka presisi dapat dinyatakan sebagai repebilitas dan reproduksibilitas. Presisi dapat dinyatakan sebagai Standar Deviasi Relatif (SDR) atau koefisien variasi. Tingkat keterimaan presisi yang ditunjukkan dengan besarnya SDR sesuai dengan kandungan analit yang dianalisis tercantum pada Tabel 3.

Tabel 3. Kriteria Keterimaan Presisi

Pengujian	Repeatabilitas dan presisi antara	
	Level dan rentang konsentrasi	Kriteria
Penetapan kadar/ keseragaman kandungan	3 level dengan 3 kali 70, 100, 130 % atau 6 kali penetapan pada 100 %	RSD \leq 2,0 %
Disolusi	12 sampel kadar rendah	RSD \leq 20 %
Cemaran	6 replikat pada LOQ	RSD \leq 20,0 %
Cleaning	6 replikat pada 10 LOQ	RSD \leq 20,0 %

Sumber : Slamet Ibrahim S (2009)

Dalam presisi terdapat nilai horwitz dimana nilai horwitz merupakan hubungan antara simpangan baku relative terhadap konsentrasi analit. Hubungan ini lebih dikenal dengan kurva terompet horwitz. Nilai % SDR yang dihasilkan pada presisi dibandingkan dengan nilai horwitz dimana jika nilai horwitz lebih tinggi dibandingkan nilai % SDR presisi maka dapat dikatakan, metoda yang digunakan untuk menganalisis suatu sampel kemungkinan sudah cocok. Rumus yang digunakan untuk melihat nilai horwitz adalah

$$\text{Nilai horwitz} = 0.67 \times 2^{(1 - 0.5(\log C))}$$

2. 4. 4 Akurasi

Akurasi adalah tingkat/derajat kedekatan hasil pengujian dengan nilai sebenarnya. Penentuan akurasi salah satunya dapat dinyatakan sebagai persen perolehan kembali yang dapat dilakukan dengan dua cara yaitu :

- a. Analisis kadar analit dalam sampel yang telah diketahui kadarnya.
- b. Analisis analit dengan konsentrasi yang telah diketahui ditambahkan kemudian kedalam sampel.



BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Bidang Kimia Analitik dan Standar, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) Bandung terhitung mulai bulan Maret 2010 sampai bulan Agustus 2010.

3.2 Alat – Alat yang Digunakan

Satu set Alat KCKT Hitachi – 7000 *series* dengan kolom μ Bondapak C₁₈ 10 μ M 125 A, 3,9 x 300 mm, labu takar 10 dan 5 mL, seperangkat alat SPE Baker sistem, kolom mini C₁₈ dengan ukuran partikel 37 mm, saringan milipore 0,4 μ m, neraca analitik, pipet opendorf, pompa vakum dan alat – alat gelas yang diperlukan penelitian ini.

3.3 Bahan – Bahan yang Digunakan

Standar karbofuran (99,7 %), standar karbaril (99,6 %), sampel air, akuabides, metanol dan asetonitril, sampel alam yaitu sampel air sungai dan air sumur dari perumahan Griya Pasir Honje Bandung serta air PDAM di daerah Cisitua Lama Dago Bandung.

3.4 Pembuatan Larutan Standar yang Dibutuhkan untuk Analisis

3.4.1 Pembuatan Larutan Standar Karbofuran 170 μ g/g dan Karbaril 150 μ g/g Sebagai Larutan Induk

Masing – masing 1,7 mg standar karbofuran dan 1,5 mg standar karbaril, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, kemudian larutkan dengan asetonitril sampai tanda batas, selanjutnya saring dengan saringan milipore.

3.4.2 Pembuatan Standar Campuran Karbofuran dan Karbaril 1 μ g/g

Pipet masing-masing 100 μ L larutan standar induk karbofuran dengan konsentrasi 170 μ g/g dan standar karbaril 150 μ g/g, kemudian ditimbang. Masukkan kedalam Labu ukur 10 mL dan encerkan dengan asetonitril sampai tanda

batas. Selanjutnya ditimbang kembali. Dari hasil pelarutan dan penimbangan diperoleh konsentrasi karbofuran sebesar 1,5834 $\mu\text{g/g}$ dan konsentrasi karbaril sebesar 1,46087 $\mu\text{g/g}$.

3.4.3 Pembuatan Larutan Standar untuk Linearitas Alat

Pipet masing – masing 200 μL larutan induk, kemudian ditimbang. Selanjutnya diencerkan kedalam labu ukur 10 mL dengan pelarut asetonitril, kemudian ditimbang kembali. Dari penimbangan tersebut diperoleh konsentrasi karbofuran sebesar 3.2689 $\mu\text{g/g}$ dan karbaril 2,9326 $\mu\text{g/g}$. Pipet masing – masing 100 μL larutan standar induk, kemudian ditimbang. Selanjutnya diencerkan dalam labu ukur 10 mL dengan asetonitril dan ditimbang kembali. Dari penimbangan tersebut diperoleh konsentrasi karbofuran 1,5834 $\mu\text{g/g}$ dan karbaril 1,46087 $\mu\text{g/g}$. Demikian seterusnya, sehingga didapatkan deret konsentrasi campuran standar karbofuran dan karbaril. Data selengkapnya tercantum dalam Tabel 10 pada Lampiran 1.

3.4.4 Pembuatan Larutan Standar untuk LoD

Seperti pada pembuatan larutan standar untuk linearitas, hal yang sama juga dilakukan untuk menentukan LoD alat. Larutan standar tersebut diencerkan sampai diperoleh konsentrasi terendah yang masih dapat dianalisis menggunakan alat KCKT.

3.4.5 Pembuatan Larutan Standar untuk Presisi Alat

Buat larutan standar campuran sebanyak 8 buah dengan konsentrasi sebesar 5,1 kali LoD untuk karbofuran dan 6,7 kali LoD untuk karbaril. Kemudian masukan ke dalam labu ukur 5 mL dan encerkan sampai tanda batas dengan asetonitril.

3.4.6 Pembuatan Sampel Simulasi

3.4.6.1 Sampel Simulasi untuk Linearitas dan LoD Metoda

Dibuat konsentrasi standar karbofuran dan karbaril dengan komposisi seperti dalam Tabel 4.

Tabel 4. Komposisi konsentrasi dalam sampel

No	Konsentrasi ($\mu\text{g/g}$)	
	Karbofuran	Karbaril
1	0.107	0.1048
2	0.200	0.204
3	0.403	0.403
4	0.6062	0.606
5	0.803	0.801
6	0.9973	0.997
7	1.2	1.2

Ke dalam 50 mL sampel air ditambahkan larutan standar karbofuran dan karbaril tersebut, kemudian diaduk menggunakan *shaker* selama 10 menit agar homogen.

3.4.6.2 Sampel Simulasi untuk Presisi dan *Recovery* Metoda

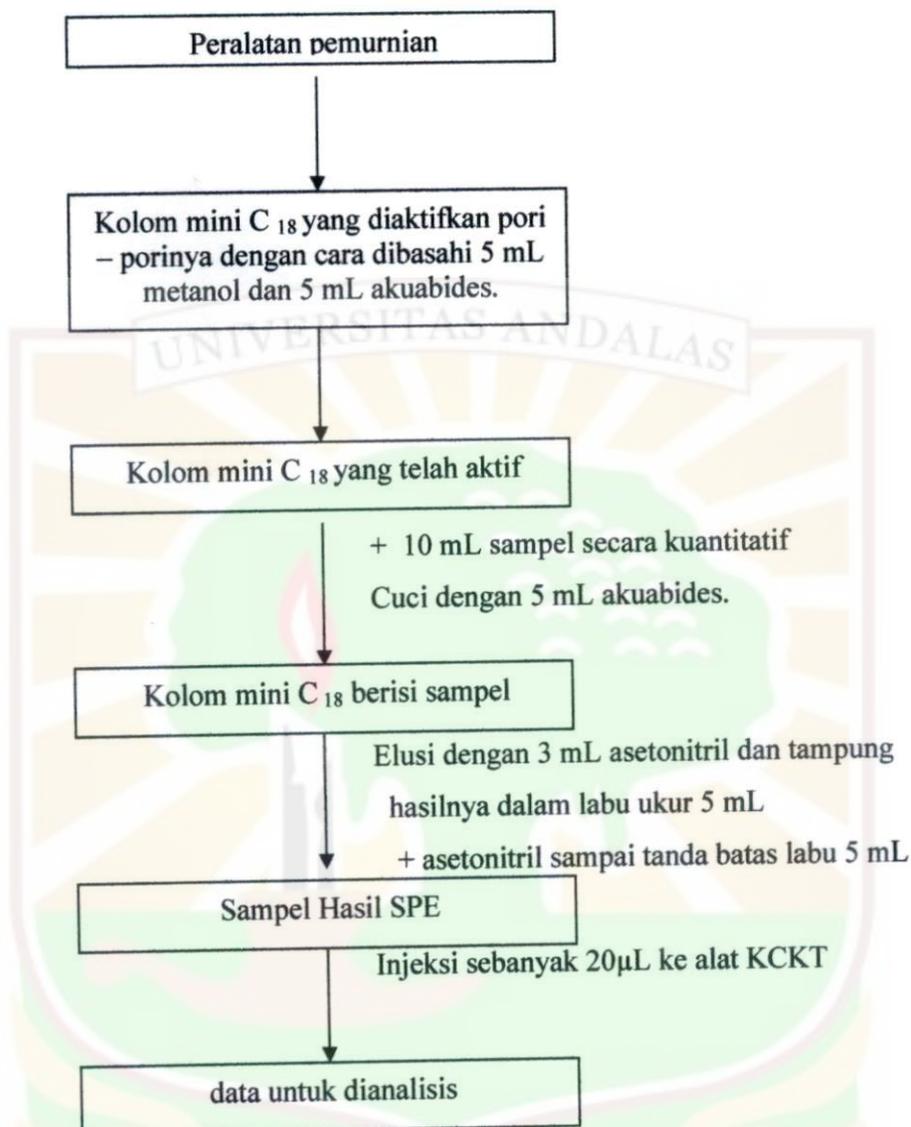
Sebanyak 150 mL akuabides ditambahkan dengan standar karbofuran dan karbaril sebanyak 1,5 mL dengan masing masing konsentrasi 170 $\mu\text{g/g}$ dan 150 $\mu\text{g/g}$ kemudian aduk sampai homogen.

3.5 Prosedur Percobaan

3.5.1 Kondisi Optimum KCKT.

Kondisi optimum KCKT berdasarkan penelitian sebelumnya yaitu dengan menggunakan kolom μ Bondapak C₁₈ 10 μm 125 A. Fasa gerak adalah asetonitril dan air dengan perbandingan 45 : 55 (v/v) secara isokratis. Detektor yang digunakan adalah UV-Vis dengan λ 275 nm. Laju alir fasa gerak 1 mL/min. Volume injeksi 20 μL , dan suhu oven kolom 30°C⁽³⁾.

3.5.2 Proses Pemurnian Menggunakan SPE



Gambar 6. Diagram Proses Pemurnian Menggunakan SPE

3.6 Verifikasi KCKT

3.6.1 Penentuan Nilai LoD Alat

Injeksikan sebanyak 20 µL kedalam KCKT larutan yang sudah dibuat sesuai prosedur dalam sub bab 3.4.4. Analisa kromatogram yang diperoleh dari KCKT kemudian dievaluasi apakah standar pestisida masih terdeteksi dengan jelas atau tidak. Jika masih terdeteksi dengan jelas, maka dilakukan pengenceran

kembali, selanjutnya injeksi ke alat KCKT. Konsentrasi yang paling rendah yang masih dapat terdeteksi oleh KCKT merupakan LoD dari alat KCKT.

3.6.2 Penentuan Linearitas Alat

Dibuat larutan standar dengan variasi konsentrasi sesuai prosedur dalam sub-bab 3.4.3, sebanyak 20 μ L larutan standar diinjeksikan kedalam alat KCKT, dari konsentrasi rendah ke tinggi. Linearitas dianalisis dengan membuat kurva antara konsentrasi dan luas puncak pada setiap kromatogram. Linearitas ditunjukkan dengan nilai koefisien determinasi (R^2). Kurva dianggap linear jika $R^2 \approx 1$ pada rentang konsentrasi yang dibuat.

3.6.3 Penentuan Presisi Alat

Dibuat larutan standar yang mempunyai konsentrasi sama diatas LoD yang telah diketahui sebelumnya sebanyak 8 buah. Sebanyak 20 μ L larutan tersebut diinjeksikan kedalam alat KCKT masing – masing 2 kali. Kromatogram yang diperoleh selanjutnya digunakan untuk evaluasi presisi alat baik untuk waktu retensi maupun untuk luas puncak.

3.7 Validasi Metoda

3.7.1 Penentuan LoD dan Linearitas Metoda

Sebanyak 7 buah sampel dengan volume 50 mL pada konsentrasi yang berbeda diproses menggunakan SPE. Hasil SPE di injeksikan sebanyak 20 μ L ke alat KCKT. Penentuan LoD dan Linearitas metoda sama dengan penentuan LoD dan linearitas alat.

3.7.2 Penentuan Presisi Metoda

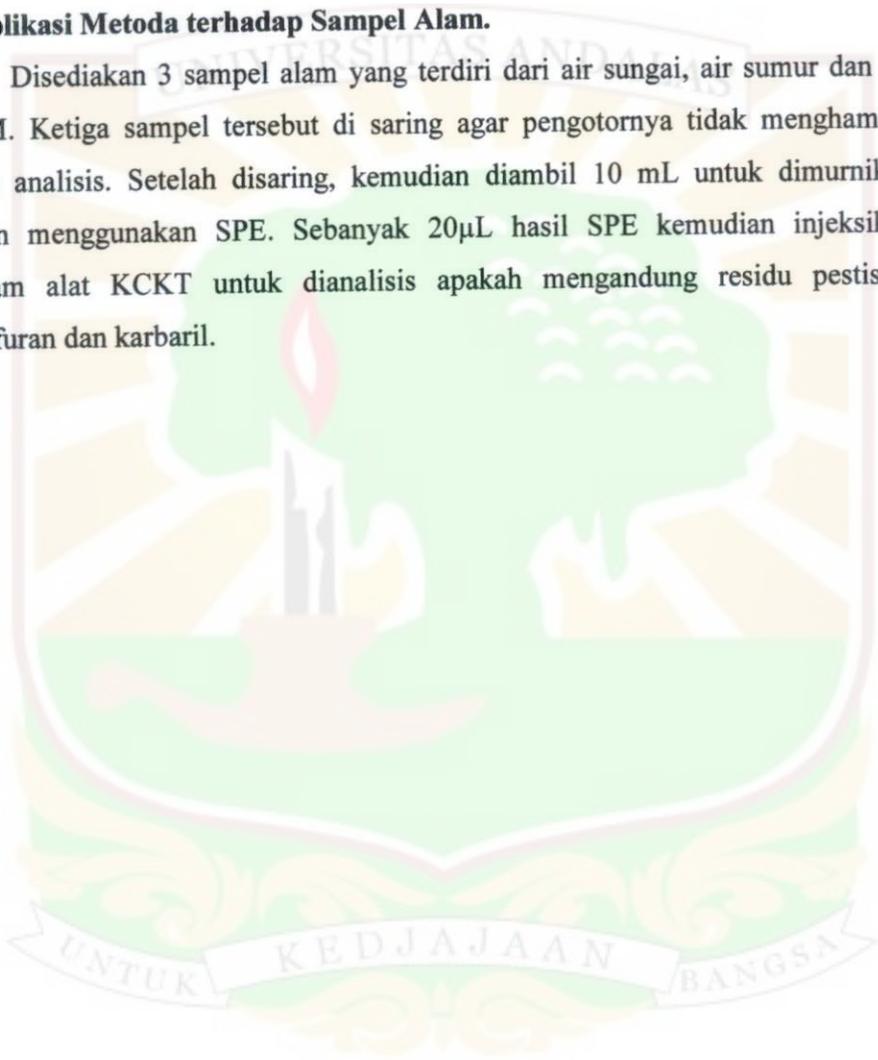
Dari 150 mL sampel simulasi yang telah dibuat sesuai prosedur dalam sub-bab 3.4.6.2 dipipet secara kuantitatif sebanyak 10 mL. Pemipetan dilakukan sebanyak 5 kali. Selanjutnya lakukan proses SPE untuk masing masing sampel simulasi tersebut. 20 μ L hasil SPE diinjeksikan ke alat KCKT sebanyak 6 kali. Penentuan presisi metoda dilakukan terhadap waktu retensi dan luas puncak. Presisi metoda ditunjukkan dengan menghitung persen Standar Deviasi Relatif (% SDR).

3.8.3 Akurasi Metoda

Dari sisa sampel simulasi untuk penentuan presisi metoda dipipet secara kuantitatif sebanyak 10 mL. Lakukan proses SPE pada sampel simulasi tersebut. 20 μ L hasil SPE diinjeksikan ke alat KCKT sebanyak dua kali injeksi. Penentuan akurasi metoda dilakukan dengan menghitung perolehan kembali dari konsentrasi standar yang ditambahkan kedalam sampel simulasi.

3.9 Aplikasi Metoda terhadap Sampel Alam.

Disediakan 3 sampel alam yang terdiri dari air sungai, air sumur dan air PDAM. Ketiga sampel tersebut di saring agar pengotornya tidak menghambat proses analisis. Setelah disaring, kemudian diambil 10 mL untuk dimurnikan dengan menggunakan SPE. Sebanyak 20 μ L hasil SPE kemudian injeksikan kedalam alat KCKT untuk dianalisis apakah mengandung residu pestisida karbofuran dan karbaril.



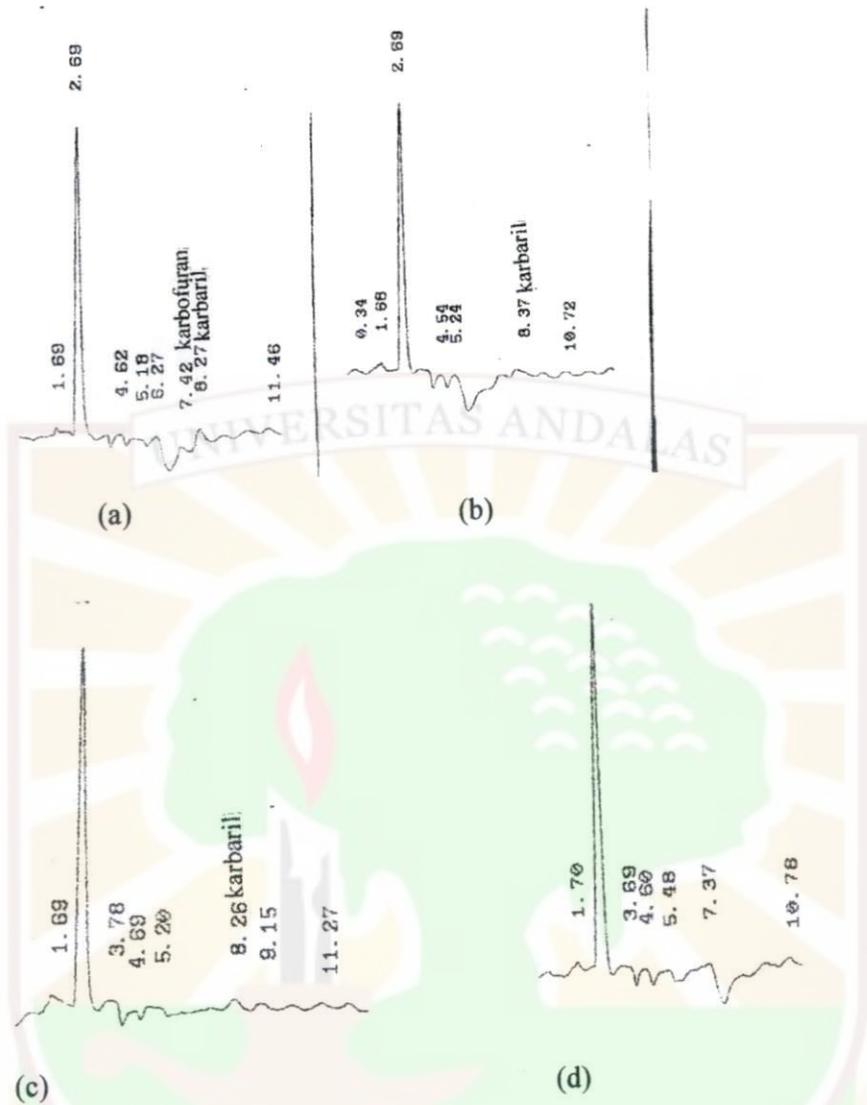
BAB IV

HASIL DAN DISKUSI

4.1 Verifikasi Alat KCKT – UV

4.1.1 Deteksi Minimum Alat

Untuk injeksi campuran larutan standar karbofuran dan karbaril kedalam alat KCKT pada konsentrasi masing – masing sebesar 3,2689 $\mu\text{g/g}$ dan 2,9326 $\mu\text{g/g}$ masih memberikan puncak yang cukup tinggi. Oleh karena itu, dilakukan pengenceran senyawa campuran larutan standar tersebut untuk konsentrasi yang lebih rendah seperti tercantum dalam Tabel 10 Lampiran 1 . Setelah dilakukan pengenceran berulang kali diketahui bahwa konsentrasi karbofuran sebesar 0,1238 $\mu\text{g/g}$ dengan waktu retensi (R_t) 7,42 menit dan karbaril sebesar 0,1142 $\mu\text{g/g}$ pada R_t 8,27 menit, kedua senyawa tersebut masih dapat terdeteksi oleh alat KCKT (Gambar 7a). Pada konsentrasi karbofuran lebih kecil dari 0,1238 $\mu\text{g/g}$ senyawa tersebut tidak terdeteksi lagi dalam alat KCKT, sedangkan konsentrasi karbaril sebesar 0.743 $\mu\text{g/g}$ masih dapat terdeteksi oleh alat KCKT (Gambar 7b). Selanjutnya pada konsentrasi karbaril sebesar 0.0538 $\mu\text{g/g}$ masih dapat terdeteksi oleh alat KCKT (Gambar 7c). Akan tetapi, pada konsentrasi karbaril lebih kecil dari 0.0538 $\mu\text{g/g}$ tidak dapat terdeteksi oleh alat KCKT (Gambar 7d). LoD yang didapatkan ini berbeda dengan penelitian sebelumnya, dimana LoD alat untuk karbofuran sebesar 0,06 $\mu\text{g/g}$ dan karbaril sebesar 0,04 $\mu\text{g/g}$. Peningkatan konsentrasi ini terjadi dikarenakan berkurangnya efisiensi kolom yang dipakai karena kolom yang digunakan tidak baru lagi dan seringnya kolom dipakai untuk analisis residu pestisida lainnya sebelum penelitian ini berlangsung.



Gambar 7. Kromatogram Standar Karbofuran dan Karbaril pada Konsentrasi
 a. 0,1238 dan 0,1142 $\mu\text{g/g}$, b 0,0743 $\mu\text{g/g}$, c. 0,0538 $\mu\text{g/g}$,
 d. 0,0434 $\mu\text{g/g}$

Dengan demikian, deteksi minimum alat KCKT pada kondisi optimum untuk karbofuran adalah sebesar 0.1238 $\mu\text{g/g}$ dan karbaril sebesar 0.0538 $\mu\text{g/g}$.

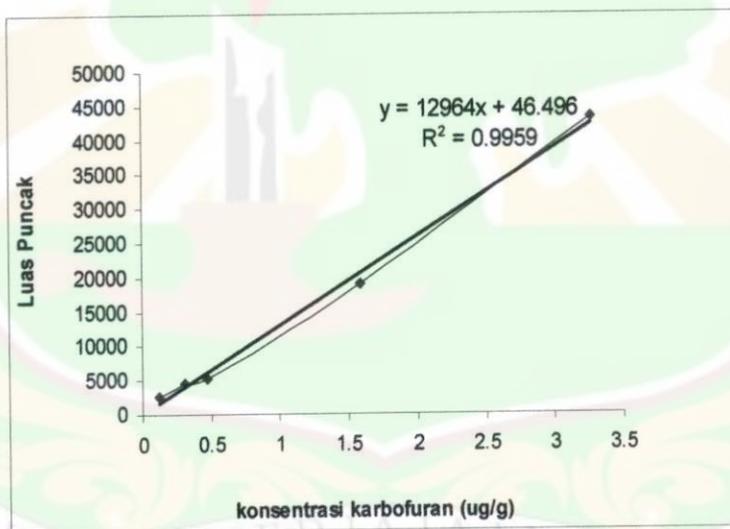
4.1.2 Linearitas dan Rentang Kerja Alat KCKT

Linearitas diperoleh dari persamaan regresi antara konsentrasi dengan luas puncak suatu senyawa dimana linearitas dapat dikatakan baik atau ideal jika

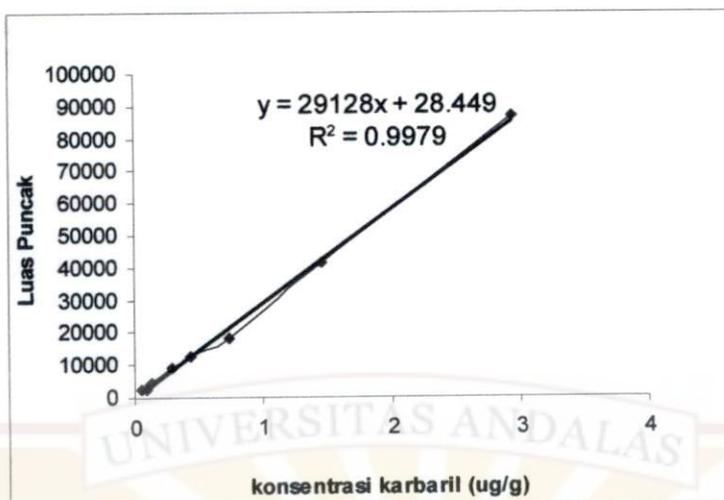
terjadi hubungan antara konsentrasi dan luas puncak berbentuk garis lurus dengan koefisien korelasi dan determinasi mendekati 1⁽⁸⁾.

Pada penelitian ini, data linearitas diperoleh dari campuran standar karbofuran dan karbaril yang diinjeksi ke KCKT dengan rentang konsentrasi antara 0.0475–3.2689 µg/g untuk karbofuran dan rentang konsentrasi antara 0.0434–2.9326 µg/g untuk karbaril. Data selengkapnya untuk evaluasi linearitas dapat dilihat dalam Tabel 10 pada Lampiran 1. Dari kromatogram yang diperoleh, kemudian dibuat grafik antara luas puncak dan konsentrasi seperti tercantum pada Gambar 8 dan 9. Masing – masing untuk karbofuran dan karbaril.

Dari Gambar 8 memperlihatkan bahwa senyawa karbofuran memberikan linearitas yang baik yang ditunjukkan dengan nilai R² sebesar 0.9959 pada rentang konsentrasi antara 0.1238–3.2689 µg/g sedangkan dalam Gambar 9 memperlihatkan bahwa senyawa karbaril dengan nilai R² sebesar 0.9979 pada konsentrasi antara 0.0538–2.9326 µg/g. Data lengkap perhitungan linearitas terdapat dalam Tabel 11 dan 12 pada Lampiran 2.



Gambar 8. Linearitas dari Kurva Kalibrasi Standar Karbofuran dengan Konsentrasi Terendah 0.1238 µg/g.



Gambar 9. Linearitas dari Kurva Kalibrasi Standar Karbaril dengan Konsentrasi Terendah 0.0538 $\mu\text{g/g}$.

4.1.3 Presisi Alat KCKT

4.1.3.1 Presisi Untuk Waktu Retensi Standar Karbofuran dan Karbaril

Setelah diketahui LoD dari alat KCKT, maka presisi alat untuk standar karbofuran dan karbaril dapat dicari. Presisi alat untuk standar karbofuran dan karbaril dilakukan dengan cara mencari konsentrasi diatas LoD yang memiliki luas puncak yang stabil. Pada awalnya, dibuat standar dengan konsentrasi yang mempunyai nilai sedikit lebih tinggi dari LoD, kemudian diinjeksikan ke alat KCKT dan hasilnya memberikan luas puncak kurang stabil. Oleh karena itu, ditingkatkan lagi konsentrasi standar sampai diperoleh luas puncak yang stabil. Pada penelitian ini luas puncak dari standar yang stabil memiliki konsentrasi 5,1 kali LoD untuk karbofuran dan 6,7 kali LoD untuk karbaril. Data lebih lengkap dapat dilihat dalam Tabel 13 pada Lampiran 3. Setelah itu, dibuat 8 buah sampel pada konsentrasi tersebut. Dari masing-masing konsentrasi yang telah dibuat kemudian diinjeksikan sebanyak 2 kali (duplo). Dari data yang diperoleh kemudian dihitung standar deviasi relatif (%SDR) yang digunakan untuk menyatakan presisi (kecermatan). Data presisi dapat dilihat pada Tabel 5.

Tabel 5. Presisi Waktu Retensi dari Senyawa Karbofuran dan Karbaril.

No	Karbofuran (t_R)	Karbaril (t_R)
1	7,13	7,91
2	7,13	7,91
3	7,13	7,90
4	7,16	7,94
5	7,13	7,91
6	7,15	7,93
7	7,15	7,93
8	7,15	7,93
Rata – rata	7.14	7.92
Standar deviasi	0.012	0.014
% SDR	0.175	0.179

Dari Tabel 5 dapat dinyatakan bahwa, untuk analisis senyawa karbofuran dan karbaril menggunakan KCKT dengan detektor UV mempunyai presisi berdasarkan waktu retensi relatif baik yang ditunjukkan dengan persen standar deviasi (% SDR) sebesar 0,175 % untuk karbofuran dan sebesar 0,179 % untuk karbaril. Presisi alat untuk karbofuran dan karbaril dianggap baik karena mempunyai %SDR lebih kecil dari 5 %.

4.1.3.2 Presisi untuk Luas Puncak Standar Karbofuran dan Karbaril

Untuk presisi alat berdasarkan luas puncak dapat dilihat dari perbandingan antara % SDR dengan koefisien variasi menurut Horwitz (KV Horwitz) dimana jika % SDR lebih kecil dari KV Horwitz maka presisi alat dianggap baik (Slamet Ibrahim, 2009). Data penentuan presisi berdasarkan luas puncak tercantum dalam Tabel 6 dan data lebih lengkap dapat dilihat dalam Tabel 14 dan Tabel 15 serta perhitungan nilai Koefisien Variasi Horwitz pada Lampiran 4.

Tabel 6. Presisi Standar Karbofuran dan Karbaril untuk Luas Puncak

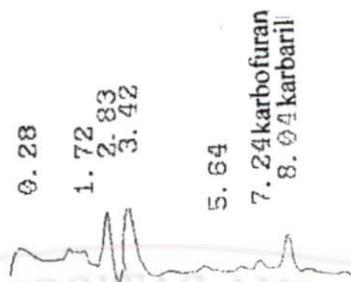
Larutan	Karbofuran	Karbaril
1	6793	5316
2	9423	5408
3	7282	5780
4	7412	5782
5	7184	6087
6	6960	5540
7	7464	5190
8	7327	5794
% SDR	10.991	5.369
KV Horwitz	11.65725	13.74259

Dari Tabel 6 dapat dilihat bahwa untuk analisis senyawa karbofuran dan karbaril dengan menggunakan KCKT – UV mempunyai presisi berdasarkan luas puncak relatif baik dimana untuk senyawa karbofuran memiliki % SDR sebesar 10,991 % lebih rendah dibandingkan KV Horwitz yaitu sebesar 11,65725, demikian juga untuk karbaril diperoleh % SDR sebesar 5,369 sedangkan KV Horwitz sebesar 13,74259.

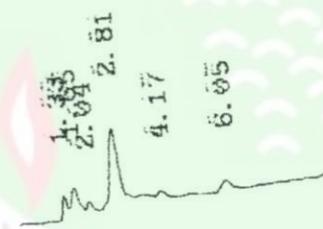
4.2 Validasi Metoda untuk Analisis Karbofuran dan Karbaril

4.2.1 Deteksi Minimum Metoda

Deteksi minimum metoda analisis residu pestisida jenis karbamat dalam air, dilakukan dengan cara menganalisis sampel simulasi yaitu dengan menambahkan standar karbofuran dan karbaril yang telah diketahui konsentrasinya. Sampel buatan tersebut dipreparasi dan dimurnikan menggunakan SPE kemudian dielusi dengan menggunakan pelarut yang sesuai. Selanjutnya hasil pemurnian diinjeksikan kedalam alat KCKT. Dalam percobaan ini, konsentrasi karbofuran dan karbaril yang ditambahkan kedalam air berturut - turut sebesar 0,05 sampai 1.2 $\mu\text{g/g}$ data lebih lengkap tercantum dalam Tabel 16 Lampiran 5. Dari percobaan yang telah dilakukan, untuk karbofuran dan karbaril masing – masing pada konsentrasi sebesar 0.1 $\mu\text{g/g}$ masih terdeteksi pada waktu retensi 7,24 menit untuk karbofuran dan 8,04 menit untuk karbaril seperti tercantum dalam Gambar 10. Akan tetapi, pada konsentrasi karbofuran dan karbaril sebesar 0.05 $\mu\text{g/g}$ tidak terdeteksi, kromatogram tersebut dapat dilihat pada Gambar 11.



Gambar 10. Kromatogram Sampel yang Mengandung Standar Karbofuran dan Karbaril dengan Konsentrasi 0.1 µg/g



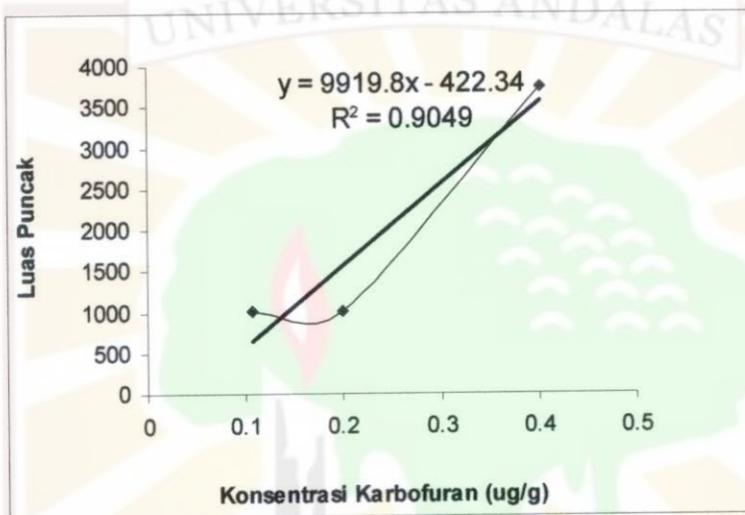
Gambar 11. Kromatogram Sampel yang Mengandung Karbofuran dan Karbaril Sebesar 0,05 µg/g

Dengan demikian, dapat dinyatakan bahwa konsentrasi terendah karbofuran dan karbaril yang masih dapat terdeteksi adalah sebesar 0.1 µg/g

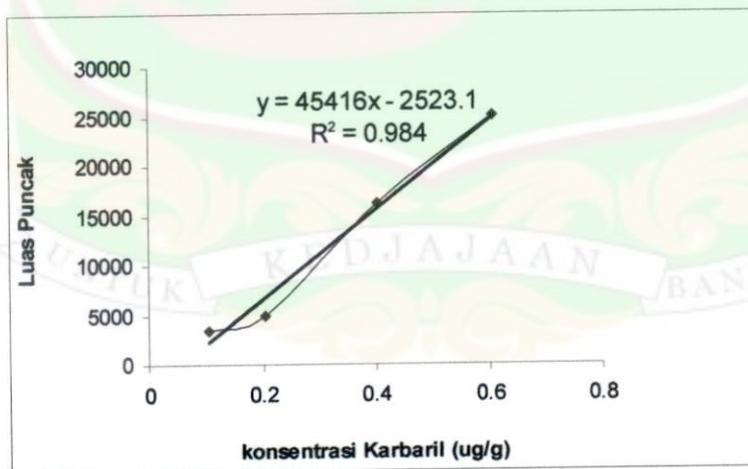
4.2.2 Linearitas dan Rentang Kerja Metoda

Pada awal percobaan ini, dibuat sampel simulasi yang mengandung standar karbofuran dan karbaril dengan konsentrasi antara 0,1–4 µg/g, selanjutnya di preparasi dan dimurnikan. Hasil pemurnian dengan menggunakan SPE kemudian diinjeksikan sebanyak 20 µL kedalam alat KCKT. Ternyata pada rentang konsentrasi tersebut tidak memberikan linearitas yang baik yang ditunjukkan dengan nilai $R^2 < 0,01$. Kemudian kandungan konsentrasi karbofuran dan karbaril dalam air diturunkan menjadi 0,1–1,2 µg/g. Akan tetapi, pada konsentrasi tersebut juga belum memberikan linearitas yang baik ditunjukkan dengan $R^2 < 0,6$. Selanjutnya, konsentrasi karbofuran dan karbaril ini diturunkan

kembali menjadi 0,1–0,6 µg/g. Ternyata dalam rentang konsentrasi ini linearitas yang diberikan cukup baik, yang ditunjukkan dengan nilai R^2 untuk karbofuran sebesar 0,9049 dengan rentang konsentrasi 0,1–0,4 µg/g linearitas untuk karbofuran dan karbaril dapat dilihat pada Gambar 12. Sedangkan untuk linearitas untuk karbaril dalam sampel ditunjukkan dengan nilai R^2 sebesar 0,9840 dengan rentang konsentrasi 0,1–0,6 µg/g seperti tercantum dalam Gambar 13. Linearitas metoda yang didapatkan dianggap cukup baik, hal ini ditunjukkan dengan nilai R^2 karbofuran dan karbaril mendekati 1.



Gambar 12. Kurva Linearitas Metoda untuk Karbofuran dengan Konsentrasi Antara 0.1 – 0.4 µg/g



Gambar 13. Kurva Linearitas Metoda untuk Karbaril dengan Konsentrasi Antara 0.1 – 0.6 µg/g

Dengan demikian dapat dikatakan bahwa metoda untuk analisis karbofuran dan karbaril dalam air memberikan linearitas yang baik pada rentang konsentrsasi antara 0,1 – 0,4 $\mu\text{g/g}$ untuk karbofuran dan 0.1 – 0.6 $\mu\text{g/g}$ untuk karbaril. Data lengkap dapat dilihat dalam Tabel 17 dan 18 pada Lampiran 6.

4.2.3 Presisi Metoda

4.2.3.1 Presisi Berdasarkan Waktu Retensi untuk karbofuran dan Karbaril dalam Air

Penentuan presisi metoda dilakukan dengan cara membuat 5 sampel simulasi. Sampel simulasi tersebut kemudian dipreparasi dan dimurnikan menggunakan SPE. Hasil tersebut kemudian diinjeksikan sebanyak 6 kali ke alat KCKT- UV pada kondisi optimum. Hasil analisis dapat dilihat dalam Tabel 7.

Tabel 7. Presisi Berdasarkan Waktu Retensi Rata – Rata dari 6 Kali Injeksi untuk Karbofuran dan Karbaril dalam Air

No Sampel	Karbofuran (t_R)	Karbaril (t_R)
1	7,34	8,16
2	7,31	8,13
3	7,29	8,09
4	7,23	8,02
5	7,29	8,10
Rata-rata	7,29	8,10
Standar deviasi	0,040	0,052
% SDR	0,552	0,647

Dari Tabel 7 dapat dinyatakan bahwa untuk analisis senyawa karbofuran dan karbaril dengan KCKT–UV, metoda yang digunakan mempunyai kecermatan berdasarkan waktu retensi relatif baik yang ditunjukkan dengan % SDR (koefisien variasi) lebih kecil dari 1% yaitu sebesar 0,552 % untuk karbofuran dan 0,647 % untuk karbaril.

4.2.3.2 Presisi Berdasarkan Luas Puncak untuk Karbofuran dan Karbaril dalam Air

Presisi metoda untuk luas puncak dilakukan dengan cara memilih salah satu sampel simulasi seperti tercantum dalam Tabel 7, dalam hal ini adalah sampel no 1. Dari sampel tersebut diambil 10 mL sebanyak 5 kali yang selanjutnya disebut larutan 1, 2, 3, 4. dan 5. Dari masing – masing larutan tersebut kemudian diinjeksikan kedalam alat KCKT – UV sebanyak 6 kali. Dari 6 kali injeksi kemudian dirata – ratakan. Hasil analisis dapat dilihat dalam Tabel 8 dan data selengkapnya dapat dilihat dalam Tabel 19 dan Tabel 20 serta perhitungan nilai Koeffisien Variasi Horwitz pada Lampiran 7.

Tabel 8. Presisi Berdasarkan Luas Puncak untuk Karbofuran dan Karbaril dalam Air

Larutan	Karbofuran	Karbaril
1	31509	68815
2	31778	70261
3	33714	73090
4	35085	69744
5	34045	69413
% SDR	4.558	2.287
KV Horwitz	8.919761	9.985026

Presisi metoda berdasarkan luas puncak dianggap baik apabila % SDR lebih kecil dari KV Horwitz . Dari Tabel 8 diketahui bahwa % SDR sebesar 4,558 % untuk karbofuran 2,287 % untuk karbaril. Sedangkan KV Horwitz untuk karbofuran sebesar 8,919761 dan untuk karbaril 9,985026. Dengan demikian presisi metoda berdasarkan luas puncak pada penelitian ini cukup baik karena memiliki % SDR lebih kecil dari KV Horwitz.

4.2.4 Akurasi Metoda (% Recovery)

Salah satu penentuan akurasi metoda adalah dengan cara menghitung perolehan kembali hasil analisis (*recovery*). Sejumlah standar yang telah diketahui konsentrasinya ditambahkan kedalam sampel, selanjutnya dipreparasi dan dimurnikan. Hasil pemurnian diinjeksikan kedalam alat KCKT – UV untuk selanjutnya dianalisis secara kuantitatif.

Dari hasil analisis secara kuantitatif dengan menggunakan persamaan 1 seperti yang terlihat dalam Tabel 9 dan perhitungan lebih lengkapnya dapat dilihat dalam Lampiran 8

Tabel 9. Data Analisis Akurasi Metoda

Standar	Nilai Sebenarnya (µg/g)	Nilai yang Ditemukan (µg/g)	Perolehan Kembali (%)
Karbofuran	1,5834	1,5767	99,58 %
Karbaril	1,4609	1,2644	86,55 %

4.3 Aplikasi

Sampel alam yang diuji yaitu sampel sungai dan air sumur di sekitar perumahan griya Pasir Honje, kelurahan Padasuka, kecamatan Cimeyan kota Bandung, serta air PDAM yang mengalir diperumahan penduduk Cisu Lama Dago, kota Bandung. Setelah dilakukan proses preparasi dan pemurnian, kemudian diinjeksikan kedalam alat KCKT – UV. Dari hasil analisis diketahui bahwa ketiga sampel tersebut tidak mengandung residu pestisida karbofuran dan karbaril. Oleh karena itu, ketiga jenis sampel air tersebut dapat dikatakan tidak tercemar pestisida karbofuran dan karbaril.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat ditarik beberapa kesimpulan sebagai berikut :

- a. Untuk limit deteksi metoda untuk karbofuran sebesar 0,107 ug/g dan karbaril sebesar 0,1048 ug/g. Linearitas metoda yang diperoleh dalam penelitian cukup baik karena R^2 mendekati 1. Presisi metoda yang diperoleh berdasarkan waktu retensi cukup baik karena % SDRnya kecil dari 5 %, Sedangkan presisi berdasarkan luas puncak cukup baik karena nilai KV Horwitz lebih besar dibandingkan dengan % SDR. Sedangkan nilai akurasi metoda untuk karbofuran sebesar 99,58 % dan karbaril sebesar 86,55 %. Berdasarkan hal tersebut diatas dapat disimpulkan bahwa data yang diperoleh valid sehingga metoda KCKT dapat digunakan untuk analisis residu pestisida karbofuran dan karbaril dalam air.
- b. Untuk aplikasi metoda terhadap 3 sampel alam yang diuji yaitu sampel air sungai dan air sumur di perumahan Griya pasir Honje, kelurahan Padasuka, kecamatan Cimenyan kota Bandung, serta air PDAM yang mengalir diperumahan penduduk Cisitua Lama Dago, kota Bandung tidak terdapat residu pestisida karbofuran dan karbaril.

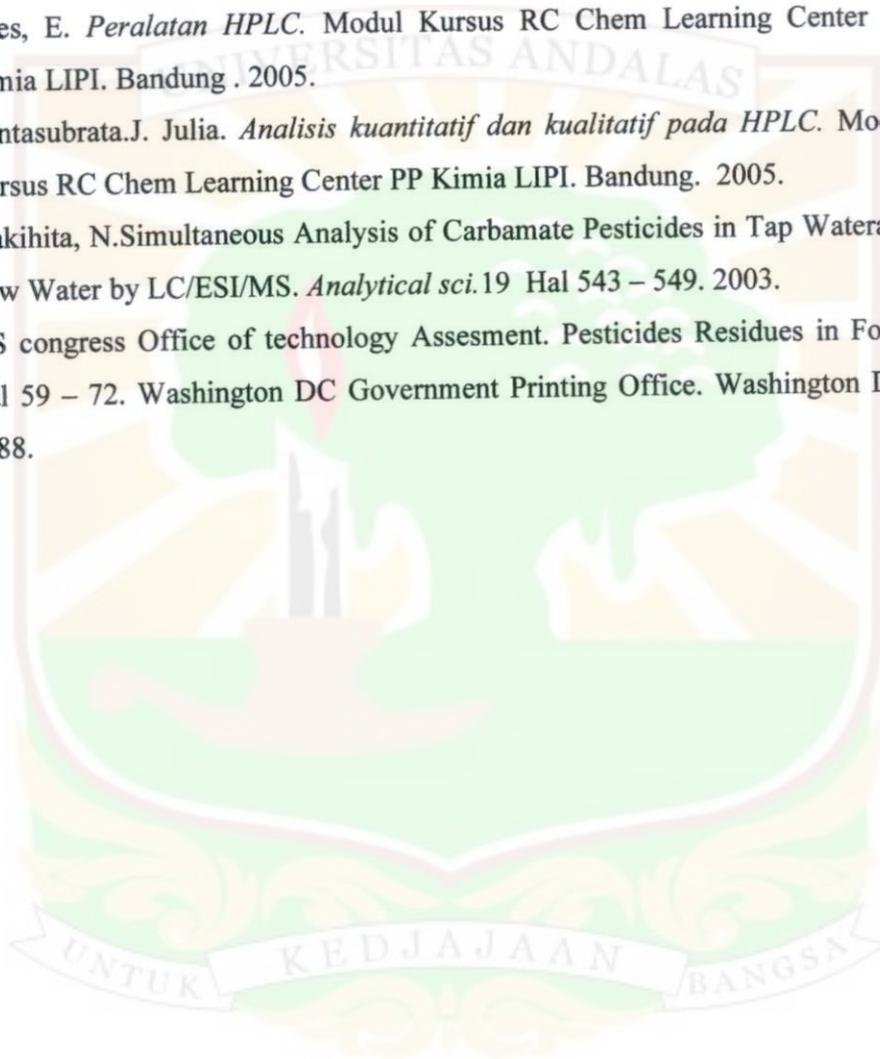
5.2 Saran

Untuk penelitian lanjutan uji residu pestisida karbofuran dan karbaril dalam air, disarankan melengkapi data untuk validasi metoda seperti pada nilai perolehan kembali dengan konsentrasi yang lebih kecil dari 1 $\mu\text{g/g}$. Disamping itu, perlu dilakukan uji banding antara peneliti untuk metoda analisis yang sama.

DAFTAR KEPUSTAKAAN

1. Prameswari, Adistya. Pencemaran Pestisida Dampak dan Upaya Pencegahannya. di unduh 9 Agustus 2010.
2. Baron, Ronald L. Carbamate Insecticides. in Handbook of Pesticide Toxicology, Volume 3, Classes of Pesticides. Wayland J. Hayyes, Jr. and Edward R. Lawes, Jr. editors. Academic Press, Inc. NY. 1991.
3. Yusiasih, R dan D. Styarini. Optimasi dan Verifikasi Kromatografi Cair Kinerja Tinggi – UV untuk Analisis Residu Pestisida Karbamat. *Teknologi Indonesia*. Vol 30. no 2 : Hal 83 – 88. 2007.
4. Boes, E. *Validasi Metoda pada HPLC*. Modul kursus RC Chem Learning center PP kimia LIPI. Bandung. 2005.
5. Jhonson, L. Edward, Robert Stevenson. *Dasar kromatografi cair* . ITB. Bandung. 1991.
6. Braun, D. Robert. *Intoduction to Instrumental Analysis MC graw Hill international Edition*. University of Southwestern. Lousiana. 1983.
7. Kantasubrata. J. Julia. *Validasi metoda* . PPKimia LIPI. Bandung. 2005
8. Harmita. Petunjuk Pelaksanaan Validasi metoda dan cara penghitungannya. *Majalah ilmu kefarmasian*.. vol 1 no 3.hal : 114 – 135. Farmasi FMIPA UI. 2004.
9. Gitter. J. R, Bobbit. M. J, and Schwarting. E. A. *Kromatografi*. ITB. Bandung. 1991.
10. Khopkar, S.M. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Hal 168. UI Press. 1990.
11. Sudewa, K. Agung. D.N Suprata. Dan M.S Mahendra. Residu pestisida pada sayuran kubis (*brassica oleracea L*) dan kacang panjang (*vignasinensis,L*) yang dipasarkan dipasar Badung Denpasar. *Ecotrophic*.. vol 4 no 2 : 125-130.
12. Indraningsih, Yulviansana, dan R, Widiatuti. Evaluation farmers Appreciationin reducing pesticides By Organic Farming Practice. *Indonsian Journal of agricultural science*.. vol 6 no 2 : hal 29 – 68.

13. Putra- Manuaba,L. B. Cemaran Pestisida Karbamat dalam air danau buyan Buleleng Bali. *J kimia*. Vol 3 no 1 : 47 – 54. 2009.
14. Anonim. Pesticides wise. Government of British Columbia : Ministry of Agriculture and land. 1996.
15. Ibrahim, Slamet. *Implementasi Validasi pengujian mutu sediaan Farmasi untuk penjaminan khasiat, keamanan dan mutunya*. Modul Penataran sertifikasi kompetensi apoteker ISFI Jawa barat. Jakarta. 2009.
16. Boes, E. *Peralatan HPLC*. Modul Kursus RC Chem Learning Center PP Kimia LIPI. Bandung . 2005.
17. Kantasubrata.J. Julia. *Analisis kuantitatif dan kualitatif pada HPLC*. Modul Kursus RC Chem Learning Center PP Kimia LIPI. Bandung. 2005.
18. Makihita, N. Simultaneous Analysis of Carbamate Pesticides in Tap Water and Raw Water by LC/ESI/MS. *Analytical sci*. 19 Hal 543 – 549. 2003.
19. US congress Office of technology Assesment. Pesticides Residues in Food. Hal 59 – 72. Washington DC Government Printing Office. Washington DC. 1988.



Lampiran 1

Larutan Standar Induk

- a. Standar Karbofuran : 170 $\mu\text{g/g}$
- b. Standar Karbaril : 150 $\mu\text{g/g}$

Tabel 10. Konsentrasi Larutan Standar Campuran Karbofuran dan Karbaril ($\mu\text{g/g}$)

No	Karbofuran ($\mu\text{g/g}$)	Karbaril ($\mu\text{g/g}$)
1	3.2689	2.9326
2	1.5834	1.46087
3	0.813	0.7290
4	0.4743	0.4376
5	0.3089	0.2850
6	0.1474	0.1360
7	0.1362	0.1257
8	0.1238	0.1142
9	0.0960	0.0886
10	0.0805	0.0743
11	0.0583	0.0538
12	0.0475	0.0434

Lampiran 2

Tabel 11. Linearitas KCKT untuk Karbofuran

No	Konsentrasi Karbofuran ($\mu\text{g/g}$)	Luas Puncak
1	3.269	43176
2	1.583	19089
3	0.474	5407
4	0.309	4458
5	0.124	2764
Intercept(a)		46,496
Slope (b)		12963.645
R^2		0.9959
$Y = a + bx$		46.496 + 12963.645x

Limit Deteksi Karbofuran

Luas Puncak : **2764**

Konsentrasi : **0.124 $\mu\text{g/g}$**

Tabel 12. Linearitas KCKT untuk Karbaril

No	Konsentrasi Karbaril ($\mu\text{g/g}$)	Luas Puncak
1	2.933	86627
2	1.461	41411
3	0.729	18417
4	0.438	12619
5	0.285	8968
6	0.136	4423
7	0.114	4275
8	0.089	2646
9	0.054	2563
Intercept(a)		28.449
Slope (b)		29128.197
R^2		0.9979
$Y = a + bx$		28.449 + 29128.197x

Limit Deteksi Karbaril

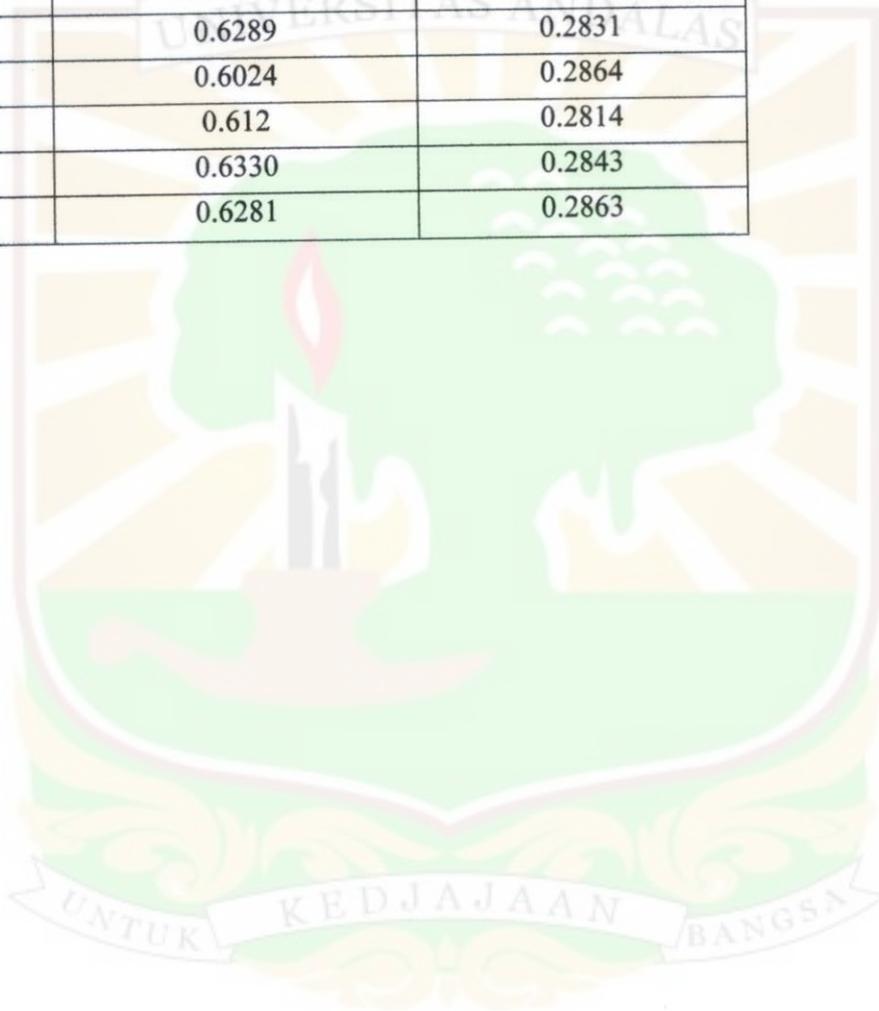
Luas Puncak : **2563**

Konsentrasi : **0.054 $\mu\text{g/g}$**

Lampiran 3

Tabel 13. Konsentrasi Larutan Standar Campuran Karbofuran dan Karbaril ($\mu\text{g/g}$)
untuk Presisi KCKT

No	Konsentrasi karbofuran ($\mu\text{g/g}$)	Konsentrasi karbaril ($\mu\text{g/g}$)
1	0.6306	0.2901
2	0.6313	0.2843
3	0.6207	0.2860
4	0.6289	0.2831
5	0.6024	0.2864
6	0.612	0.2814
7	0.6330	0.2843
8	0.6281	0.2863



Lampiran 4

Tabel 14. Presisi KCKT - UV untuk Standar Karbofuran Berdasarkan Luas Puncak.

Konsentrasi Karbofuran (ug/g)	Luas puncak	Luas puncak Rata – rata	Konsentrasi Yang diperoleh* (ug/g)
0.6306	6878 6708	6793	0.520
0.6313	11481 7365	9423	0.723
0.6207	6954 7609	7282	0.558
0.6289	8178 6645	7412	0.568
0.6024	6767 7600	7184	0.551
0.612	6721 7198	6960	0.533
0.6330	7213 7715	7464	0.572
0.6281	7762 6891	7327	0.562
Rata – rata			0.573
Standar deviasi			0.063
% SDR			10.991
Intercept (a)			46.496
Slope (b)			12963.645

Keterangan : * $y = 46.496 + 12963.645x$

Perhitungan untuk Menentukan Nilai Koeffisien Variasi Horwitz

Konsentrasi Karbofuran : 0,573 µg/g

Fraksi Konsentrasi (C) : $0,573 \times 10^{-6}$

Koeffisien Variasi Horwitz : $0.67 \times 2^{(1 - 0.5(\log C))}$

: $0.67 \times 2^{(1 - 0.5(\log 5,73 \times 10^{-7}))}$

: $0.67 \times 2^{(1 - 0.5(-6,24185))}$

: $0.67 \times 2^{(1 + 3,12092)}$

: $0.67 \times 2^{4,12092}$

: $0.67 \times 17,40$

Koeffisien Variasi Horwitz : 11,65725

Tabel 15. Presisi KCKT - UV untuk Standar Karbaril Berdasarkan Luas Puncak.

Konsentrasi Karbaril (ug/g)	Luas puncak	Luas puncak Rata – Rata	Konsentrasi Yang diperoleh* (ug/g)
0.2901	5092 5539	5316	0.182
0.2843	5222 5593	5408	0.185
0.2860	6043 5516	5780	0.197
0.2831	5826 5738	5782	0.198
0.2864	6180 5994	6087	0.208
0.2814	5382 5698	5540	0.189
0.2843	6072 4307	5190	0.177
0.2863	5592 5995	5794	0.198
Rata – rata			0.192
Standar deviasi			0.010
% SDR			5.369
Intercept (a)			28.449
Slope (b)			29128.197

Keterangan : * $y = 28.449 + 29128.197x$

Perhitungan untuk Menentukan Nilai Koeffisien Variasi Horwitz

Konsentrasi Karbofuran : 0,192 µg/g

Fraksi Konsentrasi (C) : $0,192 \times 10^{-6}$

Koeffisien Variasi Horwitz : $0.67 \times 2^{(1-0.5(\log C))}$

: $0.67 \times 2^{(1-0.5(\log 1,92 \times 10^{-7}))}$

: $0.67 \times 2^{(1-0.5(-6,71670))}$

: $0.67 \times 2^{(1+3,35835)}$

: $0.67 \times 2^{4,35835}$

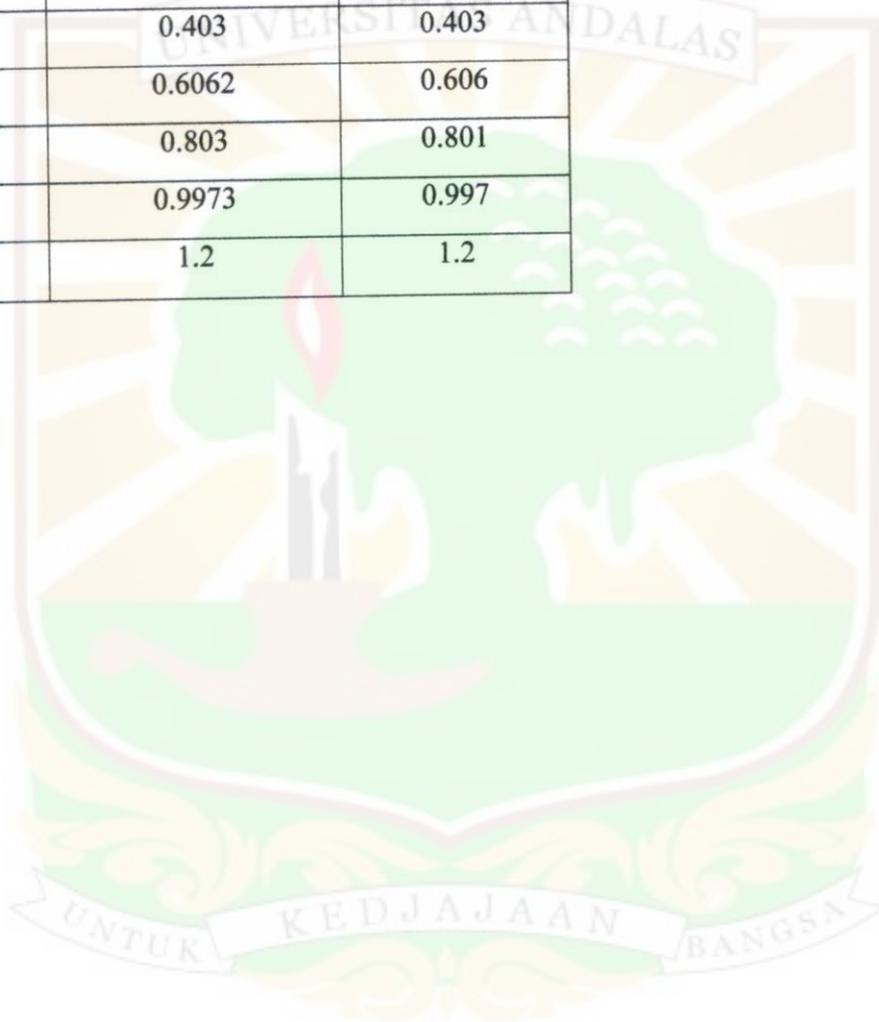
: $0,67 \times 20,51$

Koeffisien Variasi Horwitz : 13,74259

Lampiran 5

Tabel 16. Konsentrasi Standar Karbofuran dan Karbaril dalam Sampel Simulasi untuk Linearitas dan LoD Alat.

No	Konsentrasi karbofuran ($\mu\text{g/g}$)	Konsentrasi karbaril ($\mu\text{g/g}$)
1	0.107	0.1048
2	0.200	0.204
3	0.403	0.403
4	0.6062	0.606
5	0.803	0.801
6	0.9973	0.997
7	1.2	1.2



Lampiran 6

Tabel 17. Linearitas Karbofuran

No	Konsentrasi karbofuran (ug/g)	Persamaan Regresi	R ²
1	0,1 – 4	967,468 + 273,799x	0,0016
2	0,1 – 1,2	1994,919 + 3802,031x	0,3691
3	0,1 – 0,4	-422,341 + 9919,752x	0,9049

Limit Deteksi Karbofuran

Konsentrasi : **0,107 ug/g**

Luas Puncak : **1016**

Tabel 18. Linearitas Karbaril

No	Konsentrasi karbaril (ug/g)	Persamaan Regresi	R ²
1	0,1 – 4	26895,060 + 2359,025x	0,0072
2	0,1 – 1,2	4875,195 + 19676,684x	0,6725
3	0,1 – 0,6	-2523,111 + 45416,181x	0,9840

Limit deteksi karbaril

Konsentrasi : **0,105 ug/g**

Luas Puncak : **3484**

Lampiran 7

Tabel 19. Presisi Metoda Berdasarkan Luas Puncak untuk Standar Karbofuran dalam Air

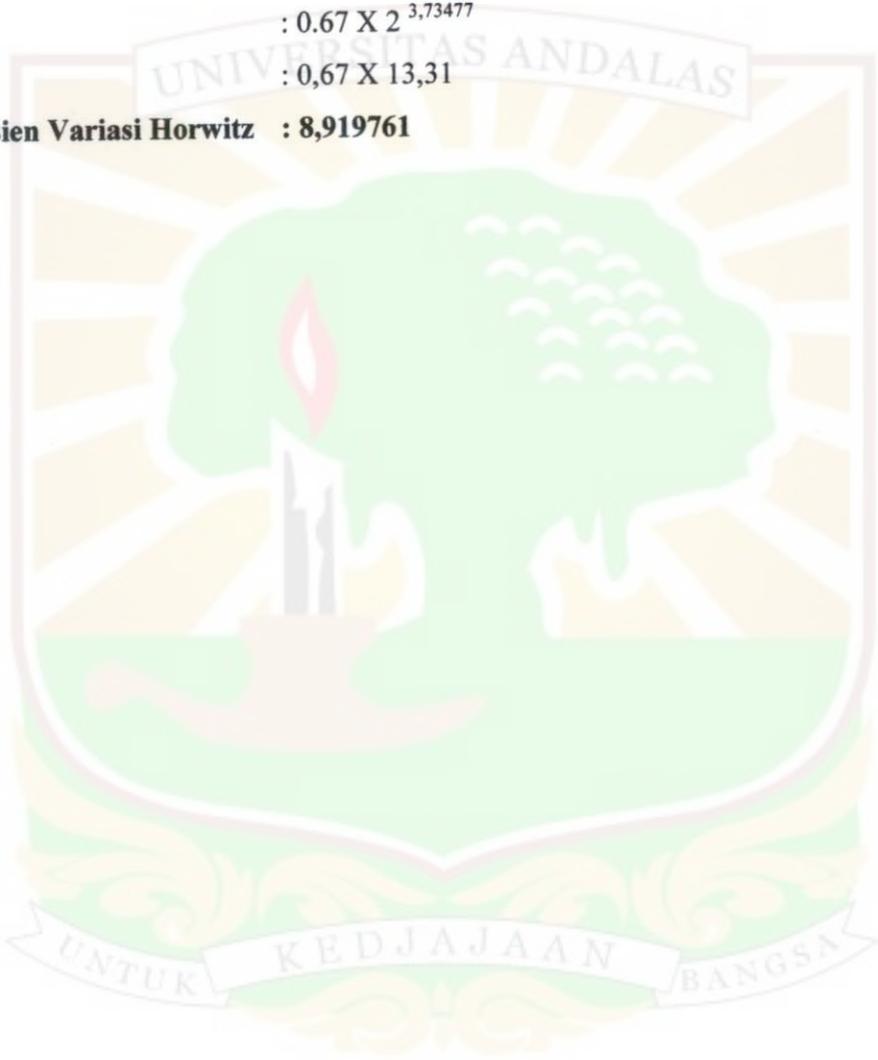
Karbofuran 1,5834 ug/g	Luas puncak	Luas puncak Rata - rata	Konsentrasi Yang diperoleh * (µg/g)
1	29228 42366 29799 33490 30610 23560	31509	3.219
2	33831 36758 34447 30430 27627 27573	31778	3.246
3	34576 31631 34618 27137 39868 34451	33714	3.441
4	34492 37413 35104 34968 36278 32255	35085	3.579
5	32500 35334 30811 35119 38017 32487	34045	3.475
Rata – rata			3.392
Standar Deviasi			0.15
% SDR			4.558
Intercept (a)			-422.341
Slope (b)			9919.752

Keterangan : * $y = -422.341 + 9919.752x$

Perhitungan untuk Menentukan Nilai Koeffisien Variasi Horwitz

- Konsentrasi Karbofuran : 3,392 µg/g
- Fraksi Konsentrasi (C) : 3,392 x 10⁻⁶
- Koeffisien Variasi Horwitz : 0.67 X 2^{(1 - 0.5(log C))}
: 0.67 X 2^{(1 - 0.5(log 3,392 x 10⁻⁶))}
: 0.67 X 2^{(1 - 0.5(- 5,4954))}
: 0.67 X 2^(1 + 2,73477)
: 0.67 X 2^{3,73477}
: 0,67 X 13,31

Koeffisien Variasi Horwitz : 8,919761



Tabel 20. Presisi Metoda Berdasarkan Luas Puncak untuk Standar Karbaril dalam Air

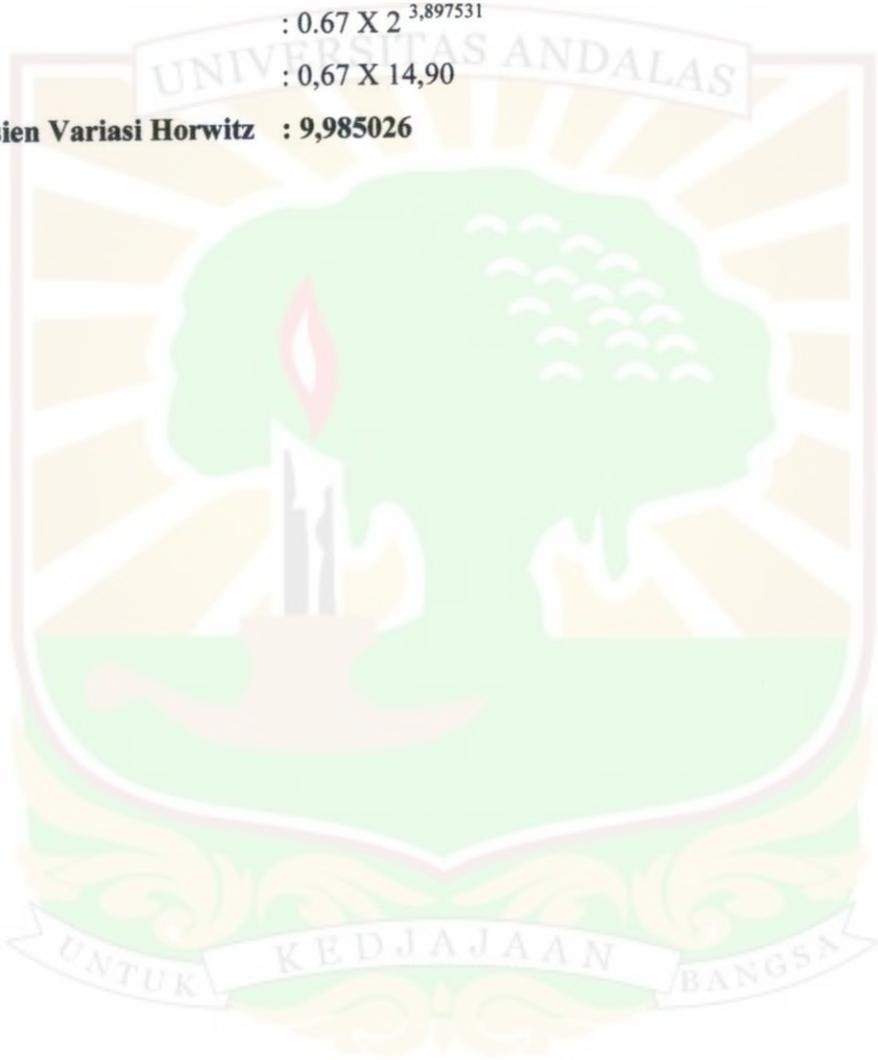
Karbaril 1,4609 ug/g	Luas Puncak	Luas puncak Rata - rata	Konsentrasi Yang diperoleh * (µg/g)
1	65339 75553 65823 70476 66923 68773	68815	1.571
2	68543 70898 71736 68824 69699 71864	70261	1.603
3	70653 73259 71736 72814 77352 70618	73090	1.665
4	69946 72485 70900 68209 67799 69125	69744	1.591
5	70074 68621 66727 69243 71684 70128	69413	1.584
Rata – rata			1.603
Standar Deviasi			0.037
% SDR			2.287
Intercept (a)			-2523.111
Slope (b)			45416.181

Keterangan : * $y = -2523.111 + 45416.181x$

Perhitungan untuk Menentukan Nilai Koeffisien Variasi Horwitz

- Konsentrasi Karbofuran : 1,603 $\mu\text{g/g}$
- Fraksi Konsentrasi (C) : $1,603 \times 10^{-6}$
- Koeffisien Variasi Horwitz : $0.67 \times 2^{(1 - 0.5(\log C))}$
: $0.67 \times 2^{(1 - 0.5(\log 1,603 \times 10^{-6}))}$
: $0.67 \times 2^{(1 - 0.5(- 5,79507))}$
: $0.67 \times 2^{(1 + 2,897531)}$
: $0.67 \times 2^{3,897531}$
: $0.67 \times 14,90$

Koeffisien Variasi Horwitz : 9,985026



Lampiran 8

Perhitungan untuk menentukan *recovery* sampel

Akurasi Metoda (*recovery* Sampel)

$$\text{konsentrasi sampel} = \frac{\text{Area Sampel}}{\text{Area standar}} \times \text{konsentrasi standar}$$

$$= \text{konsentrasi sampel} \times \text{faktor pemekatan}$$

$$\text{Persen recovery} = \frac{\text{konsentrasi sampel}}{\text{Konsentrasi standar}} \times 100 \% \dots\dots\dots (1)$$

a. Karbofuran

- konsentrasi standar : 1.5834 µg/g
- konsentrasi sampel setelah dipekatkan : 3.1534 µg/g
- volume awal : 10 mL
- volume pemekatan : 5 mL

$$\frac{38017}{19089} \times 1.5834 \mu\text{g/g} = 3.1534 \mu\text{g/g}$$

$$10 \text{ mL dipekatkan jadi } 5 \text{ mL} \infty 3.1534 \mu\text{g/g}$$

Maka

$$\frac{5}{10} \times 3.1534 \mu\text{g/g} = 1.5767 \mu\text{g/g}$$

$$\% \text{ recovery} = \frac{1.5767 \mu\text{g/g}}{1.5834 \mu\text{g/g}} \times 100 \% = 99.58 \%$$

b. Karbaril

- konsentrasi standar	: 1.4609 $\mu\text{g/g}$
konsentrasi sampel setelah dipekatkan	: 2.5289 $\mu\text{g/g}$
- volume awal	: 10 mL
- volume pemekatan	: 5 mL

$$\frac{71684}{41411} \times 1.4609 \mu\text{g/g} = 2.5289 \mu\text{g/g}$$

10 mL dipekatkan jadi 5 mL \propto 2.5289 $\mu\text{g/g}$

Maka

$$\frac{5}{10} \times 2.5289 \mu\text{g/g} = 1.2644 \mu\text{g/g}$$

$$\% \text{ recovery} = \frac{1.2644 \mu\text{g/g}}{1.4609 \mu\text{g/g}} \times 100 \% = 86.55 \%$$