

METODE KROMATOGRAFI GAS UNTUK ANALISIS PESTISIDA ORGANOPOSPAT

Intan Lestari

Program Studi Kimia, Jurusan PMIPA FKIP Universitas Jambi
Kampus Pinang Masak, Mendalo Darat, Jambi 36361

Abstrak

Dalam bidang pertanian pestisida merupakan salah satu pilihan dalam pembasmian hama dan penyakit tanaman, tapi juga mempunyai dampak terhadap lingkungan. Beberapa metode telah digunakan untuk penentuan residu pestisida dalam air salah satunya dengan menggunakan kromatografi gas. Sampel diambil di daerah pertanian kota Jambi yang menggunakan pestisida dengan nama bahan aktif fention dan diazonin. Sampel diekstrak dengan pelarut heksan dan hasil ekstrak ditentukan dengan GC. Penentuan kondisi optimum pengukuran dilakukan sebelum penentuan konsentrasi sample. Hasil pengukuran menunjukkan waktu retensi 6,704 menit untuk diazonin dan 9,265 menit untuk fention. Standar deviasi relative 4,703% untuk diazonin dan 2,431% untuk fention. Ketepatan ;hasil metoda dicobakan terhadap sample dan didapatkan kadar pestisida organopospat antara 0,0160 ppm sampai 0,0302 pm dengan harga rekoverti rata-rata 98,35 %.

Kata Kunci: Kromatografi gas, Pestisida organopospat, fention dan diazonin.

I. Pendahuluan

Dalam rangka meningkatkan kesejahteraan manusia, manusia selalu berusaha untuk menggunakan cara-cara yang efisien, cepat dan murah dari segi biaya (Fardiaz,S., 1992). Namun tanpa disadari cara tersebut kadang memberikan dampak yang negative terhadap manusia dan lingkungannya sendiri. Khusus dalam bidang pertanian, pestisida menjadi pilihan utama dalam pembasmian hama dan penyakit tanaman, sehingga tidak jarang pestisida dianggap sebagai dewa penolong dari kegagalan panen (Ekha, I., 1998). Penggunaan pestisida yang cukup luas diperlukan usaha pengontrolan yang lebih ketat karena diketahui pestisida dapat mengkontaminasi semua jenis kebutuhan manusia seperti air, tanah dan bahan makanan serta udara (Sastroutomo., 1992)

Beberapa metoda telah dilakukan untuk penentuan pestisida seperti kromatografi gas (APHA,AWWA, 1994). Keunggulannya adalah dalam mendeteksi metoda ini sampai pada jumlah nanogram, resolusi tinggi serta membutuhkan sample dalam jumlah kecil (Gritter,R.J., 1991). Oleh karena itu dalam penelitian ini dicoba untuk menentukan kadar pestisida dalam air didaerah yang cukup banyak memanfaatkan pestisida. Air dipilih sebagai objek penelitian karena air merupakan kebutuhan yang utama bagi umat manusia. Pestisida merupakan golongan senyawa kimia yang digunakan dalam membasmi semua jasad pengganggu atau makhluk hidup yang secara

langsung atau tidak langsung merugikan dalam kehidupan manusia (Miyamoto, J., 1985).

Pestisida terbagi dalam beberapa kelompok yaitu herbisida, insektisida, fungisida, rodentisida, nematisida, bakterisida, larvasida dan sebagainya. Pestisida organopospat merupakan salah satu jenis pestisida yang paling banyak digunakan (Creaser, C., R. Purchase., 1991). Organopospat merupakan ester dari alcohol dengan asam pospat, sehingga senyawa ini mudah terdegradasi oleh asam, panas, dan mikroorganisme. Hasil degradasi membentuk senyawa yang mudah larut dalam air sehingga bisa bersifat lebih toksik. Pada penelitian ini dicoba menentukan kondisi optimum dari metode kromatografi gas untuk analisis organopospat dalam air (Allen, S.E., 1989)

II. METODE PENELITIAN

Penelitian bersifat eksperimen yang dilakukan dilaboratorium UP-MIPA Universitas Jambi dan pengukuran dengan GC di Laboratorium Kimia Analisa Terapan, Jurusan Kimia Univ. Andalas Padang.

Prosedur kerja :

1. Penentuan Kondisi pengukuran

A. Kondisi pengukuran pada GC diatur sebagai berikut:

- Suhu injeksi : 260 °C
- Suhu detector : 290 °C
- Kecepatan gas alir:6,25 ml/menit
- Suhu kolom : 50-300 °C

Dengan pemrograman: 30 °C/menit
 Sebanyak 1 uL larutan standar diazinon dan fention diinjeksikan ke GC, ditentukan puncak dari standar dan waktu retensinya. Kemudian dibuat kurva kalibrasi standar fention dan diazinon dengan menginjeksikan masing-masing konsentrasi larutan standar ke GC.

B. Pengukuran Sampel

Sampel sebanyak 100 ml diekstrak dengan menggunakan heksan sampai terbentuk dua lapisan. Lapisan heksan diambil dan ditambahkan kristal Na₂SO₄ anhidrat, kemudian dipekatkan dengan rotary evaporator sampai kering. Kemudian dipindahkan ke labu ukur 5 mL dan diencerkan dengan akuades. Larutan dipipet dengan pipet mikro syringe sebanyak 1 uL dan diinjeksikan ke GC. Kemudian ditentukan puncak sample dengan waktu retensi yang sama dengan standar.

C. Penentuan standar deviasi relative dan recovery

Kondisi alat diset seperti percobaan A kemudian diinjeksikan 1 uL sample dengan mikro syringe ke GC, Ditentukan luas puncak sample dengan waktu retensi sama dengan standar. Percobaan dilakukan 5 kali ulangan dan ditentukan standar deviasi relatifnya. Untuk penentuan rekovery : 2,5 ml standar dengan konsentrasi 0,15 ppm dipindahkan ke labu ukur 1 L. Kemudian dikocok dan dilakukan prosedur ekstraksi seperti sebelumnya. Aliquot diambil sebanyak 1 uL dan diinjeksikan ke GC, tentukan luas puncak dengan waktu retensi sama dengan standar. Kemudian dihitung rekoverynya.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1. Penentuan Kondisi Optimum Pengukuran

Tabel 1 : Kondisi pengukuran kromatografi gas :

| No | Parameter | Kondisi pengukuran |
|----|--------------------|--------------------|
| 1. | Kecepatan alir gas | 6,25 ml/menit |
| 2. | Suhu injeksi | 260 °C |
| 3. | Suhu Oven | 50-300 °C |
| 4. | Program suhu | 30 °C/menit |
| 5. | Suhu detector | 290 °C |
| 6. | Waktu awal | 0 menit |
| 7. | Waktu akhir | 4 menit |

Hasil dari penggunaan kondisi diatas selanjutnya memberikan waktu retensi 6,704

menit untuk diazinon dan 9,265 menit untuk fention. Kurva kalibrasi standar didapatkan persamaan regresi untuk diazinon yaitu $Y = 2298,50X + 3540$ dan untuk fention persamaan regresinya $Y = 2298,5X + 3540$ dengan koefisien determinasi $r^2 = 0,9986$ untuk diazinon dan $r^2 = 0,9962$ untuk fention.

2. Penentuan batas deteksi

Batas deteksi untuk pestisida diazinon dihitung dari persamaan $Y = 2298,5 X + 3540$ dan untuk standar fention dihitung dari persamaan $Y = 7175,62X + 8251,02$. Dari persamaan regresi didapatkan batas deteksi fention 0,331 ppm dan 0,5098 ppm untuk diazinon. Hasil menunjukkan bahwa kuantitas analit yang memberikan respon sebesar 3 kali standar deviasi blanko untuk diazinon adalah 0,5098 ppm dan untuk fention adalah 0,331 ppm. Batas deteksi dapat diperkecil lagi jika digunakan alat dengan sistim detector nitrogen fosfor sebagai detector yang spesifik untuk senyawa fosfat. Akan tetapi pada alat ini hanya ada tersedia detector ECD dan FID, maka yang baik digunakan adalah ECD.

3. Penentuan Konsentrasi Sample

Tabel 2 : Hasil penentuan konsentrasi sample

| Kode sampel | Luas puncak | Konsentrasi (ppm) |
|-------------|-------------|-------------------|
| D-1 | 12235 | 0,0189 |
| D-2 | 17423 | 0,0302 |
| F | 31217 | 0,0160 |

4. Standar Deviasi Relatif (SDR)

SDR digunakan untuk mengetahui ketepatan ulangan metoda yang digunakan. Hasil pengukuran standar deviasi relative dapat dilihat pada Tabel 3 :

Tabel 3 : Standar deviasi relative

| No | Standar pestisida | SDR |
|----|-------------------|--------|
| 1. | Diazinon | 4,703% |
| 2. | Fention | 2,431% |

Dari hasil yang diperoleh terlihat bahwa ketepatan ulangan dari metoda GC masih dalam batas yang diperbolehkan yaitu dengan harga standar deviasi relative yang didapatkan dibawah 20%. Ketepatan ulangan ini sangat dipengaruhi oleh jumlah volume dalam setiap penginjeksian, karena pengerjaan injeksi ini dilakukan pada volume yang kecil sekali yaitu 1 uL. Kelebihan atau kekurangan sedikit saja pada waktu pengambilan sample volume injeksi akan memberikan luas puncak yang berbeda.

Disamping itu ketrampilan dalam menginjektikan juga memegang peranan penting, karena pada waktu injeksi dilakukan maka waktu itu pulalah analisis dimulai.

3. Perolehan Kembali (Rekoveri)

Tabel 4 : Hasil pengukuran rekoveri

| No | Konsentrasi Ditambahkan (ppm) | Konsentrasi sampel | Konsentrasi di Dapatkan (ppm) | Rekoveri (%) |
|-----------|-------------------------------|--------------------|-------------------------------|--------------|
| 1. | 0,0375 | 0,0302 | 0,0678 | 100,2 |
| | 0,0375 | 0,0302 | 0,0720 | 7 |
| | 0,0375 | 0,0302 | 0,0649 | 111,4 |
| | 0,0375 | 0,0302 | 0,0640 | 7 |
| | 0,0375 | 0,0302 | 0,0667 | 92,53 |
| Rata-rata | | | | 98,35 |

Dari pengukuran yang dilakukan, didapatkan harga rekoveri rata-rata sebesar 98,35%. Hal ini menunjukkan bahwa hasil analisis yang dilakukan cukup tepat, metoda GC dengan detector ECD cukup baik digunakan dalam menganalisis pestisida jenis organopospat dengan bahan aktif diazinon dan fention.

IV. KESIMPULAN

Metoda kromatografi gas dengan sistim detector tangkap electron dapat digunakan untuk analisis organopospat dengan senyawa aktif diazinon dan fention. Waktu retensi yang didapatkan untuk diazinon adalah 6,705 menit dan untuk fention adalah 9,265 menit., dengan batas deteksi untuk diazinon adalah 0,51 ppm dan untuk fention 0,33 ppm. Ketelitian metoda GC dengan sistim detector tangkap electron cukup baik dengan hasil standar deviasi relative untuk diazinon 4,709 % dan untuk fention 2,431%. Ketepatan hasil analisis

pestisida organopospat cukup baik dengan didapatkan kadar pestisida antara 0,0160-0,0302 ppm dan harga rekoveri rata-rata 98,35%.

DAFTAR PUSTAKA

- Allen, S.E., 1989, Chemical Analysis of Ecological Material, 2nd ed, Blacwell scientific Publication, Oxford, pp. 219-226
- APHA, AWWA, WPCF, 1984., Standar Methods For the Examination of Water and Waste Water, 14th ed, APHA Washington DC. pp. 370-373
- Bohmont, B.L., 1990, The Standard Pesticides User Guide, 5th ed., Reagents Prentice Hall, New Jersey. pp. 163-170
- Creaser, C., R. Purchase, 1991, Food Contaminants Sources and Surveillance, The Royal Society of Chemistry, Cambridge, p. 70-76
- Ekha, I., 1988., Dilema Pastisida Tragedi revolusi Hijau, Kanisius, Jakarta, 026-075.
- Fardiaz S., 1992, Polusi Air dan Udara, Kanisius, Jakarta, 019-031
- Gritter R.J., dkk, 1991, Pengantar Kromatografi, edisi 2, ITB Bandung, p.034-080
- Miyamoto, J., 1995, Pesticides Chemistry : Human Welfare and The Environment, Vol III, 2nd ed, Pergamon Press, Oxford. Pp. 531-532