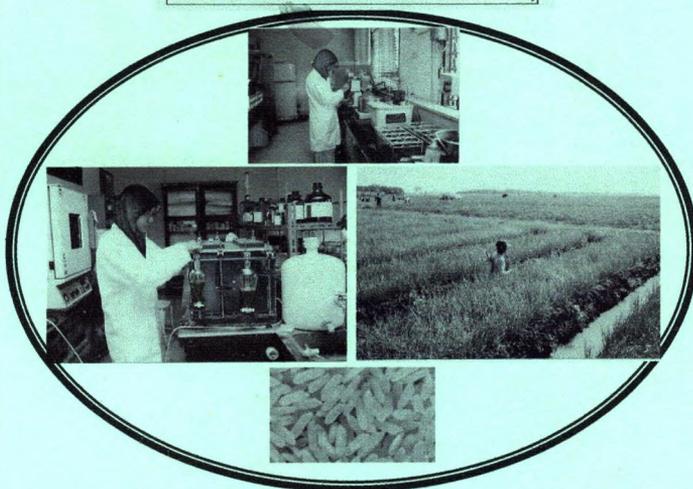
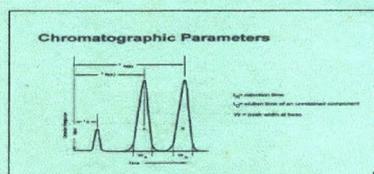


PROSEDUR ANALISA RESIDU PESTISIDA PADA TANAH, AIR DAN TANAMAN



LOKA PENELITIAN PENCEMARAN LINGKUNGAN PERTANIA
PUSAT PENELITIAN DAN PENGEMBANGAN TANAH DAN AGROKLIMAT
BADAN PENELITIAN DAN PENGEMBANGAN PERTANIAN
DEPARTEMEN PERTANIAN

2004

PROSEDUR ANALISA RESIDU PESTISIDA PADA TANAH, AIR DAN TANAMAN

Disusun Oleh :

Titik Mariffatun
E. Srihayu Harsanti
S.Y. Jatmiko

LOKA PENELITIAN PENCEMARAN LINGKUNGAN PERTANIAN
PUSAT PENELITIAN DAN PENGEMBANGAN TANAH DAN AGROKLIMAT
BADAN PENELITIAN DAN PENGEMBANGAN PERTANIAN
DEPARTEMEN PERTANIAN
2004

KATA PENGANTAR

Pembangunan pertanian khususnya tanaman pangan dan sayuran dihadapkan pada dua masalah yang sama pentingnya, yaitu peningkatan produksi dan menjaga kelestarian sumber daya lingkungan. Tuntutan ini mendorong upaya penelitian untuk menemukan inovasi teknologi selain berorientasi pada peningkatan nilai tambah ilmiah dan komersial juga mengarah kepada sistem produksi yang berkelanjutan dan ramah lingkungan.

Loka Penelitian Pencemaran Lingkungan Pertanian (Lolingtan) merupakan Unit Pelaksana Teknik yang mempunyai mandat melaksanakan penelitian pencemaran lingkungan dan penanggulangannya di lahan pertanian. Untuk mendukung penelitiannya, Lolingtan dilengkapi antara lain dengan Laboratorium Residu Pestisida.

Dalam sistem produksi pertanian khususnya tanaman pangan dan sayuran diduga banyak menyebabkan meningkatnya kandungan residu pestisida karena pestisida selalu diaplikasikan untuk meningkatkan hasil tanaman. Untuk mendapatkan data penetapan residu yang akurat diperlukan cara atau metode yang tepat dalam pengukurannya. Buku ini memberi informasi tentang prosedur analisa residu pestisida pada tanah, air dan tanaman.

Jakenan, Agustus 2004
Kepala Loka,

Husein Suganda, S.Si, M.Sc
NIP 080 034 378

DAFTAR ISI

KATA PENGANTAR

DAFTAR ISI

I. PENDAHULUAN

II. TUJUAN

III. ALAT DAN BAHAN

- A. Alat yang Diperlukan
- B. Bahan yang Diperlukan

IV. METODE

- A. Cara Pengambilan dan Preparasi Contoh Tanah, Air dan Tanaman
- B. Bagan Ekstraksi dan Clean Up Contoh Tanah, Air dan Tanaman
- C. Penghitungan Konsentrasi Residu Insektisida

V. DAFTAR PUSTAKA

I. PENDAHULUAN

Penggunaan pestisida dalam upaya pengendalian hama pengganggu pada tanaman dapat menyebabkan tertinggalnya pestisida atau derivatnya pada bagian tanah, air dan tanaman. Pestisida atau derivatnya yang tertinggal tersebut dikenal sebagai residu pestisida. Residu pestisida merupakan bahan kimia pestisida yang terdapat diatas atau didalam suatu benda dengan implikasi penuaan (aging), perubahan (alterasi), atau kedua-duanya.

Residu pestisida mempunyai dampak negatif terhadap kesehatan manusia, antara lain berpotensi sebagai penyebab kanker (carcinogenic), cacat lahir (teratogenic), perubahan genetic (mutagenic), kerusakan syaraf (neurologic), dan EDs (Endocrine Disrupting Pesticides) yakni dapat mempengaruhi metabolisme steroid, fungsi tiroid, spermatogenesis, hormon gonadotropik, aktifitas oestrogenik, dan aktivitas anti-androgenik.

Pada saat ini kepedulian konsumen terhadap kualitas lingkungan dan kualitas produk semakin meningkat, akibatnya tuntutan kualitas produk terutama keamanan pangan akan semakin tinggi. Salah satu persyaratan kualitas produk adalah bebas kandungan residu pestisida, ecolabel akan membantu konsumen untuk memilih produk yang aman dan ramah lingkungan. Dengan demikian penelitian yang terkait dengan residu pestisida dan prosedur analisa residu pestisida yang menunjang penelitian tersebut sangat diperlukan.

II. TUJUAN

Sebagai acuan dalam melakukan analisa residu pestisida pada tanah, air, dan tanaman dan penetapan residu pestisidanya.

III. ALAT DAN BAHAN

A. Alat yang Diperlukan

1. Timbangan Elektrik

Digunakan untuk menimbang sampel tanah, dan tanaman yang akan di ekstrak.

2. Corong

Digunakan untuk menyaring contoh air agar bersih dari kotoran-kotoran yang ada. Sebelum air dilewatkan pada corong yang berlapis kertas saring.

3. Sokhlet

Digunakan untuk ekstraksi sampel tanah dan tanaman (kering) yang telah ditimbang sebanyak dan dibungkus dengan kertas saring yang dibentuk selongsong dan ujung-ujungnya ditutup kapas. Tabung soklet bawah dihubungkan dengan labu lemak sebagai penampung ekstrak yang terendam didalam waterbath, bagian atas tabung sokhlet dihubungkan dengan tabung air kondensor.

4. Ice Homogenizer

Digunakan untuk menghancurkan dan menghomogenkan sampel tanaman (basah).

5. Rotary Evaporator

Digunakan untuk clean up dengan cara memisahkan ekstrak dari pelarut (filtrasi). Rotary evaporator dihubungkan dengan vacum pump dan dilengkapi dengan labu bundar penampung ekstrak dan labu bundar tampung untuk menampung sisa pelarut setelah ekstraksi.

6. Corong Pisah

Digunakan untuk memisahkan ekstrak dari air dan lemak.

7. Kolom Kromatografi

Digunakan untuk clean up ekstrak contoh tanah, air dan tanaman. Sebelumnya kolom kromatografi ini diisi dengan glasswool, Sodium Sulfat Anhidrat dan Florisil terlebih dahulu.

8. Thermometer

Digunakan untuk mengontrol suhu air waterbath pada rotary evaporator dan sokhlet.

9. Sep-pak Cartridges

Digunakan untuk clean up ekstrak (khususnya sampel air). Sep-pak dihubungkan dengan vacum pump dan didalamnya dipasang tabung uji untuk menampung ekstrak yang dilewatkan pada syringe Sep-pak Cartridges yang berada dibagian atas.

10. Corong Buchnert

Digunakan untuk memisahkan ekstrak dengan aqueous (filtrasi).

11. Gelas Ukur

Digunakan untuk menakar pelarut dan contoh air untuk kegiatan ekstrak.

12. Tabung Uji

Digunakan untuk menampung hasil akhir dari ekstraksi dan clean up sebelum diderivatisasi atau diinjeksi ke GC. Tabung uji ini ditutup rapat dengan parafilm agar ekstrak tidak menguap.

13. Shaker

Digunakan untuk menghomogenkan ekstrak sampel tanah atau tanaman dalam proses derivatisasi.

14. GC dan detektor

Alat untuk penetapan residu pestisida

B. Bahan yang Diperlukan

1. Contoh tanah, air, dan tanaman yang siap ekstrak.
2. Larutan Aseton yang digunakan untuk ekstraksi sampel tanah dan tanaman (kering) di sokhlet. Juga untuk ekstraksi sampel tanaman (basah) di ice homogenizer. Selain itu aseton juga digunakan untuk melarutkan ekstrak pada saat proses terakhir clean up.
3. Larutan Asetonitril digunakan untuk pemisahan residu pada ekstrak contoh tanah, air, dan tanaman di corong pisah.
4. Larutan n Heksan digunakan untuk clean up contoh tanah, air, dan tanaman di corong pisah dan kolom kromatografi.

5. Larutan Diklorometan digunakan untuk pemisahan residu pada contoh air di corong pisah.
6. Sodium Sulfat Anhidrat, Florisil, dan Glasswool digunakan untuk absorben pada saat clean up di kolom kromatografi.
7. Celit digunakan untuk absorben dalam filtrasi contoh tanaman (basah) di corong buchnert.
8. Kertas saring digunakan untuk pembungkus contoh tanah dan tanaman (kering) di sokhlet, penyaring awal contoh air sebelum diekstrak, dan sebagai alas celit yang telah dicairkan dengan aseton di corong buchnert.

IV. METODE

A. Cara Pengambilan dan Preparasi Contoh Tanah, Air dan Tanaman

1. Tanah

Tanah sebaiknya dibedakan antara tanah permukaan (sampai kedalaman 5 cm) dan tanah dibawah permukaan (kedalaman lebih dari 5 cm). Residu pestisida pada tanah dibawah permukaan menunjukkan kedalaman penetrasi pestisida. Tanah permukaan dapat diambil dengan cangkul kecil sedangkan yang dibawah permukaan harus diambil dengan alat khusus (bor tangan). Banyaknya contoh tanah untuk keperluan analisis adalah sebanyak 500 gr. Hal-hal yang perlu diperhatikan sebelum contoh tanah dimasukkan dalam kantung plastik adalah bahan-bahan organik yang menempel

pada tanah sebaiknya dibuang untuk mengurangi gangguan analisis. Tanah sebelum dianalisis, terlebih dahulu dikering anginkan hingga kadar air maksimal 15%, setelah itu ditumbuk hingga lolos saringan 2 mm. Lalu ditimbang 25 gr dan dimasukkan dalam selongsong kertas saring dengan ujung-ujung ditutup kapas.

2. Air

Contoh air dapat berupa air minum (sumur atau kran), air sungai atau air limbah dari pabrik atau formulator pestisida dan sebagainya. Ukuran contoh paling sedikit 2 liter yang merupakan komposit (gabungan) dari beberapa lokasi pengambilan. Umpamanya contoh diambil dari kedalaman yang berbeda atau tempat yang berbeda (tepi sungai, tengah sungai, dan sebagainya). Contoh hendaknya diambil dan disimpan didalam botol gelas atau plastik yang bersih. Air sebelum dianalisis harus disiapkan dengan menyaring kotoran tanah dan lain-lain yang terbawa dengan menggunakan kertas saring. Contoh yang digunakan dalah sebanyak 100 ml.

3. Tanaman

a. Contoh Tanaman Kering

Pengambilan contoh dapat dilakukan di sawah atau kebun yang siap panen, di gudang penyimpanan hasil panen, maupun di pasar, tergantung tujuan analisis. Contoh tanaman dikering anginkan hingga kadar air

maksimal 15% lalu diblower sampai halus. Contoh tanaman ditimbang 25 gr dan dibungkus selongsong kertas saring dengan ujung-ujung ditutup kapas.

b. Contoh Tanaman Basah

Pengambilan contoh dapat dilakukan disawah atau kebun yang siap untuk dipanen, digudang penyimpanan hasil panen, maupun di pasar, tergantung dari tujuan analisis. Contoh tanaman yang sudah diambil dibersihkan, dicuci, dan dikering anginkan terlebih dahulu. Setelah itu ditimbang 25 gr, diiris halus dan siap diekstrak.

B. Bagan Ekstraksi dan Clean Up Contoh Tanah, Air, dan Tanaman

1. Ekstraksi dan Clean Up Tanah atau Tanaman dengan metode Soxhlet

Sample tanah / tanaman siap ekstrak di slongsong sebanyak 25 g

↓ Asetone 100 ml
Soxhlet selama 8 jam pada suhu 80oC

↓ Evaporasi hingga ± 1 ml
n Heksan 50 ml

↓ Dimurnikan dengan melewati sample pada kolom kromatografi yang telah diisi Florisil ± 3 g dan sodium sulfat anhidrat

↓ Evaporasi hingga ± 1 ml

↓ Bilas tabung dengan Asetone secara bertahap dan tampung dalam tabung uji sampai vol.10 ml

↓ Sample siap injek di GC/ di derivat

2. Ekstraksi dan Clean Up Tanah atau Tanaman dengan metode Shaker

Sampel tanah / Tanaman siap ekstrak 25 g dimasukkan ke labu bundar 300 ml

↓ Asetone 100 ml

Kocok selama 20 menit, setelah selesai ulangi pengocokan selama 20 menit

↓

Letakkan labu diatas standar labu dan dibiarkan sampai terjadi pemisahan antara pelarut dengan sampel lalu pelarut dipipet dan ditampung dalam labu atau dapat langsung difiltrasi dengan corong buchnert.

↓

Evaporasi hingga ± 1 ml

↓

n Heksan 50 ml

Dimurnikan dengan melewati sample pada kolom kromatografi yang telah diisi florisil ± 3 g dan sodium sulfat anhidrat

↓

Evaporasi hingga ± 1 ml

↓

Bilas tabung dengan Asetone secara bertahap dan tampung dalam tabung uji sampai vol.10 ml

↓

Sample siap injek di GC/ di derivatisasi

3. Ekstraksi dan Clean Up Tanah atau Tanaman dengan Metode Homogenizer

Sample tanaman segar dirajang halus ,Homogenkan lalu ditimbang 25g, masukkan dulu cup homogeneser

▼ Asetone 100ml

Homogenkan dengan menjalankan alat selama 20 menit dengan kecepatan 100 rpm

▼

Saring sample dengan corong Buchnert celit 545 ,tampung pelarut dalam labu bundar 300 ml

▼

Evaporasi hingga ± 1 ml

▼

n Heksan 50 ml

Dimurnikan dengan melewati sample pada kolom kromatografi yang telah diisi florisisil ± 3 g dan sodium sulfat anhidrat

▼

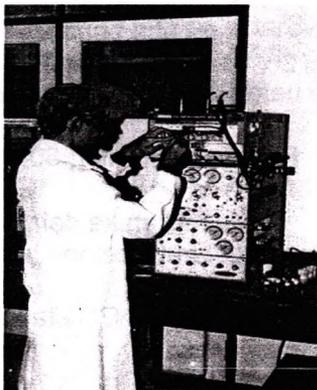
Evaporasi hingga ± 1 ml

▼

Bilas tabung dengan Asetone secara bertahap dan tampung dalam tabung uji sampai volume 10 ml

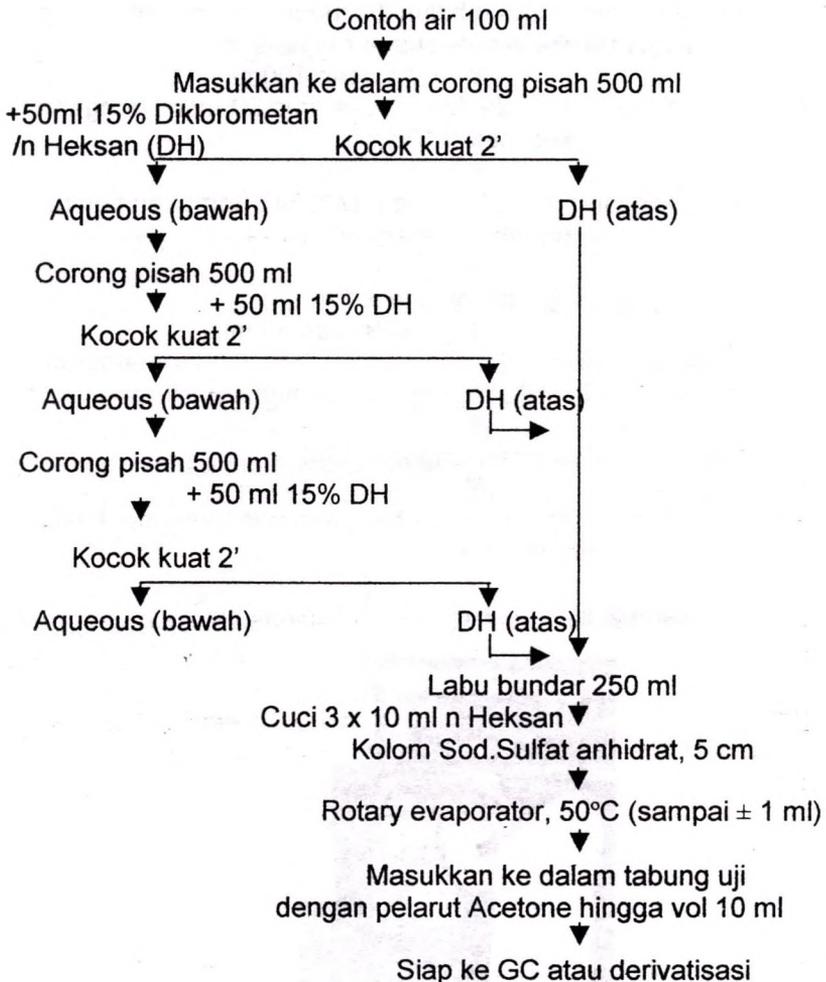
▼

Sample siap injek di GC / di derivatisasi

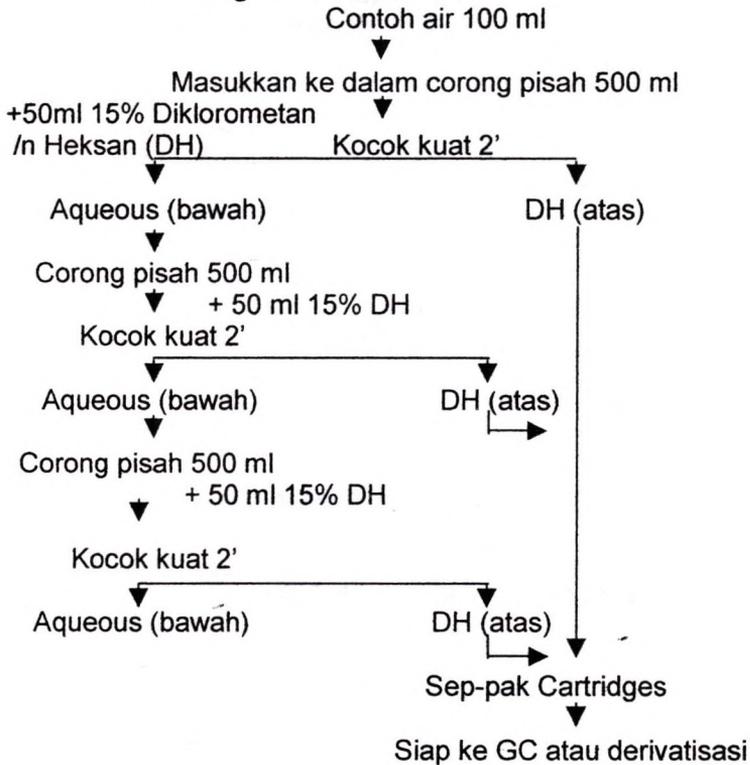


Gambar 1. Injeksi sample ke dalam GC

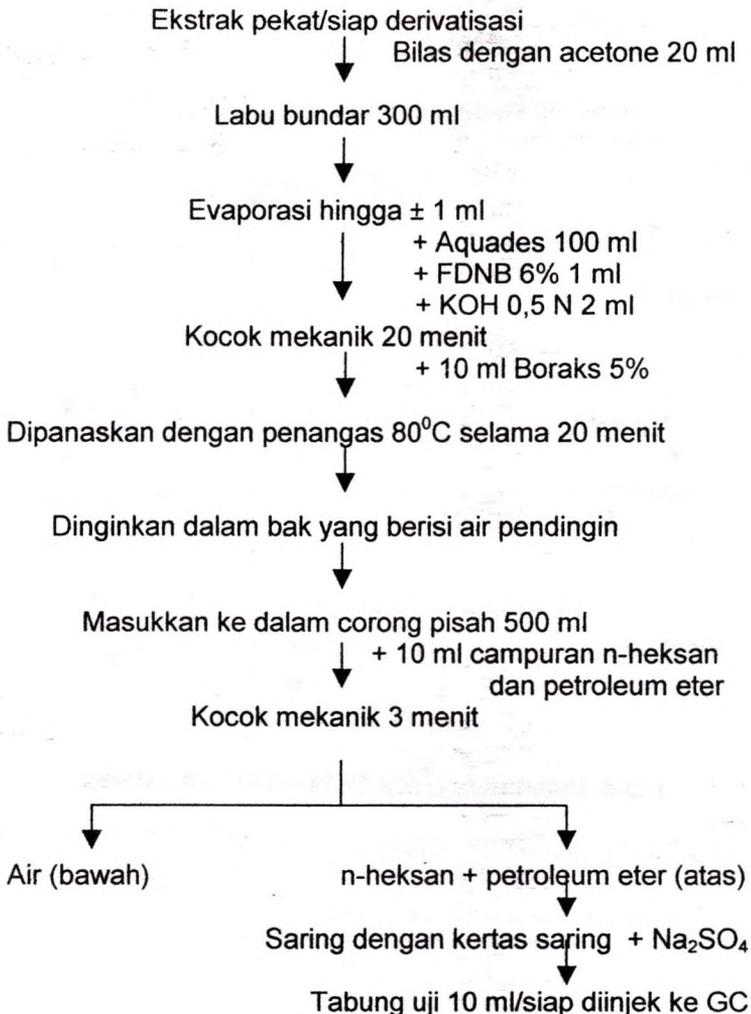
4. Ekstraksi dan Clean Up Air (Polar) dengan metode Corong Pisah



5. Ekstraksi dan Clean Up Air dengan Metode Sep-pak Cartridges



6. Tahap Derivatisasi (Khusus golongan Karbamat)



C. Penghitungan Konsentrasi Residu Insektisida

$$R = \frac{A.C.V}{B.G.D} \times F \text{ ppm}$$

Keterangan :

- A = peak area contoh (cm²)
- B = peak area standar (cm²)
- C = Bobot standar yang disuntikkan (ng)
- D = Volume std atau contoh yang disuntikkan (μL)
- F = Faktor Recovery = $\frac{100}{\% \text{ recovery}}$
- G = Bobot contoh (mg)
- V = Volume contoh awal (ml)

Uji Perolehan Kembali (Recovery Test)

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

menghitung selisih data hasil analisis antara contoh yang diperkaya dan contoh biasa.

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

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

V. DAFTAR PUSTAKA

- Ardiwinata, A.N., 2003. Analisis Residu Pestisida. Laboratorium Residu Pestisida Balai Besar Penelitian dan Pengembangan Bioteknologi dan Sumberdaya Genetik Pertanian. Bogor.
- Komisi Pestisida. 1997. Metode Pengujian Residu Pestisida Dalam Hasil Pertanian. Departemen Pertanian. Jakarta.
- Sulaeman, E. Dan aji M. Tohir. 2004. Buku panduan Praktikum Analisis Residu Pestisida. Laboratorium Residu Pestisida Balai Besar Penelitian dan Pengembangan Bioteknologi dan Sumberdaya Genetik Pertanian. Bogor.

