

PENENTUAN PEROLEHAN KEMBALI RESIDU INSEKTISIDA ORGANOFOSFAT DALAM AIR

Elida Djabir *)

ABSTRAK

PENENTUAN PEROLEHAN KEMBALI RESIDU INSEKTISIDA ORGANO-FOSFAT DALAM AIR. Petani menggunakan insektisida untuk memberantas hama tanaman, mengakibatkan air tercemar oleh pestisida. Pencemaran insektisida dalam air perlu dideteksi untuk mengetahui kadar residu insektisida. Untuk menentukan residu insektisida perlu dibuat metoda baku. Telah dilakukan analisis perolehan kembali residu insektisida organofosfat dalam air dengan gas kromatografi dan pelarut metilen khlorida. Campuran standar klorpirifos, malation, dan fenitrotion dengan konsentrasi masing-masing 1 ppm dimasukkan ke dalam 500 ml aquades. Kemudian diekstraksi dengan metilen klorida dan hasil ekstraksi diinjeksikan pada alat gas kromatografi menggunakan detektor FPD dan kolom 3 % CHDMS. Sebagai pembanding diinjeksikan standar campuran klorpirifos, malation, dan fenitrotion. Hasil perolehan kembali residu insektisida klorpirifos, malation, dan fenitrotion dalam air didapat kisaran 83 %-89 %. Hasil ini dengan kesalahan sekitar 2 % setiap standar telah memenuhi persyaratan, literatur menyatakan bahwa hasil perolehan kembali pada kisaran 70 % - 110 %, maka metoda tersebut dapat diterima dan dapat digunakan.

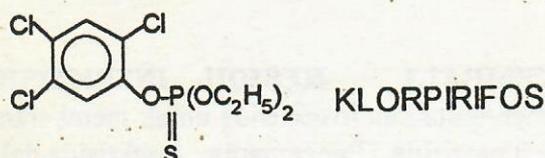
ABSTRACT

THE RECOVERY IDENTIFICATION OF ORGANOPHOSPHATE INSECTICIDES RESIDUES IN WATER. The farmers have been using insecticides to kill insects, so the insecticides residues caused pollutant in water. Insecticides pollutant in water should be identified to know the insecticides residues, so it is needed an established method. The recovery identification of organophosphate insecticides in water have been carried out by chromatography gas and methylene chloride solvent. Chlorpyrifos, malathion and fenitrothion standar mixtures which contained 1 ppm concentration of each were poured into 500 ml of aquadest, then extracted with methylene chloride. Furthermore, the extract results were injected into chromatography gas column using FPD detector and 3 % CHDMS column. The recovery result of insecticides residue chlorpyrifos, malathion and fenitrothion in water were 83 - 89 %. In the literature shows recovery should be 70-110 %, because deviation of this result was 2 % which each standards, thus the method is acceptable and can be used.

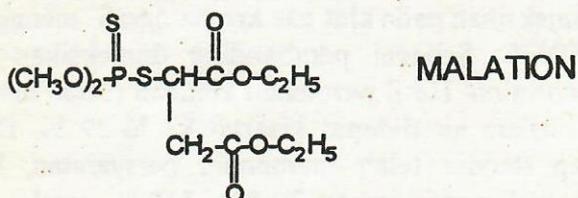
*) Bidang Kimia-Biologi, PAIR-BATAN

PENDAHULUAN

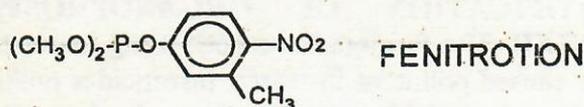
Insektisida Organofosfat termasuk insektisida sintetik dari kelompok organik yang biasanya digunakan untuk memberantas hama tanaman yang umumnya menyerang sayur, buah dan palawija. Insektisida yang termasuk golongan organofosfat antara lain klorpirifos, malation dan fenitrotion. Rumus kimia dari setiap insektisida tersebut adalah sebagai berikut: [1; 4]



Klorpirifos ----- O,O Dietil O-(3,5,6-trikloro 2-piridil) posporotiodat
(C₉H₁₁ Cl₃ NPS).



Malation ----- Asam suksinat merkapto-dietil ester, S ester O,O dimetil posporo
ditiat (C₁₀H₁₉O₆ PS₂).



Fenitrotion----- Asam posporotioat, O,O- dimetil O-(3- metil-4- -nitrophenil) ester
(C₉H₁₂NO₅PS).

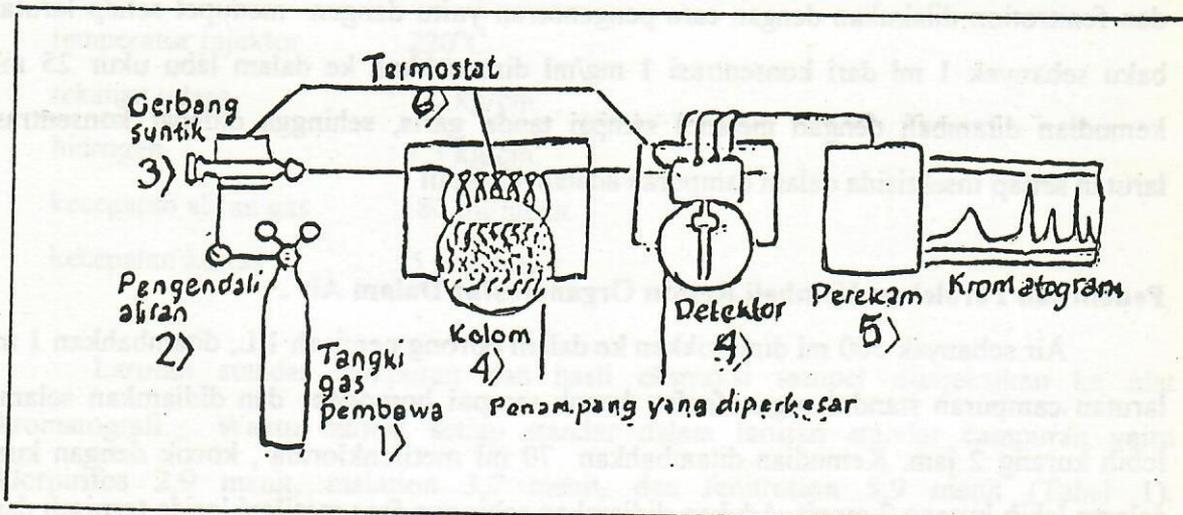
Pestisida golongan organofosfat pada umumnya mempunyai kelarutan yang tinggi dalam semua pelarut organik seperti metanol, aseton, metilenklorida dan lain-lain [1;4].

Insektisida golongan organofosfat ini dapat masuk ke dalam tubuh melalui perut (makanan), dinding (kulit) dan melalui pernafasan. Insektisida organofosfat akan mengganggu enzim kolinetrase dalam darah, sehingga enzim tersebut tidak bisa melaksanakan tugasnya dan syaraf dalam tubuh terus menerus mengirimkan perintah

kepada otot. Dalam keadaan demikian otot tersebut akan bergerak tanpa dapat dikendalikan. LD₅₀ (lethal dose, dosis kematian 50 %) oral pada tikus adalah antara 20 sampai dengan 885 mg bahan aktif/kg berat badan yaitu suatu parameter yang biasa digunakan untuk menilai efek peracunan pestisida terhadap manusia dan binatang, yang dapat membunuh 50 ekor binatang sejenis di antara 100 ekor yang diberi dosis tersebut [1,2].

Dalam penggunaan pestisida ini para petani harus menggunakan sesuai dengan aturan yang telah ditentukan, baik dalam pemakaian dosis atau peralatan pada waktu penyemprotan. Penggunaan pestisida ini akan menimbulkan efek samping terhadap manusia, hewan dan lingkungan. Mengingat insektisida organofosfat yang digunakan untuk memberantas hama sangat beracun, perlu dipantau penyebaran kandungan residu insektisida organofosfat dalam air di lingkungan, dan perlu dilakukan analisis residu organofosfat dalam air dengan metoda yang baku [2,5].

Untuk menentukan suatu metoda, perlu dilakukan uji penentuan perolehan kembali insektisida organofosfat dalam air dengan menggunakan alat Kromatografi Gas. Kromatografi Gas adalah suatu teknik untuk memisahkan suatu campuran zat yang mudah menguap dengan cara melewatkan aliran gas pada suatu fase yang tidak bergerak (*stationary phase*). Pemisahan dengan teknik ini berdasarkan sifat penyerapan (*adsorpsi*) isi kolom untuk memisahkan komponen sampel yang berbentuk gas. [4,6].



Gambar 1. Bagian sistem kromatografi.

Bagian pokok dari sebuah Kromatografi gas terdiri dari:

1. Tabung gas pengemban (carrier gas).
2. Pengatur aliran dan tekanan gas.
3. Tempat penyuntikkan sampel.
4. Kolom. Detektor dengan seperangkat alat elektronika.
5. Rekorder.
6. Termostat untuk memanaskan tempat penyuntikkan sampel, kolom dan detektor.

BAHAN DAN METODA

Bahan:

Bahan kimia yang digunakan adalah metilenklorida, metanol, natrium sulfat, aquades.

Peralatan:

Peralatan yang digunakan : alat gelas, penguap putar dan gas kromatografi (Shimadzu GC-7A).

Metode Pembuatan Standar.

Setiap standar klorpirifos, malation, dan fenitrothion ditimbang sebanyak 50 mg dilarutkan dalam 50 ml metanol. Pembuatan standar campuran dari klorpirifos, malation, dan fenitrothion dilakukan dengan cara pengenceran yaitu dengan memipet setiap larutan baku sebanyak 1 ml dari konsentrasi 1 mg/ml dimasukkan ke dalam labu ukur 25 ml, kemudian ditambah dengan metanol sampai tanda garis, sehingga didapat konsentrasi larutan setiap insektisida dalam campuran adalah 40 ng/ul

Penentuan Perolehan Kembali Residu Organofosfat Dalam Air .

Air sebanyak 500 ml dimasukkan ke dalam corong pemisah 1 L, ditambahkan 1 ml larutan campuran standar organofosfat, kocok sampai homogen dan didiamkan selama lebih kurang 2 jam. Kemudian ditambahkan 70 ml metilenklorida , kocok dengan kuat selama lebih kurang 2 menit. Adukan didiamkan sehingga fase metilenklorida terpisah dari fase air. Fase metilenklorida ditampung dalam labu bulat. Kemudian prosedur ekstraksi tersebut diulangi sebanyak dua kali lagi. Fase metilenklorida digabung dan diuapkan pada penguap putar pada suhu penangas air 50 ° C sampai ekstrak tersisa 1 ml. Residu dipindah

kan ke dalam tabung reaksi dengan cara membilas labu bulat dengan 5 ml metilenklorida. Penguapan diteruskan dengan aliran gas nitrogen sampai kering. Residu dilarutkan kembali dengan 1 ml metanol. Lalu diinjeksikan 4 ul ke dalam kromatografi gas menggunakan detektor FPD (*Flame Photo Detector*) dengan isi kolom 3 % CHDMS (*Cyclohexanedimethanol succinate*). Setelah itu ditentukan jenis residu dan organofosfat berdasarkan waktu tambat tertentu dengan cara membandingkan waktu tambat standar organofosfat. Kandungan residu dihitung dengan membandingkan tinggi atau luas setiap puncak kromatogram antara sampel dengan standar. Kontrol dilakukan dengan prosedur yang sama terhadap aquades tanpa menambahkan standar organofosfat ontrol. Hasil perolehan kembali didapatkan dari hasil residu organofosfat dalam air dikurangi dengan hasil residu organofosfat dalam kontrol.

Analisis Dengan Kromatografi Gas.

Standar klorpirifos, malation, dan fenitrothion dengan konsentrasi setiap 10 ng/ul diinjeksikan ke dalam gas kromatografi dengan kondisi alat sebagai berikut:

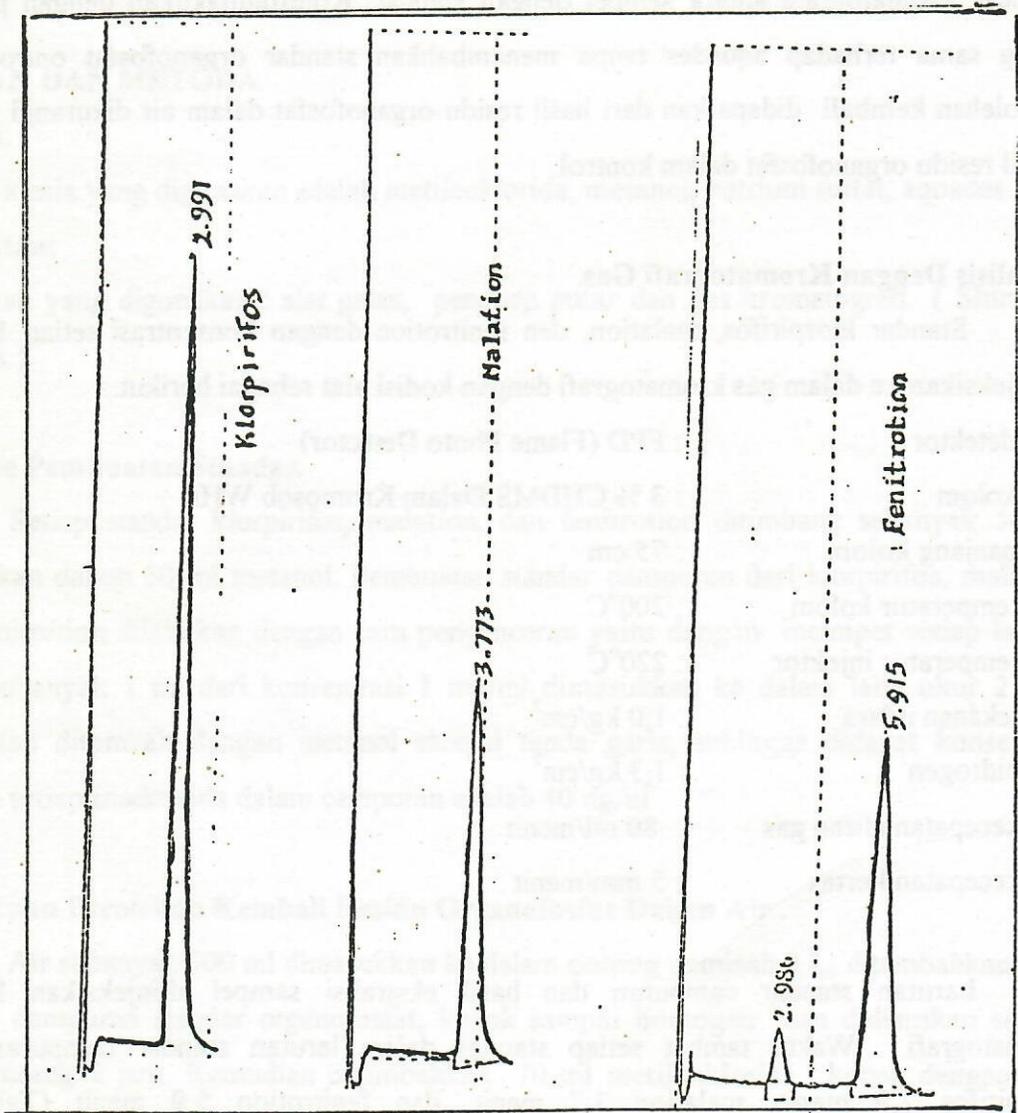
detektor	: FPD (Flame Photo Detector)
kolom	: 3 % CHDMS Dalam Kromosob WHP
panjang kolom	: 75 cm
temperatur kolom	: 200°C
temperatur injektor	: 220°C
tekanan udara	: 1,0 kg/cm ²
hidrogen	: 1,3 kg/cm ²
kecepatan aliran gas	: 80 ml/menit
kecepatan kertas	: 5 mm/menit

Larutan standar campuran dan hasil ekstraksi sampel diinjeksikan ke alat kromatografi. Waktu tambat setiap standar dalam larutan standar campuran yaitu klorpirifos 2,9 menit, malation 3,7 menit, dan fenitrothion 5,9 menit (Tabel 1). Kromatogram ke 3 macam standar merupakan beberapa puncak kromatogram yang terpisah dengan baik, sehingga standar-standar tersebut dapat digabung menjadi satu yang

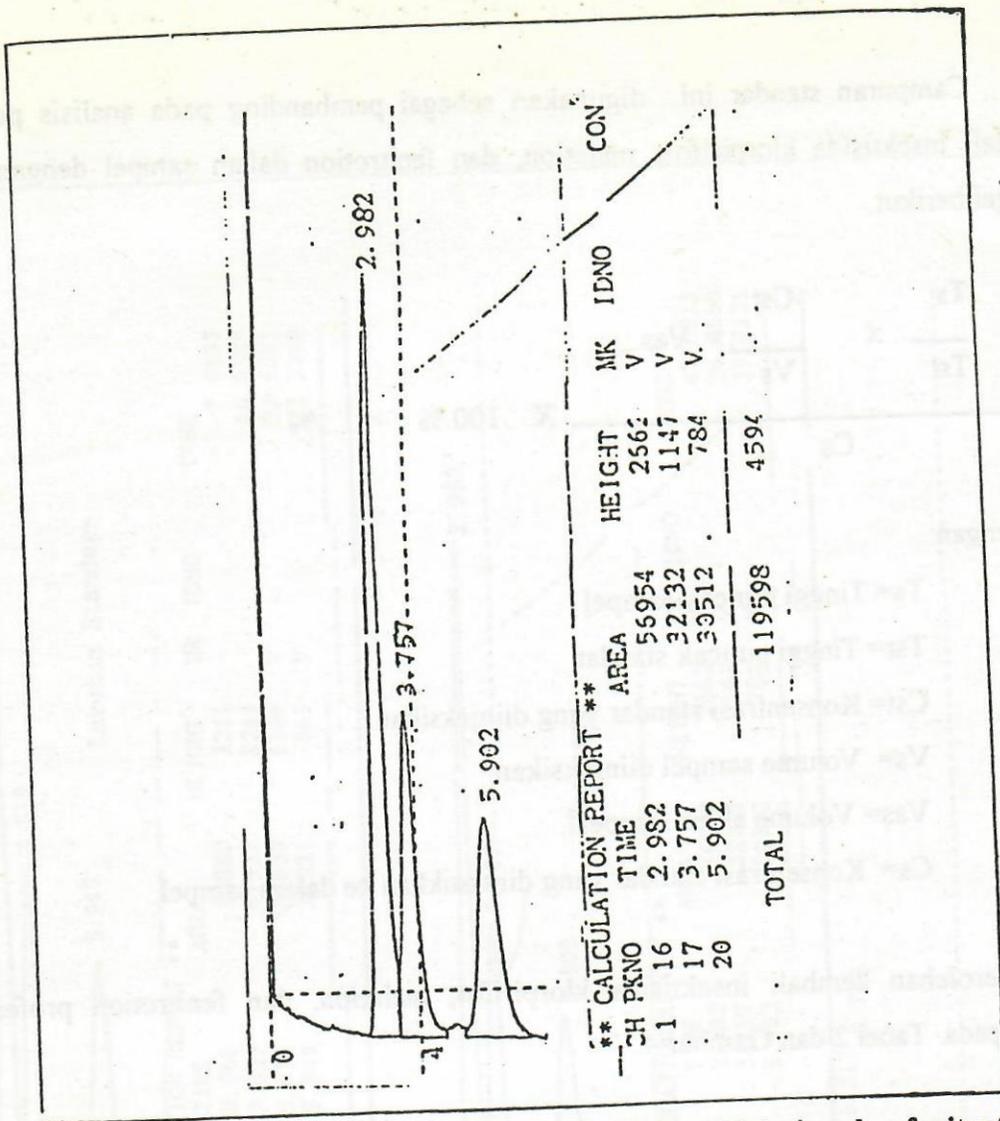
merupakan campuran standar. Campuran standar ini digunakan sebagai pembanding pada analisis perolehan kembali insektisida klorpirifos, malation dan fenitrotion.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Dari percobaan di atas terlihat bahwa waktu tambat setiap standar berbeda (dapat dilihat pada Gambar 2 dan Tabel 1), sehingga standar tersebut dapat digabung menjadi satu campuran standar (Gambar 3).



Gambar 2. Kromatogram standar klorpirifos, standar malation dan standar fenitrotion.



Gambar 3. Kromatogram campuran standar klorpirifos, Malation dan fenitroton.

Tabel 1. Waktu Tambat Setiap Standar

No	Insektisida Organofosfat	Waktu Ritensi (menit)
1	klorpirifos	2,90
2	Malation	3,70
3	Fenitroton	5,90

Campuran standar ini digunakan sebagai pembandingan pada analisis perolehan kembali insektisida klorpirifos, malation, dan fenitrotion dalam sampel dengan rumus sebagai berikut.

$$\frac{\frac{T_s}{T_{st}} \times \frac{C_{st}}{V_s} \times V_{as}}{C_s} \times 100\% = \dots\%$$

Keterangan:

Ts= Tinggi puncak sampel

Tst= Tinggi puncak standar

Cst= Konsentrasi standar yang diinjeksikan

Vs= Volume sampel diinjeksikan

Vas= Volume akhir sampel

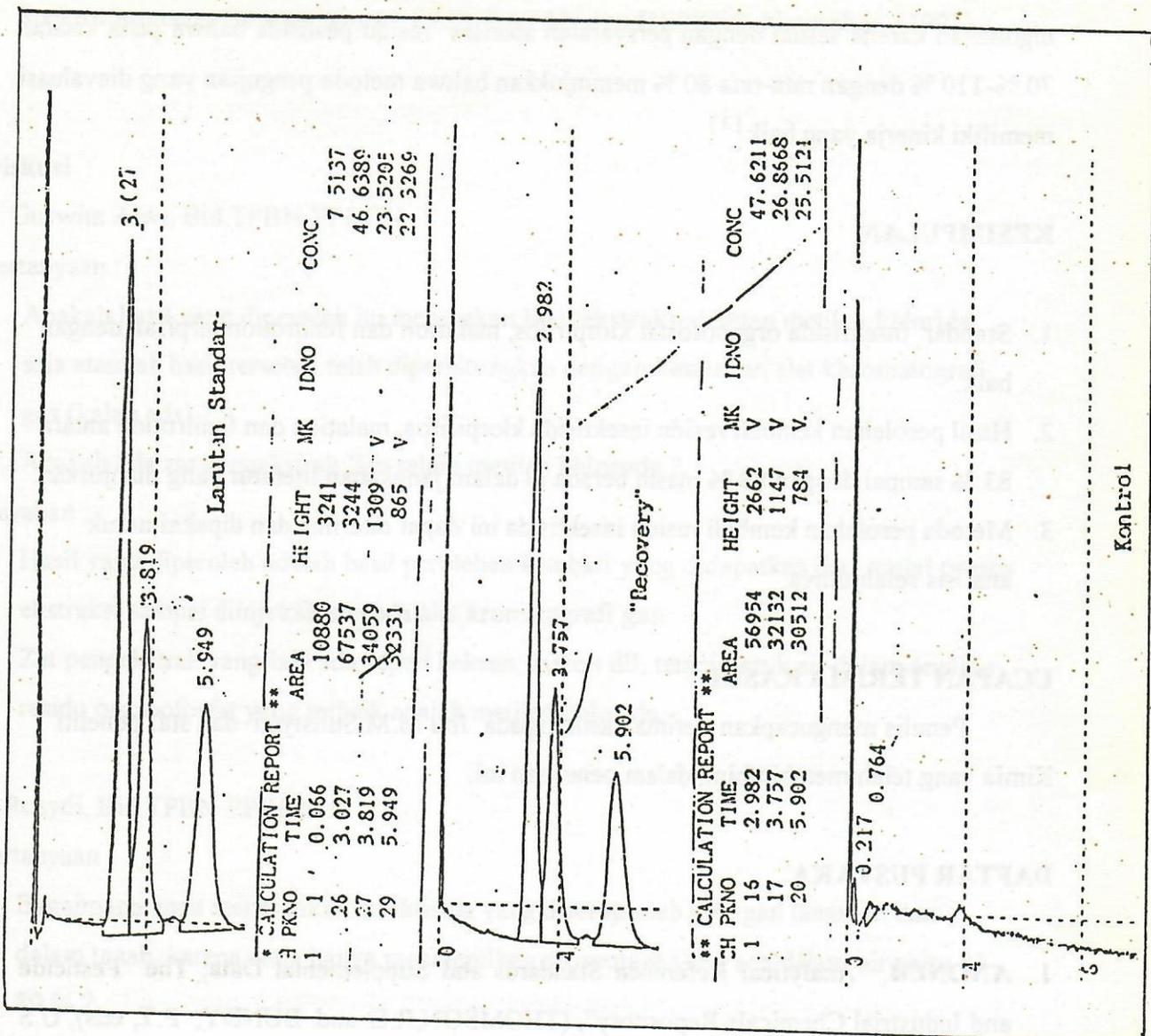
Cs= Konsentrasi standar yang dimasukkan ke dalam sampel.

Hasil perolehan kembali insektisida klorpirifos, malation, dan fenitrotion profenofos terlihat pada Tabel 2 dan Gambar 4.

Tabel 2. Hasil Perolehan Kembali Residu Organofosfat Dalam Air.

No	Kode contoh	Klorpirifos (%)	Malation (%)	Fenitrotio n (%)
1	Aquades I	88	83	86
2	Aquades II	90	84	87
3	Aquades III	88	83	86
4	Rata-rata	89	83	86

Keterangan: Rata-Rata dari 3 x ulangan



Gambar 4. Kromatogram standar campuran klorpirifos, kromatogram dari perolehan kembali campuran klorpirifos dan kromatogram dari kontrol.

Pada Tabel dan Gambar 3, terlihat bahwa perolehan kembali 3 macam insektisida dalam air berbeda. Hal ini dapat diterangkan bahwa daya ikat dan daya larut setiap insektisida berbeda terhadap air [1; 2]. Terlihat juga dalam tabel bahwa hasil perolehan kembali dari insektisida tersebut terhadap air 83 % sampai dengan 89 %.

Hasil perolehan kembali ini menunjukkan bahwa metode analisis residu dapat digunakan karena sesuai dengan persyaratan analisis residu pestisida bahwa pada kisaran 70 %-110 % dengan rata-rata 80 % menunjukkan bahwa metode pengujian yang dievaluasi memiliki kinerja yang baik^[3].

KESIMPULAN

1. Standar insektisida organofosfat klorpirifos, malation dan fenitrothion terpisah dengan baik.
2. Hasil perolehan kembali residu insektisida klorpirifos, malation dan fenitrothion antara 83 % sampai dengan 89 % masih berada di dalam jangkauan literatur yang dianjurkan.
3. Metoda perolehan kembali residu insektisida ini dapat diterima dan dipakai untuk analisis selanjutnya.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Ibu M.M Sulistyati dan staf peneliti Kimia yang telah membimbing dalam penulisan ini.

DAFTAR PUSTAKA

1. ANONIM, "Analytical Reference Standards and Supplemental Data; The Pesticide and Industrial Chemicals Repository", (THOMSON, R.E. and BUNDY, P.T, eds), U.S Environmental Protection Agency, Las Vegas, Juli, (1984).
2. ANONIM, "Pestisida untuk Pertanian dan Kehutanan " (Komisi Pestisida, Departemen Pertanian ed), Jakarta, (1995).
3. SUZUKI, K., " Multiresidu Analytical Method for Pesticides", Review of Plant Protection Research Tokyo, (1979).
4. SOEDYARTOMO, DKK. "Instrumentasi Kimia", Pusdiklat BATAN 1988.
5. J.R.CORBETT, "The Biochemical Mode of Action of Pesticides", London, New York, (1974).

6. **SUMATRA, M** “Pelatihan Teknis Pemeriksaan Dengan Kromatografi Gas dan Spektrofotometer Serapan Atom “PAIR-BATAN dan DEPKES, November, (1993).

Diskusi

1. Guswita Alwi, Bid.TPBN-PPBGN

Pertanyaan :

1. Apakah hasil yang diperoleh itu merupakan hasil ekstraksi dengan metilen klorida saja ataukah hasil tersebut telah diperhitungkan dengan kesalahan alat khromatografi gas (kalau ada) ?
2. Apakah ada zat pengestrak lain selain metilen khlroda ?

Jawaban :

1. Hasil yang diperoleh adalah hasil perolehan kembali yang didapatkan dari mulai proses ekstraksi sampai diinjeksikan pada alat kromatografi gas.
2. Zat pengestrak yang lain ada sepeti heksan, aseton dll, tetapi untuk air dalam analisis residu organofosfat yang terbaik adalah metilen khlroda.

2. Rusydi, Bid.TPBN-PPBGN

Pertanyaan

1. Bagaimana anda menentukan insektisida yang diserap oleh jaringan tanaman dan dalam tanah, karena anda hanya menampilkan prosentase yang ada dalam air yaitu 83-89 % ?

Jawaban :

Metode yang disebutkan memang khusus untuk analisis insektisida organofosfat dalam air, sedangkan untuk tanaman dan tanah masing-masing mempunyai metode tersendiri.

3. Faizal Riza, Bid. TPBN-PPBGN

Pertanyaan

1. Apakah sudah didapatkan optimalisasi dari metode yang dilakukan ?
2. Bagaimana dengan pemakaian ekstraktannya yang terbaik.

Jawaban :

1. Hasil optimal dari metode yang digunakan adalah : khlorpirifos = 89 %, Malation= 89 % dan fenitroton = 86 %
2. Hasil dari jawaban No. 1 merupakan hasil terbaik dari pemakaian ekstrak terpilih yaitu metilen khlorida.

4. Manto Widodo, Bid. Eksplorasi -PPBGN

Pertanyaan

1. Apakah contoh residu yang dipakai dalam percobaan menggunakan contoh dengan berbagai kadar unsur beracun ?
2. Bila ya, apakah ada pengaruh besarnya kadar unsur tersebut terhadap hasil kerja/hasil penelitian ?

Jawaban :

1. Contoh yang digunakan hanya mengandung 1 ppm standar campuran klorfiripos, malation dan fenitroton, kami tidak menggunakan contoh/yang mengandung unsur beracun

5. Tukardi, Bid. TPBN-PPBGN

Pertanyaan

1. Bagaimana pengaruh residu insentisida dalam tanah terhadap tanaman berikutnya ?
2. Apakah tanah tersebut bisa ditanami kembali ?
3. Bagaimana cara menghilangkan residu tersebut dalam tanah ?

Jawaban :

1. Residu insentisida organofosfat tidak akan terjadi penumpukan dalam tanah sehingga tidak berpengaruh terhadap tanaman.
2. Tentu saja tanah tersaebut bisa ditanami kembali
3. Cara menghilangkannya secara alami, karena residu insectisida organofosfat mudah terurai menjadi suatu senyawa yang tidak beracun.

6. Rusmadi, Bid. Eksplorasi-PPBGN

Pertanyaan

1. Pada nilai ambang batas berapa ppm residu insektisida tersebut tidak mengganggu lingkungan ?
2. Bila NAB terlampaui metode apa yang akan dilakukan ?

Jawaban :

1. Nilai ambang batas untuk insektisida organofosfat dalam air adalah 0,1 ppm.
2. Hasil pengukuran residu insektisida organofosfat dengan metode yang dilakukan masih jauh di bawah ambang batas.

6. Sugeng Waluyo, Bid. TPBN-PPBGN

Pertanyaan

Apakah penelitian ini dilakukan dari hasil penyemprotan tanaman dan berapa konsentrasi insektisida yang dipakai ?

Jawaban :

Penelitian perolehan kembali residu insektisida organofosfat dalam air, tidak menggunakan contoh dari residu hasil penyemprotan, tetapi dengan memasukkan standar 1 ppm insektisida ke dalam air.

7. Tati Herjati, Bid. KKL-PPBGN

Pertanyaan

Petani menggunakan insektisida ini sehingga menyebabkan pencemaran air lingkungan, Berapakah NAB yang diperbolehkan dalam air/lingkungan ?

Jawaban :

NAB yang diperbolehkan untuk insektisida organofosfat dalam air/lingkungan adalah 0,1 ppm