Jurnal Sains dan Teknologi Farmasi, Vol. 8, No. 1, 2003, 7 – 10
Akreditasi Dikti Depdiknas RI No. 69/DIKTI/Kep/2000

ISSN : 1410-0177

Penentuan Multiresidu Pestisida dalam Tomat Secara Kromatografi Cair Kinerja Tinggi

Rahmiana Zein[1], John Syahrul[2], Edison Munaf[1] dan Hamzar Suyani[3]
[1]*Laboratorium Kimia Analisa Lingkungan, FMIPA Universitas Andalas, Padang*
[2]*Laboratorium Kimia Analitik, FMIPA Universitas Riau, Pekan Baru*
[3]*Laboratorium Kimia Analisa Terapan, FMIPA Universitas Andalas, Padang*

Diterima : 10 Februari 2003, Disetujui : 25 Maret 2003

Abstract

Multiresidue organophosphate and carbamate pesticides content in tomato (*Lycopersicon esculatum*) have been separated on ODS C18 column (Shimpack CIC ODS, 150 x 4,6 mm) using acetonitrile/water (60:40, v/v) as an eluent. The chromatograms have been detected using high performance liquid chromatography at 268 nm. Multiresidue pesticides i.e., prophenofos, β-siflutrine dan permetrine had been well separated in 16 min.

Keywords : Tomat, pestisida, kromatografi cair kinerja tinggi

Pendahuluan

Buah-buahan dan sayuran yang segar dibutuhkan oleh manusia karena mengandung senyawa dan mineral yang dibutuhkan untuk proses metabolisme tubuh. Dalam proses budidaya dan pemeliharaannya, banyak negara masih menggunakan pestisida baik untuk membasmi hama penyakit tanaman. Namun demikian jika penggunaan pestisida tidak dilakukan secara benar, akan dapat menimbulkan efek samping bagi kesehatan manusia, sumber daya hayati dan lingkungan (Sudarmo, 1999).

Tomat (*Lycopersicon esculatum*) merupakan salah satu jenis sayuran yang umum dikonsumsi oleh masyarakat, karena kandungan vitamin C yang cukup tinggi dan harganya yang relatif murah (William, 1993). Untuk membasmi hama sayuran tomat, para petani banyak yang menggunakan pestisida jenis curacron 500-EC, ambush 2-EC, buldok 25-EC, decis 25-EC, confidor dan repcord 5-EC, dimana masing masing komponen aktifnya adalah profenofos, permetrin, β-siflutrin, deltametrin, imidakloprid dan sipermetrin. Campuran pestisida dari golongan organofosfat dan organokarbamat tersebut dapat ditentukan secara serentak dengan metoda gabungan antara ekstraksi fasa padat (SPE) dan kromatografi cair kinerja tinggi (HPLC) (Cabras *et al.*, 1992). Dengan metoda yang sama fenitrotion dari golongan organofosfat dan permetrin dari golongan piretorid dapat dipisahkan (Jimina, *et al.*, 1996). Selain itu gabungan antara metoda pemisahan ekstraksi cair-cair dan HPLC juga telah digunakan untuk penentuan residu pestida dalam sampel air (Marty, *et al.*, 1995).

Corresponding author : Telp. 62-751-71681, Fax: 62-751-73118
E-mail : emunaf@padang.wasantara.net.id

Penelitian ini bertujuan untuk menentukan kandungan residu pestisida dalam tomat secara kromatografi cair kinerja tinggi.

Metode Penelitian

Zat dan alat yang digunakan

Zat kimia yang digunakan dalam penelitian ini diperoleh dari Merck (Darmstadt, Jerman) kecuali jika disebutkan lain. Asetonitril, aseton, diklorometane, petroleum eter mempunyai tingkat kemurnian yang tinggi (pa). Sedangkan standar pestisida yang digunakan diperoleh dari pasaran, yaitu profenofos (curacron 500-EC, Novartis), permetrin (ambush 2-EC, Zeneca) dan β-siflutrin (buldok 25-EC, Bayer).

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah HPLC 10AV (Shimadzu, Kyoto, Japan) yang terdiri dari 1 unit pompa (LC-10 AV VP, Shimadzu), detektor UV-VIS (SPD-10AV VP), loop injektor (Rheodyne 20 µL), kolom C18 (Shimpack CIC ODS, 150 x 4,6 mm) dan rekorder (Llyod graphic 1000). Untuk penentuan lamda kompromis digunakan spektrofotometer UV-VIS S1000 Secoman.

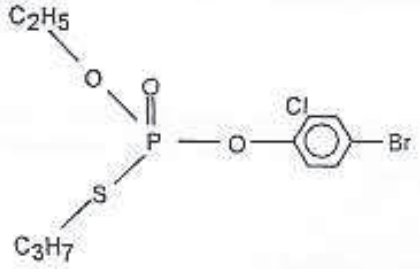
Persiapan larutan sampel

Sampel yang telah dicincang halus ditimbang sebanyak 20 g dan dimasukkan ke dalam blender. Kemudian ditambahkan 30 mL diklorometana dan 30 mL petroleum eter dan dilumatkan lagi selama 60 detik. Bubur tomat disentrifus selama 3 menit pada kecepatan 3000 rpm, untuk pemisahan lapisan air dan pelarut.

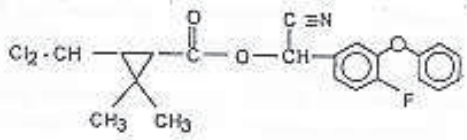
Larutan yang dihasilkan dipindahkan kedalam evaporator dan dipisahkan pelarutnya pada suhu 65 °C. Sisa pelarut dibiarkan menguap pada suhu kamar dan hasil penguapan dilarutkan dengan 10 mL asetonitril dan disentrifus selama 5 menit, kemudian diambil larutan jernih dari sampel untuk diinjeksikan kedalam sistim HPLC.

Hasil dan Diskusi

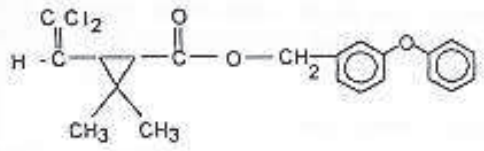
Pengukuran panjang gelombang serapan maksimum dari komponen aktif pestisida (profenofos, β-siflutrin dan permetrin) dilakukan dengan spektrofotometer UV. λ_{maks} untuk profenofos (Gbr. 1a), β-siflutrin (Gbr. 1b) dan permetrin (Gbr.1c) masing-masingnya adalah 277,8; 283,5 dan 267,6 nm, sedangkan λ kompromis dari ketiga komponen aktif tersebut adalah 268 nm



Gambar 1 a. Struktur profenofos (o-(4 bromo-2 klorofenil)o-etil, s-propil fosforotionat.



Gambar 1b. Struktur β-siflutrin (siano(4-fluoro-3-fenoksi fenil)-3-(2,2-dikloroetenil)-2,2-dimetil siklo-propana karboksilat)

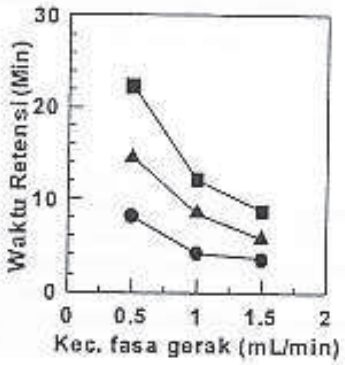


Gambar 1c. Struktur permetrin (m-fenoksi benzil (1R, 1S)-cis, trans-3-(2,2 diklorovinil)-2,2 dimetil siklo propena karboksilat)

Optimasi fasa gerak

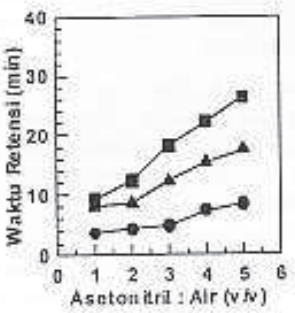
Kecepatan alir dari fasa gerak berpengaruh pada waktu retensi dari komponen yang dipisahkan. Pada penelitian ini fasa gerak yang digunakan adalah campuran asetonitril dan air dengan perbandingan 6 : 4. Pemisahan dilakukan dengan memvariasikan kecepatan alir masing-masing 0,5; 1,0 dan 1,5 mL/min. Hasilnya dapat dilihat pada Gambar 2. Dari hasil terlihat bahwa pada kecepatan aliran 1,0 mL/min, ketiga komponen aktif pestisida yaitu profenofos, β-siflutrin dan permetrin terpisah dengan baik dengan waktu retensi masing-masingnya 4,14; 8,42 dan 12,14 menit.

Waktu retensi setiap komponen aktif pestisida sangat ditentukan oleh komposisi dan kecepatan alir dari fasa gerak. Hal ini dapat dilihat dari hasil pada Gambar 2.



Gambar 2. Pengaruh kecepatan alir terhadap waktu retensi senyawa multi residu pestisida.
Fasa gerak : Asetonitril:air (60:40 v/v), Kolom : kolom C18 (Shimpack CIC ODS, 150 x 4,6 mm), volume injeksi : 20 µL, Detektor : UV (SPD-10AV VP), panjang gelombang : 268 nm. • = profenofos, ▲ = β-siflutrin dan ■ = permetrin

Komposisi fasa gerak asetonitril dan air juga menentukan waktu retensi dari komponen yang dianalisis. Jika perbandingan asetonitril dan air 7:3 (v/v), profenofos akan terpisah dengan baik, sementara β-siflutrin dan permetrin tidak terpisah dengan baik. Dari hasil penelitian seperti dapat dilihat pada Gambar 3, maka perbandingan antara asetonitril dan air 6:4 (v/v) diambil sebagai perbandingan fasa gerak yang optimum untuk pemisahan ketiga residu pestisida yang dianalisis.



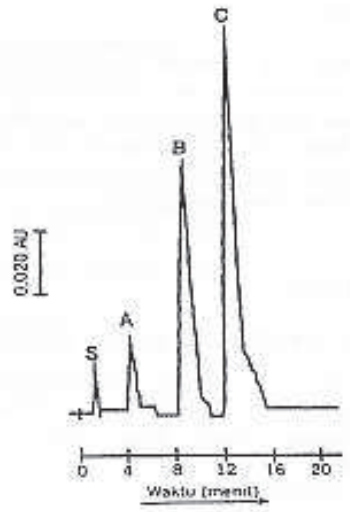
Gambar 3. Pengaruh perbandingan campuran fasa gerak asetonitril : air terhadap waktu retensi residu pestisida. Kondisi percobaan dan simbol seperti pada pada Gambar 2. Asetonitril : air (v/v); 1 = 7:3, 2 = 6:4, 3 = 5:5, 4 = 4:6 dan 5 = 3:7.

Kurva kalibrasi linear

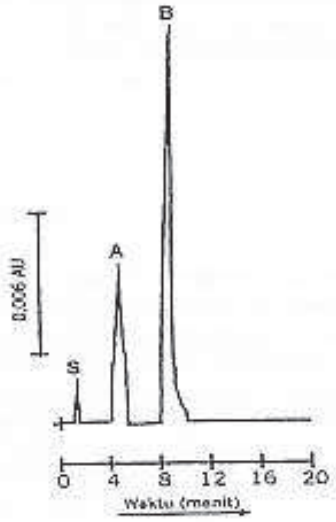
Pada Gambar 4 dapat dilihat hasil pemisahan profenofos, β-siflutrin dan permetrin dalam kolom ODS dengan menggunakan fasa gerak campuran asetonitril dan air dengan perbandingan 6:4 (v/v). Analit dapat dipisahkan secara komplit dalam waktu 16 menit. Kelinearan signal diuji dengan menggunakan kondisi pada Gambar 4. Ketiga residu pestisida yang diuji linear hingga konsentrasi 10 mg/kg, dengan persamaan regresi linear untuk profenofos yaitu : $Y = 2{,}1 \times 10^{-3}$ [profenofos, mg/kg) – $2{,}33 \times 10^{-4}$. Regresi linear untuk β-siflutrin adalah $Y = 7{,}48 \times 10^{-3}$ [β-siflutrin, mg/kg] – $2{,}38 \times 10^{-4}$, sedangkan regresi linear untuk permetrin adalah $Y = 11{,}98 \times 10^{-3}$ [permentrin, mg/kg] – $2{,}38 \times 10^{-4}$. Sedangkan batas deteksi dari masing-masing analit yang dihitung dari pendekatan kalibrasi linear adalah 1,04; 0,82 dan 0,44 mg/L masing-masing untuk profenofos, β-siflutrin dan permetrin.

Aplikasi untuk analisis residu pestisida dalam sampel tomat

Dengan menggunakan metoda yang diusulkan, kandungan residu pestisida yaitu profenofos, β-siflutrin dan permetrin dalam sampel tomat telah dilakukan dengan menggunakan kondisi yang sama seperti pada Gambar 4. Sampel tomat yang telah diperlakukan diinjeksikan sebanyak 20 µL dan dilewatkan dalam kolom ODS (C18 (Shimpack CIC ODS, 150 x 4,6 mm). Hasil pengukuran kromatogram dapat dilihat pada Gambar 5. Dari 6 kali pengukuran sampel tomat didapat kadar profenofos antara 1,14-1,60 mg/kg dan untuk β-siflutrin antara 0,97-1,15 mg/Kg. Sedangkan permetrin tidak terdeteksi.



Gambar 4. Kromatogram pemisahan profenofos, β-siflutrin dan permetrin menggunakan fasa gerak campuran asetonitril dan air (6:4, v/v).
Kolom : ODS, C18 (Shimpack CIC ODS, 150 x 4,6 mm), kecepatan alir fasa gerak : 1 mL/min, volume injeksi : 20 µL, detektor : UV (SPD-10AV VP), panjang gelombang : 268 nm. S = sistim peak, A = profenos, B = β-siflutrin, C = permetrin.



Gambar 5. Kromatogram kromatografi cair kinerja tinggi untuk pemisahan multiresidu pestisida dalam sampel tomat. Kondisi pengukuran dan simbol seperti pada Gambar 4.

Kesimpulan

Dari penelitian yang dilakukan dapat disimpulkan bahwa metoda kromatografi cair kinerja tinggi dengan menggunakan fasa gerak campuran asetonitril dan air serta fasa diam kolom C18 (shimpack CIC ODS, 150 x 4,6 mm), dapat digunakan untuk mendetaksi kandungan residu pestisida dalam sampel sayuran.

Daftar Pustaka

Sudarmo, S., 1991, Pestisida, Kanisius, Jogjakarta.

Williams, CN., J.O. Uzo and W.T.H. Peregine, 1993, Produsi sayuran didaerah tropika, Terjemahan S, Ronoprawiro, Gajah Mada University Press, Jogjakarta.

Cabras, P., T. Carlo, M. Melis and G.M. Martini, 1992, Multiresidue method for pesticide determination in wine by high performace liquid chromatography, *J. Agric. Food Chem.*, 40, 817-819.

Jimina, G.J.A., G.P. Jose and M.C.P. Jose, 1996, Determination of active components in insecticide formulation by liquid chromatography and resolution of overlapped peaks by multivariate analysis and derivative spectrometry, *Anal. Chim. Acta*, 312, 274-275.

Marty, J.L., N. Mionetto, S. Lacorte and D. Barcelo, 1995, Validation of an enzymatic biosensor with various liquid chromatographyc techniques for determininig organophosphorous pesticides and carbaryl in freezedried waters, *Anal. Chim. Acta*, 331, 265-267.