

**VALIDASI METODE ANALISIS MULTIRESIDU PESTISIDA
ORGANOKLORINDALAM DAGING SAPI DENGAN
EKTRAKSI QuEChERS MENGGUNAKAN
KROMATOGRAFI GAS-DETEKTOR PENANGKAP ELEKTRON**

Skripsi

Oleh

AULIA YULANDA



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2019**

ABSTRAK

VALIDASI METODE ANALISIS MULTIRESIDU PESTISIDA ORGANOKLORIN DALAM DAGING SAPI DENGAN EKTRAKSI QuEChERS MENGGUNAKAN KROMATOGRAFI GAS-DETEKTOR PENANGKAP ELEKTRON

Oleh

Aulia Yulanda

Validasi metode analisis multiresidu pestisida organoklorin pada daging sapi telah dilakukan dengan teknik ekstraksi QuEChERS (*Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged, and Safe*) menggunakan alat kromatografi gas-detektor penangkap elektron (GC-ECD). Penelitian ini bertujuan untuk menjaga keamanan daging sapi dan memberikan hasil yang valid pada setiap analisis multiresidu pestisida organoklorin. Parameter validasi metode analisis yang dilakukan dalam penelitian ini mencakup linearitas, akurasi, presisi (*repeatability* dan *reproducibility*), LoD, LoQ, dan *ruggedness*. Hasil penelitian menunjukkan nilai yang baik pada lindan, heptaklor, dan aldrin secara berturut-turut memberikan nilai koefisien determinasi (R^2) sebesar 0,9957; 0,9964; dan 0,9972, nilai LoD sebesar 0,03 $\mu\text{g/L}$, 0,03 $\mu\text{g/L}$, dan 0,01 $\mu\text{g/L}$, nilai LoQ sebesar 0,09 $\mu\text{g/L}$, 0,09 $\mu\text{g/L}$, dan 0,05 $\mu\text{g/L}$, nilai $\%RSD < \frac{1}{2} CV$ Horwitz untuk *repeatability* dan nilai $\%RSD < \frac{2}{3} CV$ Horwitz yang berarti telah memenuhi syarat keberterimaan presisi, rentang akurasi dari analisa pada lindan 95,44-115,34%, heptaklor 80,20-101,37%, dan aldrin 66,76-78,29%, dan uji *ruggedness* memenuhi syarat yaitu nilai $T_{hitung} > T_{tabel}$, sehingga metode ini dapat dikatakan sebagai metode yang valid dan dapat digunakan secara rutin di laboratorium.

Kata Kunci: validasi, residu pestisida organoklorin, metode ekstraksi QuEChERS, GC-ECD.

ABSTRACT

VALIDATION OF ANALYSIS MULTI-RESIDUE ORGANOCHLORINE PESTICIDES METHOD IN MEAT WITH QuEChERS EXTRACTION USING GAS CHROMATOGRAPHY-ELECTRON CAPTURE DETECTOR

By

Aulia Yulanda

Validation of multiresidual analysis method of organochlorine pesticide in meat have been by QuEChERS (Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged, and Safe) technique extraction used Chromatography Gas-Electron Capture Detector (GC-ECD). This research objective are to keep meat safety and also give valid result for every multiresidual organochlorine pesticide. The validation parameter analysis method that used in this research are linearity, accuration, precision (repeatability and reproducibility), LoD, LoQ, and ruggedness. Results shown good value to lindan, heptaklor, and aldrin in determination coefficient value (R^2) are 0.9957; 0.9964; and 0.9972. LoD value are 0.03 $\mu\text{g/L}$, 0.03 $\mu\text{g/L}$, and 0.01 $\mu\text{g/L}$. The value of LoQ are 0.09 $\mu\text{g/L}$, 0.09 $\mu\text{g/L}$, and 0.05 $\mu\text{g/L}$. Value of %RSD \square $\frac{1}{2}$ CV Horwitz for repeatability and value %RSD $\leq \frac{2}{3}$ CV Horwitz which mean the value is already fulfill the requirement to accepted in precision category. Accuration range from the analysis of lindan 95.44 – 115.34%, heptachlor 80.20-101.37%, and aldrin 66.76-78.29%, and the ruggedness test already fulfill the requirement that $T_{\text{result}} > T_{\text{table}}$. It can be concluded that this method already valid and can be used continuously in laboratory.

Keywords : validation, residue of organochlorine pesticide, QuEChERS extraction method, GC-ECD.

**VALIDASI METODE ANALISIS MULTIRESIDU PESTISIDA
ORGANOKLORINDALAM DAGING SAPI DENGAN
EKTRAKSI QuEChERS MENGGUNAKAN
KROMATOGRAFI GAS-DETEKTOR PENANGKAP ELEKTRON**

Oleh

AULIA YULANDA

Skripsi

Sebagai salah satu syarat untuk Mencapai Gelar
SARJANA SAINS

Pada

JURUSAN KIMIA
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2019**

Judul Skripsi

: **VALIDASI METODE ANALISIS MULTIRESIDU
PESTISIDA ORGANOKLORINDALAM DAGING
SAPI DENGAN EKTRAKSI QuEChERS
MENGUNAKAN KROMATOGRAFI GAS-
DETEKTOR PENANGKAP ELEKTRON**

Nama

: **Aulia Yulanda**

NPM

: **1517011116**

Jurusan

: **Kimia**

Fakultas

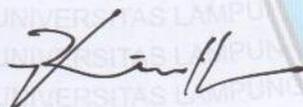
: **Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**

MENYETUJUI

1. Komisi Pembimbing

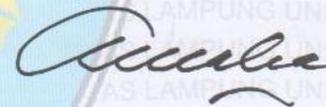
Pembimbing I

Pembimbing II



Rinawati, Ph.D.

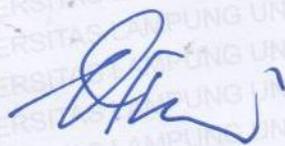
NIP. 19710414 200003 2 001



Fitri Amalia, S.Si., M.Si.

NIP. 19740228 200003 2 001

**2. Ketua Jurusan Kimia
FMIPA Universitas Lampung**



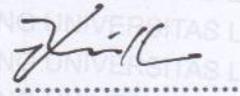
Dr. Eng. Supto Dwi Yuwono, M.T.

NIP. 197407052000031001

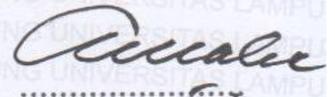
MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

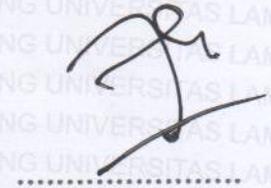
Ketua : Rinawati, Ph.D.



Sekretaris : Fitri Amalia, S.Si., M.Si.



**Penguji
Bukan Pembimbing : Andi Setiawan, Ph.D.**



2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



Drs. Suratman, M.Sc.
NIP. 196406041990031002

Tanggal Lulus Ujian Skripsi : 15 Agustus 2019

**SURAT PERNYATAAN
KEASLIAN SKRIPSI**

Yang bertanda tangan dibawah ini :

Nama : Aulia Yulanda
NPM : 1517011116
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Perguruan Tinggi : Universitas Lampung

Menyatakan dengan sebenar-benarnya dan sesungguhnya, bahwa skripsi saya berjudul **“Validasi Metode Analisis Multiresidu Pestisida Organklorin dalam Daging Sapi dengan Ekstraksi QuEChERS menggunakan Kromatografi Gas – Detektor Penangkap Elektron”** adalah benar karya saya sendiri, baik gagasan, metode, hasil, dan analisisnya. Selanjutnya, saya juga tidak keberatan jika sebagian atau seluruh data di dalam skripsi tersebut digunakan oleh dosen atau program studi untuk kepentingan publikasi, sepanjang nama saya disebutkan dan terdapat kesepakatan sebelum dilakukan publikasi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sadar dan sebenar-benarnya untuk dipergunakan sebagaimana mestinya.

Bandar Lampung, 15 Agustus 2019

Yang Menyatakan,



(Aulia Yulanda)

NPM. 1517011116

RIWAYAT HIDUP

Penulis bernama lengkap Aulia Yulanda, lahir di Jakarta pada tanggal 11 Juli 1997. Penulis merupakan anak pertama dari pasangan Bapak Erwin Yusuf Ekaputra dan Ibu Chandra Fortuna Octavia. Penulis saat ini tinggal di Bogor, Jawa Barat. Penulis menyelesaikan pendidikan mulai dari Taman Kanak-Kanak Negeri Cipete, Jakarta tahun 2002. SD Negeri 1 Gunung Sindur lulus pada tahun 2009. SMP Negeri 1 Gunung Sindur lulus pada tahun 2012. SMA Negeri 3 Kota Tangerang Selatan lulus pada tahun 2015. Penulis saat duduk di SMA menghasilkan karya tulis mengenai *Plastic Biodegradable* dari air cucian beras yang berhasil memenangkan Juara I Lomba Karya Tulis Ilmiah Nasional, sehingga penulis tertarik melanjutkan pendidikan di Jurusan Kimia. Tahun 2015 hingga penulisan skripsi ini, penulis berhasil melanjutkan pendidikan di Jurusan S1 Kimia FMIPA Universitas Lampung melalui jalur SBMPTN.

Penulis selama menempuh pendidikan di Universitas Lampung aktif dalam kegiatan organisasi. Organisasi yang diikuti penulis yaitu Himpunan Mahasiswa Kimia (Himaki) FMIPA Unila sebagai anggota bidang Sains dan Penalaran Ilmu Kimia (SPIK) pada periode 2015/2016. Magang di BEM FMIPA Unila pada Departemen Kominfo tahun 2015. Unit Kegiatan Mahasiswa Penelitian (UKM-P) Universitas Lampung sebagai anggota muda tahun 2015, sebagai Ketua

Departemen Hubungan Luar dan Pengabdian Masyarakat (HLPM) tahun 2017, dan sebagai Sekertaris Umum tahun 2018, serta aktif pada organisasi eksternal Universitas Lampung yaitu pada Himpunan Mahasiswa Banten (HMB) sebagai Wakil Ketua Departemen Pengembangan Sumber Daya Mahasiswa(PSDM) tahun 2017.

Aktif dalam beberapa organisasi tidak membuat penulis lalai dalam bidang akademik. Penulis berhasil meraih prestasi saat menempuh pendidikan di Universitas Lampung yaitu Juara II Lomba Karya Tulis Ilmiah Nasional di Universitas Lampung tahun 2016, Juara II Lomba Karya Tulis Ilmiah Nasional di Universitas Riau tahun 2017, peraih beasiswa Pendukung Prestasi Akademik (PPA) Tahun 2017 dan 2018, serta peraih *Scholarship Speaking Course* di *Just Speak* tahun 2018. Penulis juga menjadi delegasi Universitas Lampung dalam kegiatan KKN Kebangsaan tahun 2018.

Penulis selama menjalankan perkuliahan pernah menjadi Asisten Praktikum Kimia Dasar I tahun 2018, menjalankan Praktek Kerja Lapangan (PKL) di Balai Penelitian Mutu Produk dan Sertifikasi Hewan (BPMSPH) pada tahun 2018 dan melanjutkan penelitian di BPMSPH tahun 2019 sampai terselesainya penulisan skripsi ini.

Dedicated to :

My Wonderful parents who have raised me to the person

I am today

My Superhero Opa, Alm. Tatang Yusuf bin Masli Abdullah Yoesoef, thank you
for your bless and support me. May Allah always blessing you in heaven.

My big family.

SANWACANA

Bismillahirrahmanirrahim.

Segala puji dan syukur kehadirat Allah Yang Maha Penyayang, Pengasih dan Maha Pemberi Pertolongan terimakasih atas segala rahmat, karunia dan kasih sayang-Nya. *Shalawat* serta salam tak lupa senantiasa turunkan kepada Nabi Muhammad *Shalallahu 'alaihi wasallam* yang telah menjadi suri tauladan terbaik hingga akhir zaman. *Alhamdulillah* atas kehendak, izin, dan pertolongan Allah *Subhanahu wata'ala* penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “***Validasi Metode Analisis Multiresidu Pestisida Organoklorin dalam Daging Sapi dengan Ekstraksi QuEChERS menggunakan Kromatografi Gas-Detektor Penangkap Elektron***” sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains pada program studi Kimia FMIPA Universitas Lampung.

Penulis menyadari bahwa penulisan skripsi ini tidak lepas dari bantuan, bimbingan, saran, dan kritik yang telah diberikan semua pihak. Maka dengan ini penulis mengucapkan terimakasih kepada :

1. Ayah dan Bunda *asmy best support system!* yang selalu bekerja keras sampai mengorbankan kesehatan bahkan nyawa, yang tak pernah henti menasehati, dan mendo'akan. Semoga Ayah dan Bunda selalu dalam kasih sayang dan lindungan Allah *Subhanahu wata'ala*.

2. Kedua Adikku, Bumi Aryoseno Yusuf dan Cahaya Setya Ramadhanti Yusuf yang telah membantu, menghibur, dan mengingatkan untuk mengerjakan skripsi;
3. Bapak Dr. Eng Suropto Dwi Yuwono, M.T. selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam yang telah menyetujui skripsi ini;
4. Drh. Hasan Abdullah Sanyata, selaku kepala Balai Pengujian Mutu Produk dan Sertifikasi Produk Hewan (BPMSPH) yang telah mengizinkan dan memfasilitasi penulis dalam melakukan penelitian dan penyusunan skripsi;
5. Ibu Rinawati, Ph.D., selaku pembimbing 1 yang telah sabar membimbing, memberikan motivasi, kritik, dan saran kepada penulis sehingga dapat menyelesaikan skripsi ini.
6. Ibu Fitri Amalia S.Si, M.Si., selaku pembimbing 2 yang dengan sabar membimbing, memberi perhatian, dan membagi ilmu serta membantu penulis menyelesaikan skripsi ini;
7. Bapak Andi Setiawan, Ph.D., selaku pembahas yang telah memberikan motivasi, kritik, dan saran kepada penulis sehingga dapat menyelesaikan skripsi ini;
8. Bapak Mulyono, Ph.D., selaku Sekretaris Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam yang telah berkenan menyempatkan waktunya untuk hadir dalam sidang penelitian mewakili pembimbing 2. Semoga Allah *Subhanahu wata'ala* membalas kebaikan Bapak.
9. Ibu Dr. Mita Rilyanti, M.Si, selaku pembimbing akademik yang selalu memberikan motivasi, arahan, masukan, serta usahanya sehingga penulis dapat menjalankan perkuliahan dengan lancar dan berprestasi;

10. Bapak drh. Armin Riandi selaku Kepala seksi pelayanan teknis yang telah menyambut dan mengizinkan penulis untuk melakukan PKL dan skripsi di laboratorium Balai Pengujian dan Mutu Produk Hewan (BPMSPH);
11. Ibu drh. Fevi Yani, Ibu drh. Woro Dyah P, Ibu Ny. R. Elok Kania M.Si, Ibu Sani Susanti, S.Si., Bapak Komarudin, dan Bapak Abdul Rohmat yang telah membimbing serta membantu penulis dalam proses penelitian;
12. Seluruh staf pengajar dan karyawan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam atas ilmu, waktu, bimbingan, serta pelayanan yang telah diberikan dalam proses perkuliahan.
13. Seluruh pegawai dan staf Balai Pengujian Produk dan Sertifikasi Produk Hewan (BPMSPH) yang sangat ramah dan baik hati;
14. Pandhu Wibowo, *partner in crime* yang selalu *support*, memfasilitasi, dan mendoakan.
Thanks a lot bee!;
15. Annisa Tri Agustin, Intan Tsamrotul Fu'adah, Alifa Dyah Savira, dan sahabat-sahabat CCA teman belajar yang selalu membantu, mengingatkan dan mendukung penulis selama menyelesaikan program S1 di Jurusan Kimia FMIPA Unila, tanpa bantuan kalian aku tak bisa apa-apa. *See you on top guys!!*;
16. Nada Zeitalini Arani, Mentari Yunika Sari, dan Inike Aprilia Liong perempuan-perempuan dambaan surga semoga kelak nanti kita dipertemukan kembali dalam satu atap di Surga-Nya Allah. Aamiin.
17. Siwi Meutia Sadewi, CEO Lampung Berbagi yang telah memberikan banyak pelajaran kehidupan, mengajarkan cinta kasih terhadap sesama, dan selalu memberikan segala dukungan selama perkuliahan kepada penulis. *Jazakallah Khairan Katsiran*. Semoga

Lampung Berbagi dapat terus berkembang dan menjadi ladang pahala jariyah untuk kita semua.

18. Keluarga Besar UKM Penelitian yang bersedia untuk menjadi konsultan, memberikan kritik, dan saran tentang tata penulisan ilmiah serta telah memberikan rasa kekeluargaan serta pelajaran berharga selama penyelesaian program pendidikan S1 Kimia;
19. Keluarga Besar Himpunan Mahasiswa Banten teman seperjuangan dan seperantauan yang selalu menghibur dikala rindu kampung halaman di tanah perantauan.
20. Rekan-rekan kimia angkatan 2015 yang telah membuktikan jargonnya “**Solidaritas Tanpa Batas!**”, semoga tetap menjaga kesolidaritan dan silaturahmi meskipun terbatas oleh jarak dan waktu.

Penulis menyadari bahwa penulisan skripsi ini tak luput dari kekeliruan dan jauh dari kata sempurna, namun penulis berharap tulisan ini dapat bermanfaat untuk pembaca dan masyarakat. Semoga seluruh perhatian, bimbingan, kebaikan, dan keikhlasan yang diberikan dibalas oleh Allah *Subhanahu wata'ala*. Terimakasih.

Bandar Lampung, 15 Agustus 2019

Penulis,

Aulia Yulanda

DAFTAR ISI

DAFTAR ISI	i
DAFTAR TABEL	iii
DAFTAR GAMBAR.....	iv
DAFTAR LAMPIRAN	v
I. PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang	1
B. Tujuan Penelitian.....	4
C. Manfaat Penelitian.....	5
II. TINJAUAN PUSTAKA	6
A. Pestisida.....	6
B. Metode QuEChERS	10
C. Kromatografi Gas	13
D. Daging Sapi	17
E. Validasi Metode	20
III. METODE PENELITIAN	25
A. Waktu dan Tempat Penelitian	25
B. Alat dan Bahan	25
C. Prosedur Penelitian.....	26
1. Pengambilan Sampel	26
2. Preparasi Sampel	26
3. Ekstraksi Sampel	26
4. Kondisi Alat Kromatografi Gas.....	29
D. Validasi Metode dan Analisis Data	30
1. Uji Linearitas	30
2. Uji Akurasi (bias)	30

3. Uji Presisi	31
4. Uji Batas Deteksi (LoD).....	32
5. Batas Kuantitasi (LoQ).....	32
6. Uji Ketangguhan Metode (<i>Ruggedness</i>).....	33
IV. HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN.....	34
A. Pengambilan Sampel Daging Sapi	34
B. Ekstraksi Daging Sapi	35
C. Validasi Metode.....	38
1. Linearitas	38
2. Akurasi	41
3. Presisi	43
4. LoD.....	45
5. LoQ	46
6. Uji Ketangguhan Metode (<i>Ruggedness</i>).....	46
V. SIMPULAN DAN SARAN	48
A. Simpulan.....	48
B. Saran.....	49
DAFTAR PUSTAKA.....	50
LAMPIRAN	56

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Fungsi dan Struktur Pestisida Organoklorin.....	8
2. Nilai Ambang dan Nilai ADI Beberapa Jenis Pestisida Golongan Organoklorin yang Aman dikonsumsi Manusia.....	9
3. Komposisi Daging Sapi Tiap 100 gram Bahan.....	19
4. Data Hasil Uji Linearitas.....	39
5. Data Analisis Akurasi	42
6. Data Hasil Uji <i>Repeatability</i>	43
8. Data Hasil Uji <i>Reproducibility</i> (12 Data).....	44
9. Data Hasil Analisis LoD.....	45
10. Data Hasil Analisis LoQ.....	46
11. Data Analisis Uji Ketangguhan Metode (<i>Ruggedness</i>).....	47

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Komponen-Komponen Kromatografi Gas.....	14
2. Diagram Alir Ekstraksi Sampel Daging Sapi.....	28
3. Lokasi Pengambilan Sampel Daging Sapi.....	34
4. Kurva Regresi Linear Lindan.....	40
5. Kurva Regresi Linear Heptaklor.....	40
6. Kurva Regresi Linear Aldrin.....	40

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Perhitungan Pembuatan Larutan Standar Pestisida Organoklorin.....	57
2. Perhitungan Pengenceran Larutan Standar Pestisida Organoklorin....	58
3. Pembuatan Larutan Deret Standar Organoklorin.....	60
4. Data perhitungan Uji Presisi.....	64
5. Perhitungan Uji Akurasi.....	66
6. Data perhitungan Uji LoD dan LoQ.....	71
7. Perhitungan Uji Ketangguhan Metode (<i>Ruggedness</i>).....	72

I. PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Pestisida organoklorin menjadi salah satu jenis pestisida yang efektif dan efisien untuk mengendalikan, mencegah, dan memberantas hama sehingga dapat meningkatkan produksi pada sektor pertanian dalam waktu singkat (Murphy, *et al.*, 2002). Lindan, DDT, aldrin, dieldrin, heptaklorin, endrin, dan endosulfan merupakan beberapa contoh pestisida organoklorin yang umum digunakan masyarakat (Direktorat Pupuk dan Pestisida, 2016). Akan tetapi, pestisida organoklorin memiliki kelarutan yang sangat tinggi dalam lemak, kemampuan degradasi yang rendah, beracun, serta termasuk dalam kategori *Persisten Organic Pollutants* (POPs) yang berarti dapat bertahan selama bertahun-tahun dan mengalami akumulasi (residu) (Rusdita, dkk., 2016; Timothy dan Brian, 2004).

Penelitian Cahyaningrum, dkk. (2018) membuktikan sifat POPs dan akumulasi pestisida organoklorin dengan menemukan adanya residu pestisida pp-DDE ($>0,01 \mu\text{g/mL}$) dan dieldrin ($<0,01 \mu\text{g/mL}$) dalam ASI (Air Susu Ibu). Penelitian Indiraningsih dan Yulvian (2006) menyatakan bahwa pestisida organoklorin dapat masuk ke dalam tubuh manusia salah satunya melalui daging sapi. Hal ini mungkin terjadi karena terkontaminasi residu pestisida organoklorin pada pakan

jadi (13,8 ppb) dan hijauan (35,5 ppb). Kontaminasi pakan tidak hanya disebabkan oleh penyemprotan tetapi dapat juga disebabkan oleh penggunaan pestisida dimasa lalu yang tidak sesuai dengan aturan sehingga meningkatkan konsentrasi bahan aktif sebesar 0,4-0,5% kemudian organoklorin akan mengalami akumulasi, resisten, dan sulit terurai dalam tanah yang menyebabkan cemaran residu pestisida berikutnya pada tumbuhan yang tumbuh di area kontaminasi (Kuspartoyo, 1991).

Dampak negatif dari cemaran residu pestisida organoklorin pada daging sapi yaitu dapat membahayakan kesehatan manusia. Pestisida organoklorin tercatat sebagai penyebab dari 20.000 kasus meninggal dunia setiap tahunnya dan 5.000-10.000 pekerja mengalami dampak lainnya seperti penurunan daya tahan tubuh, fungsi hati, paru-paru serta organ reproduksi, gangguan sistem endokrin, penurunan perkembangan mental dan motorik, gangguan sistem syaraf, dan kanker (Ohorella,dkk., 2014), sehinggapengawasan pada mutu daging sapi perlu dilakukan. Pengawasan bertujuan untuk menciptakan daging sapi yang ASUH (Aman, Sehat, Utuh, dan Halal) serta berdaya saing agar tidak menghambat proses perdagangan sesuai dengan Undang-Undang Republik Indonesia (UU RI) Nomor 18 tahun 2012tentang Pangan yang menyatakan bahwa keamanan pangan adalah kondisi dan upaya yang diperlukan untuk mencegah pangan dari kemungkinan cemaran biologis, kimia, dan benda lain yang dapat mengganggu, merugikan, dan membahayakan kesehatan manusia serta tidak bertentangan dengan agama, keyakinan, dan budaya masyarakat sehingga aman untuk dikonsumsi.

Lembaga pemerintah yang berwenang dan bertugas melaksanakan pemeriksaan, pengujian, dan sertifikasi keamanan, serta mutu produk hewan adalah Balai Pengujian Mutu dan Sertifikasi Produk Hewan (BPMSPH). Sertifikasi produk hewan diperlukan untuk menjamin kualitas dan kemurnian dari daging sapi yang akan dikonsumsi. BPMSPH dalam mewujudkan daging sapi yang ASUH dikembangkanlah lingkup pengujian residu pestisida dalam produk hewan khususnya daging sapi. Pengujian dapat dilakukan dengan metode QuEChERS (*Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged, and Safe*) yaitu teknik ekstraksi yang sesuai untuk preparasi sampel residu pestisida. Keunggulan dalam teknik ini berupa kemudahan dan kecepatan pada proses ekstraksi dengan sedikit tahapan analisis dan efektif pada proses *clean-up* (Zhang, *et al.*, 2015; Biziuk dan Stocka, 2015). Metode ini juga sesuai dengan isu “*green analytical chemistry*” karena tidak memerlukan banyak pelarut organik dan dapat digunakan untuk semua jenis pestisida yang lazim digunakan dalam pertanian sehingga telah terbukti lebih optimal, efektif, efisien, mudah dilakukan serta ramah lingkungan (Anastassiades, *et al.*, 2003). Hasil ekstraksi kemudian dianalisa dengan menggunakan kromatografi.

Kromatografi adalah suatu metode pemisahan campuran yang didasarkan pada perbedaan distribusi dari komponen-komponen campuran diantara dua fase yaitu fase diam dan fase gerak. Kromatografi berdasarkan fase geraknya dibedakan menjadi dua golongan besar yaitu kromatografi cair (*High Performance Liquid Chromatography* atau HPLC) dan kromatografi gas (Mc Nair dan Miller, 1998). Analisis residu pestisida menggunakan kromatografi gas lebih efektif

karena pelarut yang digunakan lebih sedikit dan murah dibandingkan HPLC(Skoog,1997).Kromatografi gas yang dilengkapi dengan detektor penangkap elektron (ECD) sangat selektif serta dapat menghasilkan resolusi puncak kromatogram yang baik dan cepat untuk mendeteksi keberadaan residu pestisida organoklorin (Pakvilai, *et al.*, 2015).

Kehandalan dan kebenaran dalam metode analisis pengujian perlu dilakukan apabila telah ditemukan metode yang sesuai untuk analisis multiresidu pestisida organoklorin dalam daging sapi. Metode analisis yang akan digunakan di laboratorium terakreditasi harus melakukan validasi metode terlebih dahulu (KAN, 2005). Oleh karena itu, pada penelitian ini akan dilakukan validasi metode analisis multiresidu pestisida organoklorin dalam daging sapi dengan ekstraksi QuEChERS menggunakan kromatografi gas-detektor penangkap elektron untuk mengkonfirmasi kebenaran dan kehandalan metode melalui pengujian dan pengadaan bukti yang objektif sehingga dapat digunakan secara rutin di laboratorium untuk menjaga keamanan pangan Indonesia.

B. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini yaitu untuk memvalidasi metode analisis multiresidu pestisida organoklorin dalam daging sapi dengan ekstraksi QuEChERS menggunakan kromatografi gas-detektor penangkap elektron.

C. Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah memberikan informasi tentang metode analisis multiresidu pestisida organoklorin dalam daging sapi dengan ekstraksi QuEChERS menggunakan kromatografi gas-detektor penangkap elektron yang valid, cepat, mudah, murah, efektif, efisien, dapat diterapkan secara rutin di laboratorium, dan meningkatkan keamanan pangan Indonesia.

II. TINJAUAN PUSTAKA

A. Pestisida

Pestisida berasal dari kata *pest* yang berarti hama dan *sida* yang berasal dari kata *caedo* berarti pembunuh, secara sederhana dapat diartikan sebagai pembunuh hama (Sudarmo, 1990). Pestisida merupakan racun yang sengaja dibuat oleh manusia untuk membunuh mikroorganisme pengganggu tanaman dan insekta penyebar penyakit (Soemirat, 2003). Pengertian pestisida secara luas yaitu substansi yang digunakan untuk mencegah, menolak, dan memusnahkan hama dalam bentuk hewan, tanaman, dan mikroorganisme pengganggu. Pestisida juga dapat digunakan sebagai zat pengatur pertumbuhan tanaman (Djojoseumarto, 2008).

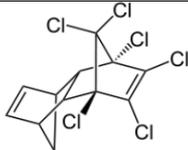
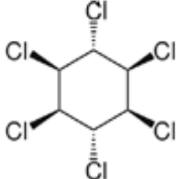
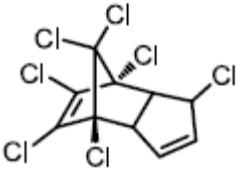
Menurut Peraturan Menteri Pertanian RI No. 107 tahun 2014 tentang Pengawasan Pestisida, yang dimaksud dengan pestisida adalah semua zat kimia dan bahan lain serta jasad renik dan virus yang dipergunakan untuk memberantas atau mencegah hama-hama dan penyakit yang merusak tanaman, bagian-bagian tanaman atau hasil-hasil pertanian, memberantas rerumputan, mematikan daun dan mencegah pertumbuhan yang tidak diinginkan, mengatur atau merangsang pertumbuhan tanaman atau bagian-bagian tanaman tidak termasuk pupuk, memberantas atau

mencegah hama-hama liar pada hewan piaraan dan ternak, memberantas atau mencegah binatang-binatang atau jasad-jasad renik dalam rumah tangga, bangunan dan dalam alat-alat pengangkutan, memberantas atau mencegah hama air, memberantas atau mencegah binatang-binatang yang dapat menyebabkan penyakit pada manusia atau binatang yang perlu dilindungi dengan penggunaan pada tanaman, tanah atau air.

Pestisida berdasarkan struktur kimia dibedakan menjadi golongan organoklorin, fosfat organik, karbamat, fenoksi, glisin, piretroid, dan sebagainya (Direktorat Pupuk dan Pestisida, 2016). Pestisida golongan organoklorin merupakan racun perut dan racun kontak yang efektif untuk membunuh hama mulai dari larva, serangga dewasa, kepompong, dan daging sapinya. Pestisida organoklorin mampu bertahan lama dan termasuk dalam kategori *Persisten Organic Pollutants* (POPs) dalam lingkungan (Murphy, *et al.*, 2002). Sifatnya yang persisten dapat menyebabkan bioakumulasi. Pestisida organoklorin dapat larut dalam lemak sehingga residu pestisida dapat ditemukan dalam lemak tubuh yang dapat mengganggu susunan syaraf dan menyebabkan gangguan kesehatan lainnya (Yuantari, 2011). Penelitian Suryono, dkk., (2015) menyatakan bahwa pestisida organoklorin memiliki sifat tidak larut dalam air dibuktikan dengan adanya residu pestisida DDT pada sedimen (11,21 ppb) dan air laut (2,38 ppb) pada Pesisir Jepara. Air laut wilayah pesisir perairan paling barat Semarang juga ditemukan heptaklor ($0,319 \pm 0,213$), aldrin ($0,227 \pm 0,093$), endosulfan ($0,119 \pm 0,080$), dan pp-DDT ($0,906 \pm 0,005$) ppb (Suryono, dkk., 2016).

Golongan pestisida organoklorin meliputi turunan halobenzen dan analog (DDT), benzena heksaklorida (lindan), toksafen, heptaklor, aldrin, dieldrin, asam 2,4-diklorofenoksiasetat endrin, mirex, tiordan, dan klordekon. Beberapa nama formulasi yang beredar di Indonesia seperti herbisida garlon 480 EC, gramoxon, dan fungisida akofol 50 WP (Ridwan, 2017). Fungsi dan struktur dari pestisida organoklorin yang sering digunakan dapat dilihat pada **Tabel 1**.

Tabel 1. Fungsi dan Struktur Pestisida Organoklorin (Parte, 2017).

Nama Pestisida	Fungsi	Struktur
Aldrin	Pestisida yang dipakai untuk membunuh rayap, belalang, cacing, serta hama serangga lainnya.	
Lindan (<i>Hexachlorocyclohexane</i> -HCH)	Pestisida yang dapat melindungi tanaman dari kutu dan tungau.	
Heptaklorin	Pestisida yang dipakai untuk membunuh serangga tanah, rayap, serangga kapas, belalang, hama tanaman lainnya dan nyamuk penyebab malaria.	

Nilai ambang dan nilai ADI dari beberapa jenis pestisida organoklorin yang aman dikonsumsi oleh manusia dapat dilihat pada **Tabel 2**.

Tabel 2. Nilai Ambang dan Nilai ADI beberapa Jenis Pestisida Golongan Organoklorin yang Aman dikonsumsi Manusia.

Jenis Pestisida	Nilai Maksimum Residu ($\mu\text{g/mL}$)				Nilai ADI
	Daging Sapi	Daging Ayam	Daging sapi	Susu	
Aldrin	0,2	-	0,1	0,15	0,0001
Heptaklor	0,2	0,2	0,05	0,15	0,0005
Lindan	2	0,7	0,1	0,2	0,01

Sumber:FAO/WHO (1985)

*Nilai ADI (*Acceptable Daily Intake*) dalam satuan $\mu\text{g/mL}$ berat badan.

Penggunaan pestisida organoklorin diatas nilai ambang batas dan nilai ADI akan menyebabkan keracunan. Kontaminasi residu pestisida organoklorin dalam tubuh menyebabkan 20.000 kasus meninggal dunia setiap tahunnya dan 5.000-10.000 pekerja mengalami keracunan (Ohorella, dkk., 2014). Tanda-tanda keracunan organoklorin dosis rendah yaitu keracunan pada dosis rendah, pusing-pusing, mual, sakit kepala, tidak dapat berkonsentrasi secara sempurna, sedangkan keracunan dalam dosis yang tinggi dapat ditandai dengan kejang-kejang, muntah, menghambat pernapasan, menyebabkan kanker, alergi, merusak susunan saraf, mengganggu sistem endokrin yang menyebabkan kerusakan pada sistem reproduksi dan janin serta sistem kekebalan (Raini, 2007). Dampak negatif

tersebut mengakibatkan penggunaan pestisida organoklorin dibatasi dan beberapa jenis dilarang melalui perjanjian internasional dalam konvensi Stockholm pada tahun 2001 (WHO, 2018). Indonesia juga telah melarang penggunaan pestisida organoklorin dengan mengeluarkan Keputusan Menteri Pertanian No. 434.1/Kpts/TP. 270/7/2001 tentang syarat dan tata cara pendaftaran pestisida pasal 6 menyatakan bahwa pestisida organoklorin seperti lindan, aldrin, DDT, dieldrin, endosulfan, dan endrin telah ditetapkan sebagai jenis-jenis pestisida yang mengandung bahan aktif yang telah dilarang.

B. Metode QuEChERS

Metode QuEChERS (*Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged, and Safe*). Metode ini merupakan metode ekstraksi yang diperkenalkan untuk menganalisis berbagai macam residu pestisida dalam makanan dengan menghancurkan sampel (buah-buahan, sayuran, daging, dan jenis makanan lainnya) dalam *homogenizer*. Teknik ini memiliki keunggulan kemudahan dan kecepatan karena berupa kit, sesuai untuk isu “*green laboratories*” karena tidak memerlukan banyak pelarut organik dan dapat digunakan untuk semua jenis pestisida yang lazim digunakan dalam pertanian (Primaharinastiti, 2014).

Metode QuEChERS dalam perkembangannya dibedakan menjadi dua metode yaitu AOAC *Official Method* 2007.01 dan *European Comitte Standar Method* EN 15662. Metode QuEChERS EN sering disebut juga sebagai metode asli dari QuEChERS. Perbedaan keduanya terletak pada jenis *buffer* yang digunakan. QuEChERS AOAC menggunakan *buffer* asam asetat sedangkan metode

QuEChERS EN menggunakan *buffer* sitrat. Metode modifikasi dengan menggunakan *buffer* ini diperuntukan untuk menguji ratusan pestisida dalam sampel sayur dan buah. Pemilihan metode QuEChERS harus memperhatikan komoditi yang dianalisis. Metode EN dengan *buffer* sitratnya digunakan pada analisis pestisida yang lebih basa dengan pH 8, sedangkan metode AOAC dengan *buffer* asetatnya lebih efektif pada sampel daging sapi dengan pestisida yang lebih bersifat asam dengan pH 5-6 (Letohay, *et al.*, 2010).

Pelarut yang digunakan dalam metode QuEChERS menggunakan asetonitril karena asetonitril memiliki jangkauan polaritas yang luas bagi residu pestisida dibandingkan dengan pelarut lain seperti aseton dan etil asetat (Mastovska dan Lehotay, 2004). Proses ekstraksi menggunakan garam yang merupakan campuran dari $MgSO_4$ dan $NaCl$ digunakan dalam proses ekstraksi atau pemisahan karena dapat mengikat air dalam jumlah besar, sedangkan $NaCl$ digunakan karena mampu memisahkan air dari sampel tanpa memerlukan pelarut nonpolar.

Analisis organoklorin dalam produk peternakan biasanya dilakukan dengan teknik ekstraksi fase padat atau SPE (Yuningsih dan Sri, 2005). Ekstraksi menggunakan SPE mempunyai beberapa kelemahan, antara lain material pengemas (*packing*) SPE harus seragam untuk mencegah efisiensi yang buruk, komponen padat atau komponen minyak dari sampel dapat menyumbat *catridge* SPE atau menghalangi pori-pori sorben yang dapat menyebabkan *overload* sehingga reproduibilitas sistem menurun, matriks sampel dapat mempengaruhi kemampuan sorben untuk mengekstraksi analit, serta *catridge* SPE hanya dapat digunakan sekali

(*disposable*) sehingga biaya yang digunakan untuk analisis menjadi lebih mahal (Tan dan Chai, 2011). Metode QuEChERS mengatasi permasalahan tersebut dengan menggunakan d-SPE (*dispersive Solid Phase Extraction*) *clean-up* yang mengandung PSA (*Primary Secondary Amine*) yang mampu menghilangkan pengotor dengan efektif menghilangkan banyak senyawa matriks polar, seperti asam organik, sebagian gula, dan asam lemak dari pelarut (Anastassiades *et al.*, 2003).

Keunggulan dari metode QuEChERS dibandingkan dengan metode konvensional, diantaranya sebagai berikut :

- a. Efektif pada proses *clean-up*.
- b. Akurat.
- c. Memiliki nilai *recovery* yang tinggi (>85%).
- d. Analisis sampel dalam jumlah banyak dapat dikerjakan dengan waktu singkat (10 sampel dimungkinkan selesai sekitar 30-40 menit).
- e. Pelarut yang digunakan hanya sedikit sehingga dapat menghasilkan limbah dalam jumlah yang sedikit dan ramah lingkungan.
- f. Preparasi sampel dan proses ekstraksi mudah dilakukan.
- g. Sederhana (sedikit tahapan analisis) dan biaya reagen yang digunakan dalam metode murah.
- h. Hanya sedikit perangkat yang diperlukan untuk persiapan sampel.

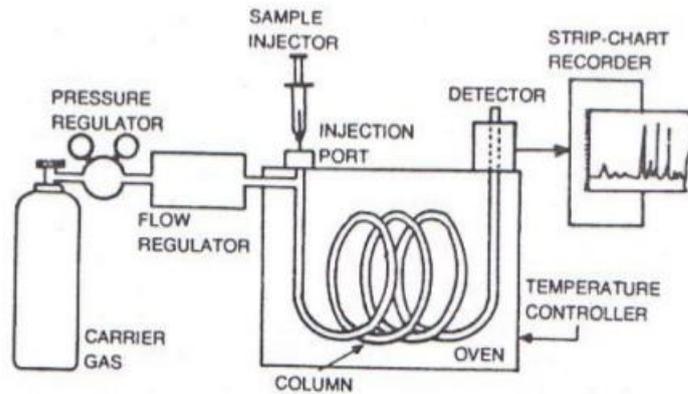
(Lehotay, *et al.*, 2005 ; Nazmatullaila, 2015).

C. Kromatografi Gas

Kromatografi adalah suatu metode pemisahan campuran yang didasarkan pada perbedaan distribusi dari komponen-komponen campuran tersebut diantara dua fase yaitu fase diam dan fase gerak. Kromatografi dibedakan menjadi dua golongan besar berdasarkan fase gerak yang digunakan, yaitu kromatografi gas dan kromatografi cair (Mc Nair dan Miller, 1998).

Kromatografi gas merupakan teknik analisis yang cepat, memiliki hasil yang baik untuk analisis pestisida multikomponen, memiliki sensitivitas tinggi dengan detektor yang spesifik (Nollet, 2004). Pemisahan pada kromatografi gas didasarkan pada titik didih suatu senyawa dikurangi dengan interaksi yang mungkin terjadi antara solut dengan fase diam. Fase gerak yang berupa gas akan mengelusi zat terlarut dari ujung kolom lalu menghantarkannya ke detektor. Fase gerak dalam kromatografi gas juga biasa disebut sebagai gas pembawa. Syarat gas pembawa adalah tidak reaktif dan murni atau kering, apabila tidak murni akan berpengaruh pada detektor (Gandjar dan Rohman, 2007).

Kromatografi gas yang baik terdiri dari komponen-komponen penting yaitu gas pembawa dan regulator tekanan, injektor, kolom, oven, detektor, serta pencatat signal seperti pada **Gambar 1** (Rouessac dan Annick, 2007).



Gambar 1. Komponen-komponen kromatografi gas

Komponen-komponen instrumentasi pada kromatografi gas memiliki fungsi masing-masing yaitu :

1. Gas Pengangkut (Fase Gerak)

Gas pengangkut ditempatkan dalam tabung silinder bertekanan tinggi dengan tekanan sebesar 150 atm. Persyaratan-persyaratan yang harus dipenuhi oleh suatu gas pengangkut yaitu:

- a. *Inert* yaitu tidak bereaksi dengan cuplikan, pelarut, dan material dari kolom.
- b. Murni dan mudah diperoleh.
- c. Sesuai dan cocok untuk detektor dan harus memenuhi difusi gas.

Gas-gas yang sering dipakai sebagai fase gerak pada kromatografi gas adalah helium dan argon.

2. Tempat Injeksi

Pemisahan analit harus dalam bentuk fase uap. Senyawa organik sebagian besar berbentuk cairan atau padatan sehingga senyawa tersebut harus diuapkan terlebih

dahulu. Panas yang terdapat dalam tempat injeksi dapat mengubah senyawa yang berbentuk cairan atau padatan menjadi bentuk uap.

3. Kolom

Kolom berfungsi sebagai komponen utama dalam kromatografi. Kolom yang biasanya digunakan sangat bermacam-macam dan bentuknya sangat beragam. Panjang kolom yang digunakan mulai dari 1 m sampai dengan 30 m. Diameter kolom biasanya antara 0,3 mm hingga 0,5 mm. Isi kolom berupa padatan pendukung dari fase diam yang berfungsi untuk mengikat fase diam tersebut. Padatan atau "*diatomite*" berupa tanah diatom yang telah dipanaskan atau dikeringkan.

Persyaratan padatan pendukung yang baik :

- a. Inert, tidak menyerap cuplikan.
- b. Kuat, stabil pada suhu tinggi.
- c. Memiliki luas permukaan yang besar : 1-20 m²/g.
- d. Permukaan yang terukur, ukuran yang sama, ukuran pori sekitar 10μ

(Sastrahamidjojo, 1985).

4. Detektor

Detektor merupakan perangkat yang terletak pada ujung kolom tempat keluar fase gerak yang membawa komponen hasil pemisahan. Detektor pada kromatografi gas adalah suatu sensor elektronik yang berfungsi untuk mengubah sinyal gas pembawa dan komponen yang terkandung di dalamnya menjadi suatu sinyal

elektronik. Sinyal elektronik ini berguna untuk analisis kualitatif maupun kuantitatif terhadap komponen yang terpisah antara fase diam dan fase gerak (Gandjar dan Rohman, 2007). Detektor yang biasa digunakan dalam kromatografi gas untuk analisis pestisida yaitu detektor ECD dan NPD (Khummueng, *et al.*, 2008). Detektor ECD (*Electron Capture Detector*) dapat digunakan untuk analisis residu pestisida organoklorin pada sampel daging sapi karena menghasilkan resolusi puncak kromatogram yang baik dan cepat serta sangat sensitif terhadap halogen, karbonil terkonjugasi, nitro, nitril, dan organoklorin (Pakvilai, *et al.*, 2015).

5. Pencatat (*Recorder*)

Rekorder digunakan sebagai pengubahan sinyal dari detektor yang diperkuat melalui elektrometer menjadi bentuk kromatogram. Elektrometer dihubungkan dengan sirkuit pengintegrasian yang bekerja dengan menghitung jumlah muatan atau jumlah energi listrik yang dihasilkan oleh detektor. Sistem data merupakan pengembangan lebih lanjut dari rekorder dan elektrometer dengan melanjutkan sinyal dari rekorder dan elektrometer ke sebuah unit pengolahan pusat (CPU, *Central Processing Unit*). Hasil pembacaan dalam detektor akan direkam dalam rekorder dan ditampilkan pada layar komputer berupa diagram/grafik dengan puncak yang berbeda-beda sesuai dengan senyawa atau gugus senyawanya.

D. Daging Sapi

Daging merupakan salah satu komoditi pertanian yang digunakan sebagai bahan makanan. Daging mengandung protein bermutu tinggi dan mampu menyumbangkan asam amino esensial yang lengkap. (Soputan, 2004). Struktur daging terdiri atas satu atau lebih otot yang masing-masing disusun oleh banyak kumpulan otot, maka serabut otot merupakan unit dasar struktur daging. Soputan (2004) menyatakan bahwa jaringan otot, jaringan lemak, jaringan ikat, tulang keras, dan tulang rawan merupakan komponen fisik utama daging. Jaringan otot terdiri dari jaringan otot bergaris melintang, jaringan otot licin, dan jaringan otot spesial. Jaringan ikat yang penting adalah serabut kolagen, serabut elastin, dan serabut retikulin. Sedangkan jaringan lemak pada daging dibedakan menurut lokasinya, yaitu lemak subkutan, lemak intermuskular, lemak intramuskular, dan lemak intraselular (Agustina, 2012).

Jaringan lemak pada daging sapi dapat terkontaminasi oleh multiresidu pestisida apabila pakan yang diberikan tidak dijaga dengan baik. Bahan pakan ternak ruminansia termasuk sapi dapat digolongkan ke dalam bahan pakan yang berasal dari tumbuh-tumbuhan, limbah pertanian, dan limbah industri (BPTP, 2016). Tumbuhan yang secara terus-menerus terpapar oleh pestisida jenis organoklorin akan mengandung residu. Sifat dari residu pestisida organoklorin yang stabil dan memiliki kemampuan degradasi yang rendah sehingga dapat bersifat bioakumulatif serta persisten atau dapat bertahan selama bertahun-tahun. Apabila tumbuhan ini dijadikan sebagai pakan ternak sapi, maka harus diwaspadai residu akan tertinggal pada daging sapi (Lestari, dkk., 2015; Yuningsih, 2005).

Daging sapi yang sudah terkontaminasi oleh residu pestisida maka tidak sesuai dengan UU RI No. 7 Tahun 1996 tentang pangan, pangan yang aman adalah pangan yang tidak mengandung bahaya biologi atau mikrobiologi, bahan kimia (termasuk diantaranya residu pestisida) dan bahaya fisik, selain itu daging sapi yang akan dikonsumsi harus bersertifikat dan ASUH (Aman, Sehat, Utuh, dan Halal). Oleh karena itu, daging sapi yang baik untuk dikonsumsi harus terjaga kemurnian dan kualitasnya.

Kualitas daging sapi yang baik dapat dilihat dari ciri-cirinya, daging sapi yang baik berwarna merah ceri dan cerah, bau tidak menyimpang (tidak berbau amis, menyengat, dan asam), permukaan daging lembab (tidak kering dan tidak basah), permukaan daging bersih dan tidak ada darah, serabut daging relatif kasar, dan daging harus disimpan dalam kondisi dingin ($1-10^{\circ}\text{C}$) (BPMSPH, 2016). Daging yang layak konsumsi harus daging yang segar. Ciri-ciri daging segar yaitu daging yang baru disembelih tanpa perlakuan apapun (SNI, 1999), memiliki nilai pH daging yang normal berkisar antara 5,4-5,8 pada 6 jam *postmortem* atau waktu setelah pemotongan (Aberle, *et al.*, 2001), daging yang mulai rusak berwarna coklat kehijauan, kuning dan akhirnya tidak berwarna. Tekstur kenyal, padat dan tidak kaku, bila ditekan dengan tangan maka bekas pijatan cepat kembali ke posisi semula. Penampakaannya tidak berlendir, tidak terasa lengket ditangan dan terasa kebasahannya (LIPTAN, 2001).

Komposisi daging yang baik dikonsumsi menurut Direktorat Gizi Departemen Kesehatan RI (1981) dalam Sopotan (2004), dalam 100 gram daging dapat dilihat

pada **Tabel 3.**

Tabel 3.Komposisi Daging Sapi Tiap 100 gram Bahan.

Komponen	Jumlah
Kalori (kal)	207,00
Protein (g)	18,80
Lemak (g)	14,00
Karbohidrat (g)	0,00
Kalsium (mg)	11,00
Fosfor (mg)	170,00
Besi (mg)	2,80
Vitamin A (SI)	30,00
Vitamin B1 (mg)	0,08
Vitamin C (mg)	0,00
Air (g)	66,00

Sumber : Direktorat Gizi Departemen Kesehatan RI (1981).

Daging sapi perlu dijaga dengan sangat baik kualitas dan kebersihannya, sebab daging sapi merupakan media yang sangat baik untuk berkembangnya mikroorganismenya dan mudah mengandung residu antibiotik serta residu pestisida. Daging sapi yang aman dan berkualitas tinggi dapat meningkatkan ketahanan dan keamanan pangan serta mempermudah proses perdagangan.

E. Validasi Metode

Validasi adalah konfirmasi dengan pemeriksaan dan penyediaan bukti obyektif bahwa persyaratan tertentu untuk suatu maksud khusus dipenuhi. Tujuan dilakukan validasi metode analisis yaitu untuk memastikan dan mengkonfirmasi bahwa metode analisis tersebut sudah sesuai dengan peruntukannya. Laboratorium harus merekam hasil yang diperoleh, prosedur yang digunakan untuk validasi, dan pernyataan bahwa metode tersebut tepat untuk penggunaan yang dimaksud (SNI ISO/EIC 17025:2008). Organisasi yang mengharuskan validasi metode uji adalah *International Standards Organization* (ISO) yaitu ISO 17025, AOAC International (*Association of Official Analytical Chemists*), ASTM International (*American Society for Testing and Materials*). ILAC (International Laboratory Accreditation Cooperation) (Riyanto, 2014). Laboratorium harus memvalidasi metode tidak baku, metode yang desain atau dikembangkan laboratorium, metode baku yang digunakan di luar lingkup yang dimaksud, dan penguatan (*amplification*) serta metode baku yang dimodifikasi untuk mengkonfirmasi bahwa metode itu sesuai untuk penggunaan yang dimaksud. Gandjar dan Rohman (2007) menyatakan bahwa suatu metode analisis perlu dilakukan validasi ketika :

- a. Metode baru dikembangkan untuk mengatasi problem analisis tertentu.
- b. Metode yang sudah baku direvisi untuk menyesuaikan perkembangan atau karena munculnya suatu problem yang mengarahkan bahwa metode baku tersebut harus direvisi.
- c. Penjaminan mutu yang mengindikasikan bahwa metode baku telah berubah seiring dengan berjalannya waktu.

- d. Metode baku digunakan di laboratorium yang berbeda, dikerjakan oleh analis yang berbeda, atau dikerjakan dengan alat yang berbeda.
- e. Untuk mendemonstrasikan kesetaraan antar dua metode, seperti antara metode baru dan metode baku.

Validasi metode dapat dilakukan dengan tindakan dalam menilai parameter parameter berdasarkan percobaan laboratorium yang digunakan untuk membuktikan parameter tersebut memenuhi persyaratan dalam penggunaannya (Harmita, 2004). Parameter penampilan analisis untuk memvalidasi metode yaitu terdiri dari :

1. Kecermatan (*accuracy*)

Kecermatan adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Kecermatan dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*recovery*) analit yang ditambahkan. Kecermatan hasil analisis sangat tergantung kepada sebaran galat sistematikdi dalam keseluruhan tahapan analisis. Oleh karena itu untuk mencapai kecermatan yang tinggi hanya dapat dilakukan dengan cara mengurangi galat sistematik tersebut seperti menggunakan peralatan yang telah dikalibrasi, menggunakan pereaksi dan pelarut yang baik, pengontrolan suhu, dan pelaksanaannya yang cermat, serta sesuai prosedur (Harmita, 2004). Pengujian dilakukan dengan menambahkan sejumlah analit ke dalam campuran pembawa. Campuran kemudian dianalisis dan hasilnya dibandingkan terhadap kadar analit yang ditambahkan (kadar sebenarnya). Kriteria tepat diberikan jika hasil analisis memberikan perolehan kembali antara

98-102% (AOAC, 2002). Akan tetapi untuk pengujian residu pestisida rentang keberterimaan perolehan kembali adalah 60-140% (SANCO, 2011).

2. Presisi

Presisi atau keseksamaan adalah ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual, diukur melalui penyebaran hasil individual dari rata-rata jika prosedur diterapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogenya (Harmita, 2004). Keseksamaan ditentukan dengan menggunakan uji *repeatability* dan *reproducibility*. Penentuan *repeatability* dilakukan dengan melakukan pengujian serial sampel *spiking* pada kondisi yang sama, yaitu analisis sama, alat, dan laboratorium sama serta waktu pengujian yang hampir bersamaan (Raharjo, dkk., 2013). Penentuan *reproducibility* adalah keseksamaan metode jika dikerjakan pada kondisi yang berbeda. Biasanya analisis dilakukan dalam laboratorium-laboratorium yang berbeda menggunakan peralatan, pereaksi, pelarut, dan analisis yang berbeda pula. Analisis dilakukan terhadap sampel-sampel yang diduga identik yang dicuplik terhadap sampel-sampel yang diduga identik yang dicuplik dari *batch* yang sama. *Reproducibility* dapat juga dilakukan dalam laboratorium yang sama menggunakan peralatan, pereaksi, dan analisis yang berbeda (Riyanto, 2014).

3. Linearitas

Linearitas merupakan kemampuan dari metode analisis untuk memperoleh hasil pengujian yang sesuai dengan konsentrasi analit dalam contoh kisaran konsentrasi tertentu (ICH, 1995). Linearitas biasanya dinyatakan dalam istilah variansi sekitar

arah garis regresi yang dihitung berdasarkan persamaan matematik data yang diperoleh dari hasil uji analit dalam sampel dengan berbagai konsentrasi analit. Perlakuan matematik dalam pengujian linearitas adalah melalui persamaan garis lurus dengan metode kuadrat terkecil antara hasil analisis terhadap konsentrasi analit. Perolehan hubungan proporsional antara hasil pengukuran dengan konsentrasi analit dalam beberapa kasus, data yang diperoleh diolah melalui transformasi matematik terlebih dahulu sebelum dibuat analisis regresinya.

4. Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi

Batas deteksi atau *Limit of Detection* (LoD) adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi yang masih memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blanko. Batas deteksi merupakan parameter uji batas. Batas kuantitasi atau *Limit of Quantification* (LoQ) merupakan parameter pada analisis renik dan diartikan sebagai kuantitas terkecil analit dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama dengan respon analitnya (Riyanto, 2014).

Dalam analisa batas deteksi (*Limit of Detection/LoD*) dan batas kuantifikasi (*Limit of Quantification/LoQ*) digunakan cara yang sama. Terdapat dua cara, yaitu yang pertama dengan cara membuat preparat blanko sampel sebanyak 10 kali dan diukur 10 kali, cara ini dipakai jika blanko sampel yang memberi respon analisis tidak sama dengan nol. Sedangkan cara yang kedua, pembuatan preparat dan pengukuran blanko sampel sama dengan cara pertama namun memberikan respon analisis nol atau negatif. Dalam hal ini definisi blanko sampel adalah sampel

matriks yang tidak mengandung analit yang diujikan. Rumus yang digunakan untuk menghitung LoD dan LoQ yaitu sebagai berikut :

Untuk cara yang pertama (blanko $\neq 0$)

$$\text{LoD} = \bar{x} + 3\text{SD} \quad (1)$$

$$\text{LoQ} = \bar{x} + 10 \text{SD} \quad (2)$$

Untuk cara yang kedua (blanko = 0 atau (-))

$$\text{LoD} = 3\text{SD} \quad (3)$$

$$\text{LoQ} = 10 \text{SD} \quad (4)$$

Keterangan :

SD = standar deviasi

\bar{x} = rata-rata pengujian

(Sukaryono, dkk., 2017).

5. Ketangguhan Metode (*ruggedness*)

Ketangguhan metode adalah derajat ketertiruan hasil uji yang diperoleh dari analisis sampel yang sama dalam berbagai kondisi uji normal, yang dibedakan salah satu variabelnya seperti laboratorium, analisis, instrumen, bahan pereaksi, suhu, hari yang berbeda. Ketangguhan biasanya dinyatakan sebagai tidak adanya pengaruh perbedaan operasi atau lingkungan kerja pada hasil uji. Derajat ketertiruan hasil uji kemudian ditentukan sebagai fungsi dari variabel penentuan. Ketertiruan dapat dibandingkan terhadap keseksamaan penentuan di bawah kondisi normal untuk mendapatkan ukuran ketangguhan metode. Perhitungannya dilakukan secara statistik menggunakan ANOVA dan atau uji T pada kajian kolaboratif yang disusun oleh Youden dan Stainer (Harmita, 2004).

III. METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan selama empat bulan (Februari – Mei 2019) di Balai Pengujian Mutu dan Sertifikasi Produk Hewan (BPMSPH) yang beralamatkan Jalan Pemuda No.29 A , Kecamatan Tanah Sereal , Kota Bogor, Jawa Barat, 16161.

B. Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain adalah timbangan analitik (Adventures Ohaus), pipet volumetrik 6 mL (Pyrex Grade A), *micropipette* 1.000 µl (Eppendorf), *bulb* (penyedot cairan), *microtube*, satu set kromatografi gas (GC-Agilent Technologies 7890 A) dengan detektor ECD, tabung sentrifus plastik 10 mL, tabung sentrifugasi plastik 50 mL, gelas kimia 1.000 mL (Pyrex), *homogenizer mixer* (Vortexer), tabung vial (Agilent Technologies 8-425), *ceramic homogenizer* (Agilent Technologies) 2 dan 3 cm, rak tabung sentrifus, gunting, pinset, labu evaporasi 50 mL (Pyrex), *vacuum rotary evaporator* (Heildolph), *meat grinder* dan sentrifus (Eppendorf 5810 R).

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sampel daging sapi, magnesium sulfat anhidrat, natrium asetat, asetonitril, C18endcapped, PSA (*Primary Secondary Amines*), aseton, asam asetat glasial, dan baku standar pestisida organoklorin (lindan, heptaklor, dan aldrin).

C. Prosedur Penelitian

1. Pengambilan Sampel

Lokasi pengambilan sampel daging sapi yaitu di Pasar Tohaga Parungpung, Gunung Sindur, Bogor. Sampel yang diambil sebanyak 2 kg dari satu individu sapi kemudian dimasukkan ke dalam plastik dan disimpan ke dalam lemari pendingin.

2. Preparasi Sampel

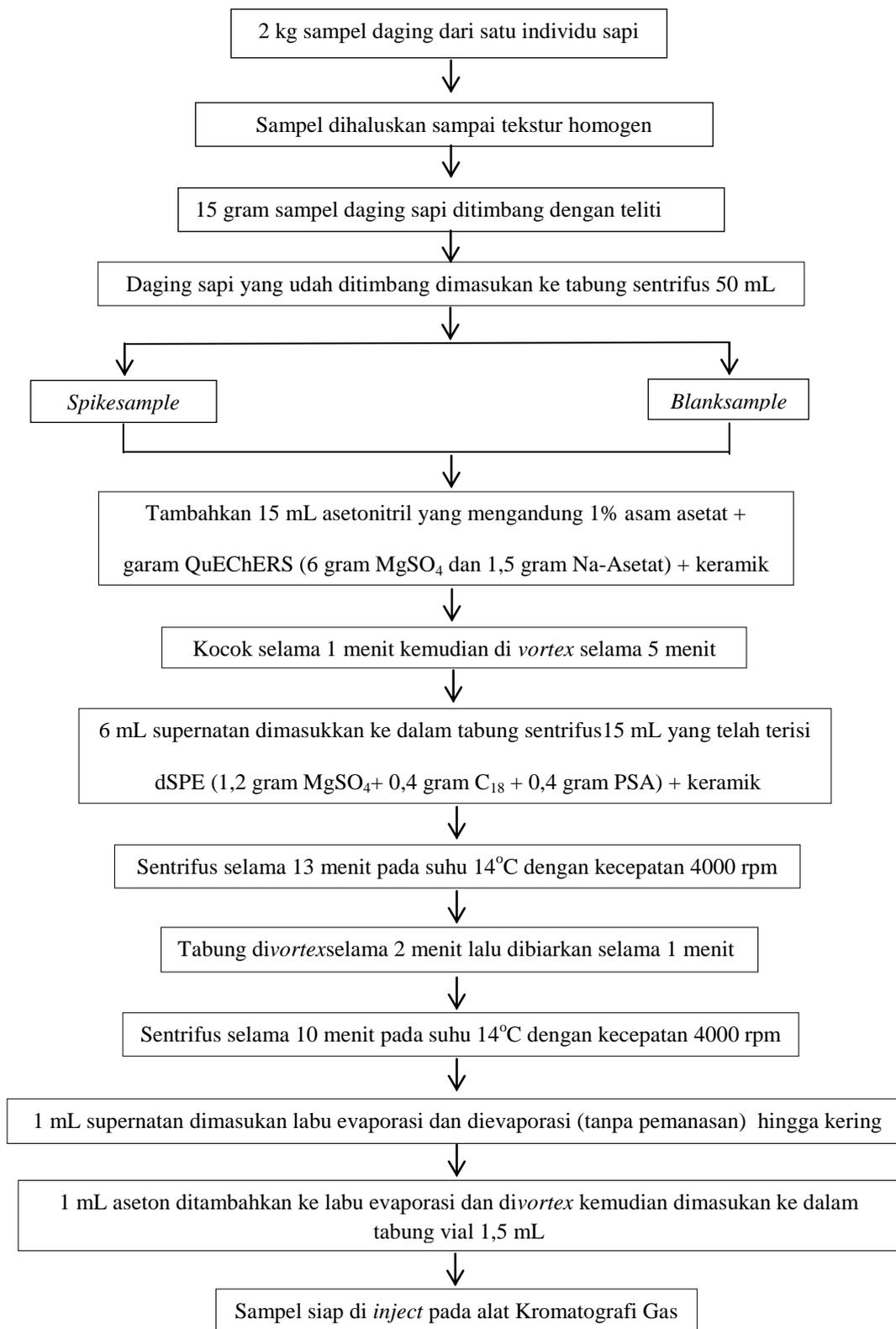
Preparasi sampel dilakukan dengan menghaluskan daging sapi menggunakan mesin penggiling sampai seluruh sampel memiliki tekstur halus dan homogen.

3. Ekstraksi Sampel

Ekstraksi sampel daging sapi dilakukan dengan menggunakan metode ekstraksi QuEChERS seperti pada **Gambar 2**. Langkah pertama dalam proses ekstraksi ini yaitu 15 gram daging sapi yang sudah dihaluskan ditimbang dengan teliti dan dimasukan ke dalam tabung sentrifus 50 mL kemudian ditambahkan 15 mL asetonitril yang mengandung 1% asam asetat dan garam QuEChERS yang terbuat dari 6 gram magnesium sulfat dan 1,5 gram natrium asetat lalu ditambahkan

ceramic homogenizer untuk mempermudah proses pencampuran. Parameter dalam memvalidasi metode seperti akurasi, presisi, LOD, LOQ dan ketangguhan metode membutuhkan teknik *spiking* pada tahap ini sampel ditambahkan larutan standar sesuai dengan konsentrasi yang diinginkan (*spike sample*), sementara untuk mengetahui apakah sampel mengandung pestisida yang akan diujikan atau tidak maka diperlukan adanya *blank sampel*. *Blank sampel* tidak perlu ditambahkan larutan standar (*spiking*). Sampel kemudian dikocok selama 1 menit untuk menghomogenkan seluruh bagian bahan dilanjutkan dengan pengocokan menggunakan *vortexer* selama 5 menit.

Ekstraksi dilanjutkan dengan sentrifugasi selama 13 menit, pada suhu 14°C, dan kecepatan 4000 rpm, lalu pindahkan 6 mL supernatan ke dalam tabung sentrifus 15 mL yang telah terisi *ceramic homogenizer* dan *dSPE* (1,2 gram MgSO₄, 0,4 gram C18 Endcapped, dan 0,4 gram PSA), kocok tabung selama 1 menit dilanjutkan dengan *vortexer* selama 2 menit kemudian dibiarkan selama 1 menit. Sentrifugasi selama 10 menit, pada suhu 14°C, dan kecepatan 4000 rpm. Apabila supernatan dan endapan telah terpisah, pindahkan 1 mL supernatan ke dalam labu evaporasi kemudian uapkan sampel dengan *vacuum rotary evaporator* (hindari penguapan dengan panas) sampai kering. Sampel yang sudah kering kemudian ditambahkan 1 mL aseton dan pindahkan ke dalam tabung vial 1,5 mL agar dapat diinjeksikan pada kromatografi gas (AOAC, 2007).



Gambar2. Diagram Alir Ekstraksi Sampel Daging Sapi.

4. Kondisi Alat Kromatografi Gas

Kondisi alat kromatografi gas yang digunakan untuk analisis multiresidu pestisida

yaitu :

Kolom	:	Agilent HP-5 (5% <i>Phenyl Methyl Polysiloxan</i>) 30 m x 320 μ m x 0,25 μ m;
Inlet	:	100 °C (1,4menit)
Oven	:	Suhu-1, 110°C (0,5 menit); Suhu-2, 130°C (1 menit) Laju (<i>rate</i>) 10 °C/menit; Suhu-3, 150°C (2 menit) Laju (<i>rate</i>) 15 °C/menit Suhu-4 180 °C (13 menit) Laju (<i>rate</i>) 20 °C/menit Suhu-5 250 °C (1 menit) Laju (<i>rate</i>) 20°C/menit Suhu-6 280 °C (0 menit) Laju (<i>rate</i>) 20°C/menit
Suhu Injektor	:	110°C
Model Injeksi	:	Splitless
Volume Injeksi	:	1 μ L
Detektor	:	μ ECD, 300°C
Gas Pembawa	:	Helium, 25 psi, 5,4 mL/min

D. Validasi Metode dan Analisis Data

1. Uji Linearitas

Linearitas dibuat berdasarkan injeksi standar pestisida dengan konsentrasi 0,0625; 0,125; 0,25; 0,5; dan 1 µg/mL untuk masing-masing standar pestisida yang diujikan (lindan, heptaklor, dan aldrin) dengan perhitungan pembuatan larutan seperti pada **Lampiran 1-3**, sehingga didapatkan nilai R^2 . Metode dikatakan valid ketika nilai $R^2 \geq 0,99$ (Huber, 2007; AOAC, 2012).

2. Uji Akurasi (bias)

Akurasi untuk analisis multiresidu pestisida organoklorin dilakukan dengan mengesktraksi sampel seperti pada **Gambar 2**, kemudian dilakukan teknik *spiking* standar pestisida organoklorin (lindan, heptaklor, dan aldrin) pada sampel daging sapi masing-masing dengan konsentrasi 0,05; 0,25; dan 1 µg/mL sebanyak 7 kali ulangan, sehingga didapatkan nilai % *recovery* rata-rata metode analisa pada *spike* rendah (0,05 µg/mL), sedang (0,25 µg/mL), dan tinggi (1 µg/mL).

Nilai *recovery* dapat dihitung dengan rumus :

$$\% Recovery = \frac{C_s - C_c}{S} \times 100\% \quad (5)$$

Keterangan :

C_s : Hasil akhir *spike* (µg/kg)

C_c : Hasil akhir sampel atau contoh (µg/kg)

S: Konsentrasi baku standar yang ditambahkan (µg/kg)

Apabila hasil % *recovery* untuk analisis multiresidu pestisida ini berada pada *range* 60-140% maka akurasinya dapat diterima (SANCO, 2011).

3. Uji Presisi

Presisi ditentukan dengan uji keterulangan (*repeatability*) dan uji ketertiruan (*reproducibility*). Penentuan *repeatability* dilakukan dengan mengekstraksi sampel seperti pada **Gambar 2**. Sampel *spiking* menggunakan standar lindan, heptaklor, dan aldrin dengan konsentrasi *spiking* masing-masing standar 1 µg/mL. Uji *repeatability* dilakukan sebanyak 6 kali ulangan pada kondisi yang sama yaitu analisis, peralatan, laboratorium, dan waktu pengujian yang hampir bersamaan.

Penentuan uji *reproducibility* dilakukan menggunakan peralatan dan pereaksi yang sama dengan uji *repeatability*, namun dilakukan oleh analis serta hari pengerjaan yang berbeda. Metode dikatakan memiliki keterulangan yang baik apabila nilai %RSD atau %CV ≤ 16% untuk kadar analisis satu per sejuta (Harmita, 2004).

Nilai %RSD dapat diperoleh dengan rumus:

$$\%RSD = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100\% \quad (6)$$

Keterangan :

SD : Standar Deviasi

\bar{X} : Nilai rata-rata

RSD : *Relatif Standard Deviation*

Metode dikatakan memiliki nilai keberterimaan yang baik apabila nilai %RSD ≤ 0,5 CV Horwitz untuk *repeatability* dan %RSD ≤ 0,67 CV Horwitz untuk *reproducibility*, nilai CV Horwitz dapat diperoleh dengan rumus :

$$CV_{Horwitz} = 2^{(1-0,5 \log C)} \quad (7)$$

Keterangan: C adalah konsentrasi analit.

4. Uji Batas Deteksi (LoD)

Penetapan nilai LoD diperoleh dengan mengukur sampel pestisida yang telah diekstraksi seperti pada **Gambar 2** pada konsentrasi *spiking* 0,05 µg/mL sebanyak 10 (sepuluh) kali ulangan.

LoD diperoleh dengan rumus :

$$\text{LoD} = 3 \text{ SD} \quad (3)$$

Keterangan :

SD : Standar Deviasi.

Metode dikatakan mampu menganalisis multiresidu pestisida pada daging sapi apabila nilai LoD berada dibawah nilai ADI/BMR pestisida organoklorin dalam daging sapi.

5. Batas Kuantitasi (LoQ)

Penetapan nilai LoQ diperoleh dengan mengekstraksi sampel seperti pada **Gambar 2** menggunakan konsentrasi *spiking* 0,05 µg/mL sebanyak 10 (sepuluh) kali ulangan. LoQ diperoleh dengan rumus :

$$\text{LoQ} = 10 \text{ SD} \quad (4)$$

Keterangan :

SD : Standar Deviasi.

6. Uji Ketangguhan Metode (*Ruggedness*)

Parameter uji ketangguhan metode dihitung berdasarkan hasil uji yang diperoleh dari analisis sampel yang sama dalam berbagai kondisi uji normal dapat dilakukan dengan memilih salah satu parameter berbeda. Pada penelitian ini uji ketangguhan metode dilakukan seperti pada **Gambar 2** dengan tidak melakukan perlakuan *vortexer* selama 2 menit setelah penambahan 15 mL asetonitril yang mengandung 1% asam asetat, garam QuEChERS (6 gram MgSO_4 dan 1,5 gram Na-Asetat), dan keramik. Uji ketangguhan dilakukan untuk mengetahui perubahan reliabilitas metode uji dengan berjalannya waktu rentannya metode uji terhadap adanya perubahan kondisi pengujian. Uji ketangguhan metode dapat ditentukan hipotesisnya dengan menggunakan Uji T (*T-test*).

V. SIMPULAN DAN SARAN

A. Simpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka dapat diperoleh kesimpulan sebagai berikut :

1. Validasi analisis multiresidu pestisida telah memenuhi angka keberterimaan linearitas yaitu lindan sebesar 0,9957; heptaklor sebesar 0,9964; dan aldrin sebesar 0,9972.
2. Rentang %*recovery* dari analisa pada lindan 95,44-115,34%, heptaklor 80,20-101,37%, aldrin 66,76-78,29% memenuhi rentang keberterimaan yang disyaratkan yaitu 60-140%.
3. Metode analisis multiresidu pada penelitian ini telah memenuhi angka keberterimaan presisi (*repeatability* dan *reproducibility*) yaitu memiliki nilai %RSD < 16% dan $< \frac{1}{2}$ CV Horwitz untuk *repeatability* dan $< \frac{2}{3}$ CV Horwitz untuk *reproducibility*.
4. Limit deteksi (LoD) yang diperoleh dari penelitian ini yaitu lindan 0,03 µg/mL ; heptaklor 0,03 µg/mL; aldrin dan 0,01 µg/mL.

5. Limit kuantisasi (LoQ) pada penelitian ini yaitu lindan 0,09 $\mu\text{g/mL}$; heptaklor 0,09 $\mu\text{g/mL}$; dan aldrin 0,05 $\mu\text{g/mL}$.
6. Lindan, aldrin, dan heptaklor memenuhi syarat dalam uji ketangguhan metode yaitu memiliki nilai $T_{\text{tabel}} \leq T_{\text{hitung}}$.

B. Saran

Saran yang dapat disampaikan dari penelitian ini yaitu :

1. Metode analisis multiresidu pestisida organoklorin perlu dilakukan verifikasi sebelum digunakan secara rutin di laboratorium untuk meningkatkan nilai keabsahan dari suatu metode analisis.
2. Metode analisis multiresidu pestisida organoklorin sebaiknya juga diujikan pada komoditas produk hewan lainnya.

DAFTAR PUSTAKA

- Aberle, E. D., J. C. Forrewt, H. B. Hendrick, M. D. Judge dan R. A. Merkel. 2001. *Principles of Meat Science*. W. H. Freeman and Co. San Fransisco.
- Agustina. 2012. Ragam Asam-Asam Lemak Daging Kambing dan Sapi Segar serta Olahannya pada Lokasi Karkas yang Berbeda. *Skripsi*. Universitas Lampung. Lampung.
- Anastassiades, M., Lehotay. S. J., Stajnbaher, D. Schenck, F. J.2003. Fast and Easy Multiresidue Method Employing Acetonitrile Extraction/Partitioning and "Dispersive Solid-Phase Extraction" for The Determination of Pesticide Residues In Produce. *Journal of AOAC International*. 86(2):412-31.
- AOAC Official Method 2007.01. *Pesticide Residue in Food by Acetonitril Extraction and Partitioning With Magnesium Sulfate*. Washington DC.
- AOAC. 2002. *Guidelines for Single Laboratory Validation of Chemical Methodes for Dietary Supplements and Botanicals*. Washington DC.
- AOAC. 2012. *Official Methods of Analysis of The Association Agricultural Chemists 10th Ed*. Washington DC.
- Biziuk, M. dan Stocka. J. 2015. Multiresidue Methods for Determination of Currently Used Pesticides in Fruit and Vegetables using QuEChERS Technique. *International Journal of Environment Science and Development* 6 (1) : 18-22.
- BPMSPH (Balai Pengujian Mutu dan Sertifikasi Produk Hewan). 2016. *Cara Pintar Pilih Pangan Asal Hewan*. BPMSPH. Bogor.
- BPTP (Balai Pengkajian Teknologi Pertanian). 2016. *Pakan Untuk Ternak Sapi Potong*. <http://sumbar.litbang.pertanian.go.id/index.php/info-teknologi/966-pakan-untuk-ternak-sapi-potong-2>. diakses pada tanggal 4 januari 2019.
- Cahyaningrum, D., Hanifa. M. D., dan Muhammad, S. A. 2018. Kandungan Pestisida Organoklorin dalam Air Susu Ibu di Daerah Pertanian Bawang Merah Kabupaten Brebes. *Jurnal Promosi Kesehatan Indonesia*. 13 (1) : 32-45.

- Direktorat Gizi Departemen Kesehatan RI. 1981. *Daftar Komposisi Bahan Makanan*. Bharatara Karya Aksara. Jakarta.
- Direktorat Pupuk dan Pestisida. 2016. *Pestisida; Pertanian dan Kehutanan Tahun 2016*. Direktorat Jendral Prasarana dan Sarana Pertanian. Kementerian Pertanian. Jakarta.
- Dubey, J. K., Patyal, S. K., dan Ajay, S. 2018. Validation of QuEChERS Analytical Technique for Organochlorines and Synthetic Pyrethroids in Fruits And Vegetables using GC-ECD. *Springer International Publishing AG, part of Springer Nature 2018*. India.
- Djojosumarto, P. 2008. *Teknik Aplikasi Pestisida Pertanian Edisi Revisi*. Kanisius. Yogyakarta.
- FAO/WHO. 1985. Codex Alimentarius Commission : Guide to Codex Recommendations Concerning Pesticide Residues. Part 2. *Maximum Limits for Pesticide Residues FAO/WHO*. Roma.
- Gandjar, I. G. dan Rohman. A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Pustaka Belajar. Yogyakarta.
- González, A. G. dan M. ángeles Herrador. 2007. A Practical Guide to Analytical Method Validation, Including Measurement Uncertainty and Accuracy Profiles. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*. 26(3): 227- 238.
- Grob, R. L. 1995. Modern Practice of Gas Chromatography, 3th Ed. *John Wiley and Sons*. New York.
- Harmita. 2004. Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian*. 1(3) : 117-135.
- Huber, L. 2007. Validation of Analytical Methods: Validation and Qualification in Analytical Laboratories. 2nd Edition. *Informa Healthcare*. New York.
- ICH (International Conference on Harmonisation) Q2A. 1995. *Text on Validation of Analytical Procedures*.
- Indiraningsih dan Yulvian, S. 2006. Residu Pestisida dalam Jaringan Otak Sapi Perah di Lembang. Jawa Barat. *JITV*. 11 (1) : 76-83.
- KAN (Komite Akreditasi Nasional). 2005. *ISO/IEC 17025 (Versi Bahasa Indonesia) Tentang Persyaratan Umum Kompetensi Laboratorium Pengujian dan Laboratorium Kalibrasi, Edisi Kedua*. Diterjemahkan oleh Komite Akreditasi Nasional.
- Keputusan Menteri Pertanian No. 434.1/Kpts/TP. 270/7/2001 Tentang Syarat Dan Tata Cara Pendaftaran Pestisida.

- Khummueng, W., Paul Morrison, dan Philip J. Marriott. 2008. Dual NPD/ECD Detection in Comprehensive Two-Dimensional Gas Chromatography for Multiclass Pesticide Analysis. *Journal of Separation Science*. 31(19): 3404-3415.
- Kuspartoyo. 1991. Daging Asal Ternak Bisa Tercemar Pestisida. *Ayam dan Daging Sapi*. 69:33-35.
- Lehotay, S. J., Mastovska, K., Yun, S. J. 2005. Evaluation Two Fast and Easy Methods for Pesticide Residue Analysis in Fatty Food Matrixes. *AOAC Int*. 2005 Mar-Apr; 88(2):630-638.
- Lehotay, S. J., Kyung, A. S., Hyeyoung, K., Urairat, K., Wusheng, F., Katerina, M., Eunha, H., dan Natchanun. 2010. Comparison of QuEChERS Sample Preparation Methods for The Analysis Of Pesticide Residues in Fruit and Vegetables. *Journal of Chromatography A*. 1217 (16) : 2548-2560.
- Lestari, S., Sugeng, Z., dan Arrum, P. M. 2015. Validasi Metode QuEChERS untuk Menganalisis Residu Pestisida Organoklorin dalam Daging Sapi Menggunakan Alat Gas Chromatography-Mass Spectrophotometer (GCMS). *Buletin Laboratorium Veteriner*. 15(3):16-24.
- Liptan. 2001. *Pertanian Organik*. Balai Pengkajian Teknologi Pertanian (BPTP). Pekanbaru.
- Matovska, K. dan Letohay, S. J. 2004. Evaluation of Common Organic Solvent for Gas Chromatographic Analysis and Stability Of Multiclass Pesticide Residues. *Journal Chromatogr A*. 1040(2): 259-272.
- Mc Nair, H. M. dan Miller, J. M. 1998. *Basic Gas Chromatography*. John Willey & Sons. New York.
- Murphy, H. H., Phung Hoan, N., Matteson, P., dan Morales, A. A. L.C. 2002. Farmer's self-surveillance of pesticide poisoning: A 12-month pilot in Northern Vietnam. *International Journal of Occupational and Environmental Health*. 8.(3) : 201-211.
- Nazmatullaila, S. 2015. Analisis Residu Pestisida pada Tomat Menggunakan Metode QuEChERS dengan Perlakuan Sebelum dan Sesudah Dicuci. *Skripsi*. UIN Syarif Hidayatullah Jakarta. Jakarta.
- Nollet, L. M. L. 2004. *Handbook of Food Analysis. Second Edition*. Marcel Dekker Ink. New York.
- Ohorella, A., Anwar, D., dan Anwar. 2014. *Identifikasi Residu Pestisida Golongan Organoklorin Bahan Aktif Lindan pada Wortel di Pasar Tradisional (Pasar Terong) dan Pasar Modern (Swalayan Ramayana M'Tos) Kota Makasar Tahun 2013*. FKM Universitas Hasanudin. Makasar.
- Pakvilai, N., Prapomontol, T., Thavornytikarn, P., Mangklabruks, A., Chantara.

- C., Hongsibsong, S, dan Santasup, C. 2015. A Simple and Sensitive GC-ECD Method for Detecting Synthetic Pyrethroid Insecticide Residues in Vegetable and Fruit Samples. *Chiang Mai Journal of Science*. 2(1) : 196-207.
- Parte, S. G., Ashokrao, D., Mohekar, dan Arun, S. K. 2017. Microbial degradation of pesticide: A review. *African Journal of Microbiology Research. Academic Journals*. 11(24) : 992-1012. ISSN 1996-0808.
- Peraturan Menteri Pertanian RI No. 107 tahun 2014 tentang Pengawasan Pestisida.
- Primaharinastiti, R. 2014. Validasi Metode Headspace-Gas Chromatography-Mass Spectrometry Untuk Analisis Multiresidu Pestisida Organofosfat Pada Sayuran. *Berkala Ilmiah. Kimia Farmasi* 3 (1) : 6-14.
- Raharjo, T. J., Bambang, S., Mai, A., dan Nurul. H. A. 2013. Validasi Metode Analisis Multiresidu Pestisida Organoklorin dalam Salak menggunakan Kromatografi Gas-Detektor Penangkap Elektron. *Agritech*. 33 (2) : 189-196.
- Raini, M. 2007. Toksikologi Pestisida dan Penanganan Akibat Keracunan Pestisida. *Media Litbang Kesehatan*. 17(3) : 10-18.
- Riyanto. 2014. *Validasi dan Verifikasi*. Deepublish. Yogyakarta.
- Rouessac, F. dan Annick. R. 2007. *Chemical Analysis : Modern Instrumentation Methods and Techniques Second Edition*. John Wiley & Sons. Ltd. West Sussex.
- Rusdita, Q. W. S., Aulia, Heru, S. K., dan Dwi, A. 2016. Hubungan Higiene Perorangan dan Cara Penyemprotan Pestisida dengan Tingkat Keracunan Pestisida pada Petani di Desa Kembang Kuning Kecamatan Cepogo. *Skripsi*. Universitas Muhammadiyah Surakarta.
- SANCO. 2011. *Method Validation and Quality Control Procedures for Pesticide Residue Analysis in Food and Feed*. Document N°SANCO/12495/2011.
- Sastrahamidjojo, H. 1985. *Kromatografi Edisi 1, Cetakan 1*. Penerbit Liberty. Yogyakarta.
- Skoog, D. A. 1997. *Fundamental of Analytical Chemistry Eight Edition*. Brooks/Cole. Kanada.
- SNI ISO/EIC 17025 : 2008.
- SNI 01-6159-1999. 1999.
- Soemirat, J. 2003. *Toksikologi Lingkungan*. Gadjah Mada University Press. Yogyakarta.

- Soputan, J. E. M. 2004. Dendeng Sapi sebagai Alternatif Pengawetan Daging. *Makalah Pribadi Pengantar ke Falsafah Sains*. Institut Pertanian Bogor. Bogor.
- Sudarmo, S. 1990. *Pestisida*. Kanisius. Yogyakarta.
- Sukaryono, I. D., Sugeng H., Lalu, R. F. 2017. Verifikasi Metode Pengujian Cemar Logam pada Air Minum dalam Kemasan (AMDK) dengan Metode AAS-GFA. *Majalah Biam*. Kementerian Perindustrian. e-ISSN : 2548-4842; p-ISSN: 0251-1464.
- Suryono, C. A., Baskoro. R., dan Irwani. 2016. Kajian Awal Kontaminasi Pestisida Organoklorin dalam Air Laut di Wilayah Perairan Paling Barat Semarang. *Buletin Oseonografi Marina*. 5(2): 101-106. ISSN : 2089-3507.
- Suryono, C. A., Ken, S., Baskoro, R., dan Sarjito, S. 2015. Kontaminasi Pestisida Organoklorin pada Sedimen dan Air Laut dan Pengaruhnya Terhadap Kelimpahan Makrozoobenthos di Pesisir Jepara. *Jurnal Kelautan Tropis*. 18(3) : 139-146. ISSN : 0853-7291.
- Tan, G. H. dan Chai, M. K. 2011. Sample Preparation in the Analysis of Pesticides Residue in Food by Chromatographic Techniques. *Intech Publishers*. ISBN 987-953-307-460-3.
- Timothy, C. M. dan Brian, B. 2004. *Pesticide Toxicology and International Regulation*. Wiley. USA.
- Undang-Undang Republik Indonesia (UU RI) No. 7 Tahun 1996 tentang Pangan.
- Undang-Undang Republik Indonesia (UU RI) Nomor 18 tahun 2012 tentang Pangan.
- Vera. 2011. Analisis Logam Timbal (Pb), Timah (Sn) dan Kadmium (Cd) dalam Buah Lengkeng Kemasan Kaleng secara Spektrofotometri Serapan Atom. *Skripsi*. Universitas Indonesia. Depok. Indonesia.
- WHO (World Health Organization). 2018. *Pesticides*. <http://www.who.int/topics/pesticides/en/>. Diakses pada tanggal 14 Desember 2018.
- Wilkowska, A. dan Biziuk, M. 2011. Determination of Pesticide Residues In Food Matrices using The Quechers Methodology. *Food Chemistry*. 125:803-812.
- Yuantari, C. M. G. 2011. Dampak Pestisida Organoklorin terhadap Kesehatan Manusia dan Lingkungan Serta Penanggulangannya. *Prosiding Seminar Nasional*. FKM Universitas Dian Nuswantoro Semarang. Semarang.
- Yuningsih dan Sri Yuliasuti. 2005. Analisis Cepat Residu Pestisida Lindan (Insektisida Organoklorin) dalam Produk Ternak (Daging dan Susu) dengan Teknik Ekstraksi Fase Padat dan Kromatografi Gas. Balai Penelitian Veteriner. *JITV*. 10 (1) : 79-83.

Zhang, Y., Hu, D., Zeng, S., Lu, P., Zhang, K., Chen, L., dan Song, B.
2015. Multiresidue Determination of Phrethroid Pesticidue Residues in
Paper Through a Modified QuEChERS Method and Gas Chromatography
with Electron Capture Detection. *Biomedical Chromatography*. 30 (2) : 142-
148.