

**APLIKASI *EFFERVESCENCE LIQUID PHASE MICROEXTRACTION*
HPLC UV-VIS UNTUK ANALISIS KADAR SENYAWA PESTISIDA
KLORPIRIFOS DALAM BUAH APEL**

SKRIPSI



ELLYAS ENDA HADINATA BANGUN

**PROGRAM STUDI S1 KIMIA
DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS AIRLANGGA
SURABAYA**

2016

**APLIKASI *EFFERVESCENCE LIQUID MICROEXTRACTION* HPLC UV-VIS
UNTUK ANALISIS KADAR SENYAWA PESTISIDA KLORPIRIFOS
DALAM BUAH APEL**

SKRIPSI

**Sebagai Salah Satu Syarat Untuk Memperoleh
Gelar Sarjana Sains Bidang Kimia
pada Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Airlangga**

Oleh :

ELLYAS ENDA HADINATA BANGUN

NIM 081115086

**Tanggal Lulus :
27 Januari 2016**

Disetujui Oleh :

Pembimbing I,

Pembimbing II,

**Dra. Usreg Sri Handajani, M.Si
NIP. 19560929 198303 2 001**

**Yanuardi Raharjo, S.Si., M.Sc
NIP. 19840103 201212 1 005**

LEMBAR PENGESAHAN NASKAH SKRIPSI

Judul : Aplikasi *effervescence liquid phase microextraction*
HPLC UV-Vis untuk analisis kadar senyawa pestisida
klorpirifos dalam buah apel

Penyusun : Ellyas Enda Hadinata Bangun

NIM : 081115086

Pembimbing I : Dra. Usreg Sri Handajani, M.Si.

Pembimbing II : Yanuardi Raharjo, S.Si., M.Sc.

Tanggal Seminar : 27 Januari 2016

Disetujui oleh:

Pembimbing I,

Pembimbing II,

Dra. Usreg Sri Handajani, M.Si.
NIP. 19560929 198303 2 001

Yanuardi Raharjo, S.Si., M.Sc.
NIP. 19840103 201212 1 005

Mengetahui:

Ketua Departemen Kimia
Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga

Dr. Purkan, M.Si.
NIP. 19721116 199702 1 001

SURAT PERNYATAAN TENTANG ORISINALITAS

Yang bertandatangan di bawah ini, saya :

Nama : Ellyas Enda Hadinata Bangun
NIM : 081115086
Program Studi : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Jenjang : Sarjana (S1)

Menyatakan bahwa saya tidak melakukan kegiatan plagiat dalam penulisan skripsi saya yang berjudul :

*APLIKASI EFFERVESCENCE LIQUID PHASE MICROEXTRACTION
HPLC UV-VIS UNTUK ANALISIS KADAR SENYAWA PESTISIDA
KLORPIRIFOS DALAM BUAH APEL*

Apabila suatu saat nanti terbukti melakukan tindakan plagiat, maka saya akan menerima sanksi yang telah diterapkan.

Demikian surat pernyataan ini saya buat dengan sebenar-benarnya.

Surabaya, 2 Februari 2016

Ellyas Enda Hadinata Bangun
NIM. 081115086

PEDOMAN PENGGUNAAN SKRIPSI

Skripsi ini tidak dipublikasikan, namun tersedia di perpustakaan dalam lingkungan Universitas Airlangga, diperkenankan untuk dipakai sebagai referensi kepustakaan, tetapi pengutipan harus seizin penulis dan harus menyebutkan sumbernya sesuai kebiasaan ilmiah.

Dokumen skripsi ini merupakan hak milik Universitas Airlangga.



KATA PENGANTAR

Segala puji syukur kehadirat Tuhan YME yang telah melimpahkan karunia dan berkah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi dengan judul **“APLIKASI EFFERVESCENCE LIQUID PHASE MICROEXTRACTION HPLC UV-VIS UNTUK ANALISIS KADAR SENYAWA PESTISIDA KLORPIRIFOS DALAM APEL”** untuk syarat penelitian dalam menempuh pendidikan S1. Dalam kesempatan ini, penulis menyampaikan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Ibu Dra. Usreg Sri Handajani, M.Si selaku dosen pembimbing I dan Bapak Yanuardi Raharjo, S.Si, M.Sc selaku pembimbing II yang telah meluangkan waktu, tenaga, pikiran, bimbingan serta arahnya dalam menyusun skripsi ini.
2. Bapak Dr. Purkan, M.Si selaku Ketua Departemen Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga dan juga selaku dosen wali saya yang telah membantu memberi arahan serta dukungan kepada penulis.
3. Bapak dan Ibu dosen Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga yang telah membantu memberikan seluruh ilmu yang sangat bermanfaat untuk penelitian ini.
4. Seluruh Staf Departemen Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga yang atas bantuan yang telah diberikan.
5. Kedua orang tua, ayah dan ibu, yang telah memberikan motivasi dan semangat kepada penulis.
6. Semua teman yang telah membantu, mendukung dan menemani dalam pengerjaan skripsi ini, team organofosfat, wisper 36 dan AIESEC

Penulis menyadari bahwa penulisan skripsi ini masih jauh dari sempurna, oleh karena itu penulis mengharapkan saran dan kritik demi kesempurnaan penulisan.

Surabaya, 2 Februari 2016

Penulis,

Ellyas Enda Hadinata Bangun

Bangun, E., 2016, Aplikasi *Effervescence Liquid Phase Microextraction* HPLC UV-Vis Untuk Analisis Kadar Senyawa Pestisida Klorpirifos Dalam Buah Apel. Skripsi ini di bawah bimbingan Dra. Usreg Sri Handajani, M.Si dan Yanuardi Raharjo, S.Si, M.Sc. Departemen Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga Surabaya.

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk menentukan kadar pestisida klorpirifos dalam buah apel dengan menggunakan metode mikroekstraksi effervescence liquid phase microextraction dengan menggunakan HPLC UV-Vis. Parameter yang dioptimasi pada ekstraksi senyawa klorpirifos dengan menggunakan effervescence-LPME antara lain jenis pelarut organik, volume pelarut organik dan komposisi tablet effervescent. Hasil optimasi parameter analitik yang dihasilkan pada analisis ini adalah jenis pelarut organik n-heksana, volume pelarut organik sebanyak 6 mL, dan perbandingan komposisi tablet effervescent yaitu 1 : 2. Koefisien korelasi yang didapat dari metode ini sebesar 0,9991 pada konsentrasi 10 ppm hingga 50 ppm. Limit deteksi sebesar 1,7215 dengan akurasi 95,55% hingga 102,57% dan koefisien variasi pada rentang 0,8550% hingga 5,8385%. Metode ini mampu mendeteksi adanya senyawa klorpirifos dalam apel sebesar 0,35 ppm.

Kata kunci : *Effervescent, effervescence-LPME, klorpirifos, apel, HPLC UV-Vis*

Bangun, E., 2016, *Effervescence Liquid Phase Microextraction HPLC UV-Vis Application For Chlorpyrifos Pesticide in Apple*. This script is under guidance of Dra. Usreg Sri Handajani, M.Si dan Yanuardi Raharjo, S.Si, M.Sc. Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, Airlangga University, Surabaya.

ABSTRACT

This research aims to determine of chlorpyrifos pesticide in apple using effervescence-Liquid Phase microextraction HPLC UV-Vis. The optimized parameter on the extraction of chlorpyrifos using effervescence-LPME are the organic solvent, the volume of organic solvent, and effervescent tablet compound composition. The result of optimization parameter on this analysis is the organic solvent n-heksana, organic solvent volume 6 mL, and effervescent comparison 1 : 2. Correlation coefficient of this method is 0,9991 on the concentration of 10 ppm to 50 ppm. Detection limit is 1,7215 ppm with the accuracy from 95,55% until 102,57% and coefficient of variation, varies between 0,8550% and 5,8385%. This metode can be used for determination of chlorpyrifos on apple Malang 0.35 ppm.

Kata kunci : *Effervescent, effervescence-LPME, chlorpyrifos, apel, HPLC UV-Vis*

DAFTAR ISI

	Halaman
LEMBAR JUDUL	i
LEMBAR PERNYATAAN	ii
LEMBAR PENGESAHAN	iii
LEMBAR PERNYATAAN TENTANG ORISINALITAS	iv
LEMBAR PEDOMAN PENGGUNAAN SKRIPSI	v
KATA PENGANTAR	vi
ABSTRAK	vii
ABSTRACT	viii
DAFTAR ISI	vix
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang Masalah.....	1
1.2 Rumusan Masalah	6
1.3 Tujuan Penelitian.....	7
1.4 Manfaat Penelitian.....	7
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	8
2.1 Preparasi Sampel.....	8
2.2 Mikroekstraksi.....	8
2.2.1 <i>Liquid phase microextraction</i> (LPME)	9
2.2.2 <i>Effervescence</i> -LPME.....	10
2.3 Pestisida.....	12
2.3.1 Definisi pestisida.....	12
2.3.2 Bahaya pestisida.....	13
2.3.3 Jenis-jenis pestisida.....	13
2.3.3 Pestisida organofosfat-klorpirifos	14
2.4 Kromatografi Cair	16

BAB III METODE PENELITIAN	17
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	17
3.2 Bahan dan Alat Penelitian	17
3.2.1 Bahan penelitian	17
3.2.2 Alat penelitian	17
3.3 Variabel Penelitian	18
3.3.1 Variabel bebas	18
3.3.2 Variabel terikat	18
3.3.3 Variabel terkontrol	18
3.4 Prosedur Penelitian	19
3.4.1 Diagram alir	19
3.4.2 Pembuatan <i>effervescent</i>	20
3.4.3 Ekstraksi <i>effervescence</i> -LPME	20
3.4.4 Pembuatan larutan induk klorpirifos 1000 ppm	21
3.4.5 Pembuatan larutan standar klorpirifos 100 ppm	21
3.4.6 Pembuatan larutan standar klorpirifos 10 ppm, 20 ppm, 30 ppm, 40 ppm, dan 50 ppm.....	21
3.4.7 Pembuatan kurva kalibrasi larutan klorpirifos tanpa ekstraksi <i>effervescence</i> -LPME	22
3.4.8 Optimasi Parameter Analitik	22
3.4.8.1 Optimasi jenis pelarut organik	22
3.4.8.2 Optimasi volume pelarut organik	22
3.4.8.3 Optimasi komposisi <i>effervescent</i>	23
3.4.9 Pembuatan kurva kalibrasi larutan klorpirifos dengan ekstraksi <i>effervescence</i> -LPME	23
3.5 Validasi Parameter Analitik	23
3.5.1 Penentuan limit deteksi	23
3.5.2 Penentuan <i>recovery</i>	24
3.5.3 Uji koefisien variasi	25
3.5.4 Perhitungan <i>enrichment factor</i>	25
3.6 Preparasi dan Penyimpanan Sampel	26

3.7	Analisis Sampel	26
3.8	<i>Spiking</i>	27
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN		
4.1	Pembuatan kurva standar tanpa ekstraksi	30
4.2	Hasil optimasi parameter analitik	32
4.2.1	Optimasi jenis pelarut organik	32
4.2.2	Optimasi volume pelarut organik.....	33
4.2.3	Optimasi komposisi <i>effervescent</i>	35
4.2.4	Pembuatan kurva standar klorpirifos dengan ekstraksi <i>effervescence</i>	36
4.3	Penentuan validitas metode	38
4.3.1	Penentuan limit deteksi	38
4.3.2	Penentuan akurasi	39
4.3.3	Penentuan presisi (koefisien variasi)	40
4.3.4	Penentuan <i>enrichment factor</i>	41
4.4	Analisis sampel	42
4.5	<i>Spiking</i>	43
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN		
5.1	Kesimpulan	46
5.2	Saran	46
DAFTAR PUSTAKA		47

DAFTAR TABEL

Nomor	Judul Tabel	Halaman
4.1	Data kurva standar klorpirifos tanpa ekstraksi	31
4.2	Data hasil optimasi jenis pelarut organik	32
4.3	Data hasil optimasi volume pelarut	34
4.4	Data hasil optimasi komposisi tablet <i>effervescence</i>	35
4.5	Data hasil pengukuran larutan standar klorpirifos dengan ekstraksi <i>effervescence</i> -LPME	37
4.6	Data regresi, koefisien korelasi dan limit deteksi analisis klorpirifos tanpa ekstraksi <i>effervescence</i> dan dengan ekstraksi <i>effervescence</i>	39
4.7	Data akurasi larutan standar klorpirifos dengan ekstraksi <i>effervescence</i>	39
4.8	Data nilai presisi analisis klorpirifos dengan Ekstraksi <i>effervescence</i>	40
4.9	Data analisis sampel apel	43
4.10	Data konsentrasi sampel	43
4.11	Data <i>spiking</i> sampel	45
4.12	Data perhitungan <i>recovery</i> sampel	45

DAFTAR GAMBAR

Nomor	Judul Gambar	Halaman
2.1	Struktur senyawa klorpirifos	14
3.1	Diagram alir penelitian	19
3.2	Skema ekstraksi <i>effervescence</i> -LPME	21
4.1	Spektra panjang gelombang klorpirifos	30
4.2	Kurva standar klorpirifos tanpa ekstraksi	31
4.3	Data optimasi jenis pelarut organik	33
4.4	Data optimasi volume pelarut	34
4.5	Data optimasi komposisi <i>effervescent</i>	36
4.6	Data pengukuran larutan standar klorpirifos dengan ekstraksi <i>effervescence</i> -LPME	37
4.7	Perbandingan kurva standar klorpirifos sebelum ekstraksi <i>effervescence</i> dan setelah ekstraksi <i>effervescence</i>	41

DAFTAR LAMPIRAN

Nomor	Judul Lampiran
1	Pembuatan larutan Induk, larutan kerja dan larutan standar
2	Data pengukuran tanpa ekstraksi <i>effervescence</i> -LPME
3	Data optimasi parameter analitik
4	Data pengukuran tanpa ekstraksi <i>effervescence</i> -LPME
5	Penentuan faktor pemekatan teoritis dan faktor pemekatan sebenarnya
6	Data analisis sampel
7	Data <i>spiking</i>
8	Data perhitungan <i>spiking</i> dan <i>Recovery</i> (%)
9	Gambar kromatogram HPLC UV-Vis

