

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH	ii
SURAT PERNYATAAN	iii
LEMBAR PENGESAHAN	iv
KATA PENGANTAR	v
RINGKASAN	viii
<i>ABSTRACT</i>	x
DAFTAR ISI	xi
DAFTAR GAMBAR	xvi
DAFTAR TABEL	xviii
DAFTAR LAMPIRAN	xx
DAFTAR SINGKATAN	xxi
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1. Latar belakang	1
1.2. Rumusan masalah	10
1.3. Tujuan	10
1.4. Manfaat	10
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	11
2.1. Pestisida organoklorin	11

2.1.1. Aldrin	11
2.1.2. <i>Benzene Hexachloride</i> (BHC)	12
2.1.3. Dieldrin	13
2.1.4. Endosulfan	14
2.1.5. Endrin	15
2.1.6. Heptaklor	16
2.1.7. Metoksiklor	17
2.1.8. DDT, DDE dan DDD	17
2.2. Kunyit (<i>Curcuma domestica</i> Val.)	18
2.3. Kromatografi Gas (KG)	21
2.4. Instrumen kromatografi gas	22
2.4.1. Gas pembawa	24
2.4.2. Pengatur aliran gas (<i>gas flow control</i>)	24
2.4.3. Injektor dan sistem injeksi	25
2.4.4. Kolom kromatografi gas	25
2.4.5. Oven dengan suhu terkontrol	27
2.4.6. Detektor	29
2.4.7. Sistem data	31
2.5. Aplikasi metode kromatografi gas	32
2.5.1. Aplikasi analisis kualitatif kromatografi gas	32
2.5.2. Aplikasi analisis kuantitatif kromatografi gas	32

2.6. Metode QuEChERS	35
2.7. Validasi metode	38
2.7.1. Selektivitas dan spesifisitas	42
2.7.2. Linearitas	43
2.7.3. Akurasi.....	44
2.7.4. Presisi.....	45
2.7.5. Batas deteksi (<i>limit of detection</i>) dan batas kuantitasi (<i>limit of quantitation</i>).....	46
2.7.6. Rentang (<i>Range</i>).....	48
BAB III KERANGKA KONSEPTUAL	49
3.1. Uraian kerangka konseptual	49
3.2. Skema kerangka konseptual	52
BAB IV METODE PENELITIAN.....	53
4.1. Bahan penelitian	53
4.2. Alat penelitian	53
4.3. Metode preparasi	54
4.3.1. Pembuatan pelarut asetonitril : aquadest : asam asetat (94:5:1 v/v).....	54
4.3.2. Pembuatan pelarut asetonitril yang mengandung asam asetat 1%.....	54
4.3.3. Pembuatan larutan standar organoklorin 400,0 ppm.....	54

4.3.4. Penyimpanan serbuk simplisia rimpang kunyit	55
4.4. Kondisi instrumen kromatografi gas.....	55
4.5. Ekstraksi dengan kit QuEChERS	56
4.6. Penentuan susut pengeringan serbuk simplisia kunyit	56
4.7. Validasi metode	58
4.7.1. Selektivitas.....	58
4.7.2. Linieritas	58
4.7.3. Batas deteksi dan batas kuantitasi	60
4.7.4. Akurasi.....	60
4.7.5. Presisi.....	61
4.8. Kerangka operasional.....	63
BAB V HASIL PENELITIAN.....	64
5.1. Penentuan kondisi instrumen kromatografi gas	64
5.2. Optimasi pelarut pengekstraksi	70
5.3. Penentuan susut pengeringan	71
5.4. Validasi metode	72
5.4.1. Selektifitas	72
5.4.2. Linieritas	75
5.4.3. Batas deteksi dan batas kuantitasi	76
5.4.4. Akurasi.....	76
5.4.5. Presisi.....	77

BAB VI PEMBAHASAN	79
BAB VII KESIMPULAN DAN SARAN.....	87
7.1. Kesimpulan.....	87
7.2. Saran	88
DAFTAR PUSTAKA.....	89
LAMPIRAN.....	97



DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
2.1. Struktur senyawa aldrin (ATSDR, 2002).....	12
2.2. Struktur senyawa α -BHC, β -BHC, δ -BHC dan γ -BHC (ATSDR, 2005).....	13
2.3. Struktur senyawa dieldrin (ATSDR, 2002).....	13
2.4. Struktur senyawa endosulfan 1, endosulfan 2 dan endosulfan sulfat (ATSDR, 2013)	14
2.5. Struktur senyawa endrin dan endrin aldehid (ATSDR, 1996).....	15
2.6. Struktur senyawa heptaklor dan heptaklor epoksida (ATSDR, 2007).....	16
2.7. Struktur senyawa metoksiklor (ATSDR, 2002).....	17
2.8. Struktur senyawa <i>o,p'</i> -DDT, <i>o,p'</i> -DDE, <i>o,p'</i> -DDD (ATSDR, 2002).....	18
2.9. Tanaman kunyit (kiri), rimpang kunyit (tengah) dan rim pang kering kunyit (kanan) (Goel, <i>et al.</i> , 2008)	19
2.10. Struktur senyawa kurkumin (1), demetoksikurkumin (2) dan bisdesmetoksikurkumin (3) (Jayaprakasha <i>et al.</i> , 2005).....	20
2.11. Tampilan skematis instrumen kromatografi gas (McNair dan Miller, 2009)	23

2.12. Tabung ekstraksi dan garam AOAC kit QuEChERS (kiri) serta batang keramik <i>homogenizer</i> (kanan) (Agilent Tech., 2013)	35
2.13. Tabung dSPE untuk kit QuEChERS (Agilent Tech., 2013).....	36
5.1. Kondisi suhu oven pertama	65
5.2. Kondisi suhu oven kedua	65
5.3. Kromatogram larutan organoklorin 10,0 ppm menggunakan kondisi suhu oven pertama dan kedua pada KG-SM	66
5.4. Kromatogram larutan standar organoklorin 2,0 ppm menggunakan metode optimum pada kromatografi gas FID	68
5.5. Kromatogram larutan blanko ekstrak kunyit menggunakan pelarut 10 mL ACN(HAc 1%) + 10 mL aquadest	70
5.6. Kromatogram larutan blanko ekstrak kunyit menggunakan pelarut 20 mL ACN : Aquadest : HAc (94:5:1 v/v).....	71
5.7. Kromatogram uji selektifitas	73
5.8. Kromatogram penentuan analit organoklorin yang terdeteksi.....	74

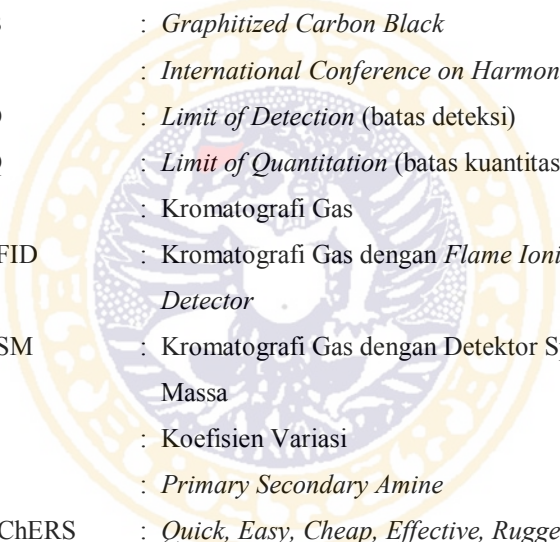
DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
II.1. Jenis detektor dan gas pembawa yang sesuai (McNair and Miller, 2009).....	24
II.2. Perbedaan kolom terkemas dan kolom kapiler (McNair and Miller, 2009 dan Watson, 2009).....	27
II.3. Perbandingan prosedur analisis residu menggunakan QuEChERS dengan menggunakan prosedur konvensional (Anastassiades and Lehotay, 2003)	38
II.4. Informasi analisis validasi metode (USP 32, 2009).....	40
II.5. Informasi analisis validasi metode (ICH, 2005)	41
IV.1. Syarat penerimaan parameter validasi metode.....	62
V.1. Susunan puncak-puncak senyawa pada larutan standar organoklorin 10,0 ppm pada kromatografi gas spektrometri massa menggunakan metode optimum	67
V.2. Susunan puncak-puncak senyawa organoklorin dan waktu retensi larutan standar organoklorin 2,0 ppm pada kromatografi gas detektor ionisasi nyala	68
V.3. Data perbandingan waktu retensi (Rt) dan waktu retensi relatif (RRt) senyawa organoklorin dalam KG-SM dan KG-FID.....	69
V.4. Data Persentase Susut Pengeringan	72

V.5. Data senyawa organoklorin yang terdeteksi pada larutan ekstrak kunyit dengan adisi standar organoklorin 2,0 ppm.....	74
V.6. Data penentuan linieritas dieldrin dan DDD	75
V.7. Data penentuan deteksi (LOD) dan kuantitasi (LOQ) dieldrin dan DDD	76
V.8. Data penentuan akurasi dieldrin dan DDD	77
V.9. Data penentuan presisi dieldrin dan DDD	77
VI.1. Jenis kit ekstraksi QuEChERS dan kandungannya (Agilent Tech., 2013)	86
VI.2. Jenis kit <i>clean up</i> QuEChERS dan kandungannya (Agilent Tech., 2013)	86

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Perhitungan kadar adisi standar organoklorin.....	97
2. Perhitungan nilai resolusi.....	99
3. Perhitungan nilai V_{xo}	101
4. Perhitungan nilai batas deteksi dan batas kuantitasi.....	104
5. Perhitungan nilai perolehan kembali.....	107
6. Perhitungan nilai standar deviasi relatif (RSD).....	109
7. Sertifikat serbuk simplisia rimpang kunyit.....	111
8. Sertifikat analisis standar pestisida organoklorin.....	112
9. Sertifikat analisis kit ekstraksi QuEChERS.....	113
10. Sertifikat analisis <i>dispersive Solid Phase Extraction</i>	114

DAFTAR SINGKATAN

BHC	: <i>Benzenehexachloro</i>
DDD	: Diklorodifenildikloroetana
DDE	: Diklorodifenildikloroetilena
DDT	: Diklorodifeniltrikloroetana
dSPE	: <i>dispersive Solid Phase Extraction</i>
FID	: <i>Flame Ionization Detector</i>
GCB	: <i>Graphitized Carbon Black</i>
ICH	: <i>International Conference on Harmonization</i>
LOD	: <i>Limit of Detection</i> (batas deteksi)
LOQ	: <i>Limit of Quantitation</i> (batas kuantitasi)
KG	: Kromatografi Gas
KG-FID	: Kromatografi Gas dengan <i>Flame Ionization Detector</i>
KG-SM	: Kromatografi Gas dengan Detektor Spektrometri Massa
KV	: Koefisien Variasi
PSA	: <i>Primary Secondary Amine</i>
QuEChERS	: <i>Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged and Safe</i>
Rs	: Resolusi
Rt	: <i>Retention time</i> (waktu retensi)
RRt	: <i>Relative Retention time</i> (waktu retensi relatif)
RSD	: <i>Relative Standard Deviation</i> (Standar Deviasi Relatif)
SD	: <i>Standard deviation</i> (Standar deviasi)