

SKRIPSI

**VALIDASI METODE KROMATOGRAFI GAS
DENGAN DETEKTOR IONISASI NYALA UNTUK ANALISIS
RESIDU ORGANOKLORIN PADA RIMPANG LENGKUAS
MENGUNAKAN KIT QuEChERS**



**FAKULTAS FARMASI UNIVERSITAS AIRLANGGA
DEPARTEMEN KIMIA FARMASI
SURABAYA
2015**



SKRIPSI

**VALIDASI METODE KROMATOGRAFI GAS
DENGAN DETEKTOR IONISASI NYALA UNTUK ANALISIS
RESIDU ORGANOKLORIN PADA RIMPANG LENGKUAS
MENGUNAKAN KIT QuEChERS**



**FAKULTAS FARMASI UNIVERSITAS AIRLANGGA
DEPARTEMEN KIMIA FARMASI
SURABAYA
2015**

LEMBAR PERSETUJUAN
PUBLIKASI KARYA ILMIAH

Demi perkembangan ilmu pengetahuan, saya menyetujui skripsi/karya ilmiah saya, dengan judul :

**VALIDASI METODE KROMATOGRAFI GAS DENGAN
DETEKTOR IONISASI NYALA UNTUK ANALISIS RESIDU
ORGANOKLORIN PADA RIMPANG LENGKUAS
MENGUNAKAN KIT QuEChERS**

untuk dipublikasikan atau ditampilkan di internet atau media lain yaitu Digital Library Perpustakaan Universitas Airlangga untuk kepentingan akademik sebatas sesuai dengan Undang-Undang Hak Cipta.

Demikian pernyataan persetujuan publikasi karya ilmiah ini saya buat dengan sebenarnya.

Surabaya, 31 Agustus 2015

Dwi Utari

NIM : 051111035

SURAT PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini,

Nama : Dwi Utari

NIM : 051111035

Fakultas : Farmasi

menyatakan dengan sesungguhnya bahwa hasil tugas akhir yang saya tulis dengan judul :

**VALIDASI METODE KROMATOGRAFI GAS DENGAN
DETEKTOR IONISASI NYALA UNTUK ANALISIS RESIDU
ORGANOKLORIN PADA RIMPANG LENGKUAS
MENGUNAKAN KIT QuEChERS**

adalah benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri. Apabila di kemudian hari diketahui bahwa skripsi ini merupakan hasil plagiarisme, maka saya bersedia menerima sanksi berupa pembatalan kelulusan dan atau pencabutan gelar yang saya peroleh.

Demikian surat pernyataan ini saya buat untuk dipergunakan sebagaimana mestinya.

Surabaya, 31 Agustus 2015

Dwi Utari

NIM : 051111035

Lembar Pengesahan

**VALIDASI METODE KROMATOGRAFI GAS
DENGAN DETEKTOR IONISASI NYALA UNTUK ANALISIS
RESIDU ORGANOKLORIN PADA RIMPANG LENGKUAS
MENGUNAKAN KIT QuEChERS**

SKRIPSI

Dibuat untuk Memenuhi Syarat
Mencapai Gelar Sarjana Farmasi Pada
Fakultas Farmasi Universitas Airlangga
2015



Oleh:

DWI UTARI
NIM: 051111035

Disetujui oleh:

Pembimbing Utama

Pembimbing Serta

Dr.Riesta Primaharinastiti, S.Si., Apt., M.Si.
NIP. 197204181997032001

Dr. Isnaeni, MS., Apt.
NIP. 195601131982032003

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, segala puji syukur bagi Allah SWT yang telah melimpahkan segala rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “VALIDASI METODE KROMATOGRAFI GAS DENGAN DETEKTOR IONISASI NYALA UNTUK ANALISIS RESIDU ORGANOKLORIN PADA RIMPANG LENGKUAS MENGGUNAKAN KIT QuEChERS” yang merupakan salah satu syarat guna memperoleh gelar sarjana pada Fakultas Farmasi Universitas Airlangga.

Dalam proses penyelesaian skripsi ini, penulis banyak mendapatkan bantuan dari berbagai pihak baik secara moral maupun material. Oleh karena itu pada kesempatan kali ini penulis menyampaikan terima kasih dan penghargaan yang sebesar-besarnya kepada :

1. Dr. Riesta Primaharinastiti, S.Si., Apt., M.Si., selaku pembimbing utama dan Dr. Isnaeni, MS., Apt., selaku pembimbing serta atas segala waktu, kesabaran, ketelitian, bimbingan serta masukan selama menyelesaikan penelitian ini.
2. Prof. Dr. Noor Erma S., Apt., MS., dan Dra. Asri Darmawati, Apt., MS., selaku dosen penguji yang telah memberikan saran dan masukan sehingga dapat terselesaikannya skripsi ini.
3. Drs. Marcellino Rudyanto, M.Si., Ph.D., Apt., selaku ketua departemen Kimia Farmasi yang telah membantu dan memberikan kesempatan dalam menyelesaikan skripsi ini.
4. Dr. Hj. Umi Athiyah, MS., Apt., selaku dekan Fakultas Farmasi Universitas Airlangga yang telah memberikan kesempatan untuk menyelesaikan program pendidikan S-1 Farmasi.
5. Prof. Dr. H. Fasich, Apt., selaku rektor Universitas Airlangga yang telah memberikan kesempatan untuk menyelesaikan pendidikan S-1 di Universitas Airlangga.
6. Prof. Dr. Sudjarwo, Apt., MS., selaku dosen wali yang telah membimbing dan memberi arahan selama menjalankan program pendidikan S-1 Farmasi.

7. Bapak dan Ibu, Rukemin dan Rumi serta kakak-kakak, yang telah memberikan dukungan, dorongan dan doa dalam menyelesaikan skripsi dan selama menjalani program pendidikan S-1 Farmasi.
8. Seluruh staf pengajar Fakultas Farmasi Universitas Airlangga atas bekal ilmu yang telah diberikan selama masa pendidikan.
9. Anggota tim penelitian terdiri dari Anisha Marzilia, Milkhatu Sa'adah, Pristina Pangestuti, Rizdyana Firmaniar, Sofie Amalia, dan Kartiko Arif Purnomo, serta Mbak Mega yang telah memberikan bantuan, dukungan, semangat dan doa sehingga penelitian dan skripsi ini dapat terselesaikan.
10. Seluruh staf Unit Layanan Pengujian Fakultas Farmasi yang telah membantu dan membimbing sehingga penelitian ini dapat terselesaikan.
11. Teman-teman kelas A (ATB) dan Fanatik angkatan 2011 yang telah memberi dukungan dan doa.
12. Semua pihak yang secara langsung dan tidak langsung telah membantu memberikan dukungan dalam penyelesaian penelitian dan skripsi ini.

Tidak ada satu kebenaran dan kesempurnaan kecuali milik Allah SWT. Akhirnya, peneliti berharap kritik dan saran yang membangun demi perbaikan penelitian dan skripsi di masa mendatang.

Surabaya, 31 Agustus 2015

Penyusun

RINGKASAN

VALIDASI METODE KROMATOGRAFI GAS DENGAN DETEKTOR IONISASI NYALA UNTUK ANALISIS RESIDU ORGANOKLORIN PADA RIMPANG LENGKUAS MENGUNAKAN KIT QuEChERS

Dwi Utari

Pestisida masih banyak digunakan secara luas oleh masyarakat dalam pengendalian organisme pengganggu tanaman yang dilakukan untuk meningkatkan kualitas tanaman ataupun hasil tanamannya, akan tetapi selain memberikan manfaat, pestisida juga memberikan dampak negatif yakni keracunan akut dan kronik (Dirjen Pertanian, 2011). Penggunaan pestisida tidak hanya dalam proses budidaya, pada penyimpanan simplisia pun seringkali digunakan pestisida (Isnawati dan Alegantina, 2005). Pestisida yang banyak digunakan dalam budidaya tanaman dan proses penyimpanan simplisia antara lain golongan organoklorin, organofosfat, karbamat, fungisida, dan herbisida (Isnawati dan Alegantina, 2005). Sebagai upaya untuk menjaga keamanan dan kualitas produk obat, World Health Organization (WHO) menetapkan beberapa persyaratan simplisia sebagai bahan baku obat, salah satunya adalah kadar residu pestisida. Lengkuas merupakan salah satu bahan baku obat yang banyak digunakan di Indonesia.

Dalam penelitian ini, analisis organoklorin dalam sampel simplisia kering rimpang lengkuas dilakukan dengan kromatografi gas yang menggunakan detektor ionisasi nyala atau *Flame Ionization Detector* (FID) dan metode yang digunakan untuk ekstraksi sampel adalah metode QuEChERS. Sedangkan dalam pustaka baku AOAC (2007) analisis residu pestisida pada makanan, yaitu anggur, jeruk, dan selada dilakukan dengan metode ekstraksi QuEChERS dan dianalisis menggunakan kromatografi gas-spektrometri massa dengan gas pembawanya helium. Akan tetapi, pada penelitian dilakukan validasi metode karena adanya perbedaan dalam instrumen yang digunakan, kondisi analisis, dan modifikasi dalam hal preparasi sampel.

Pada penelitian ini hanya ada 9 senyawa dari 17 analit organoklorin yang dapat terdeteksi dalam matrik sampel lengkuas. Beberapa parameter validasi metode yang ditentukan meliputi selektivitas, linieritas, batas deteksi dan kuantitasi, akurasi, serta presisi. Parameter selektivitas menunjukkan pemisahan yang baik antar senyawa analit dan komponen lain dengan nilai resolusi $> 1,5$. Untuk parameter linieritas, ke sembilan analit menunjukkan nilai $r^2 > 0,995$ dan ini memenuhi persyaratan linier menurut AOAC (2007). Batas deteksi dan batas kuantitasi dari masing masing analit diperoleh hasil dengan rentang 0,06-0,29 ppm dan 0,21-0,96 ppm. Penentuan akurasi dilakukan dengan metode adisi standar, dan hasil rata-rata persen perolehan kembali dari masing-masing analit yaitu 61,79-119,03%. Dari 9 analit, yang memenuhi persyaratan akurasi dengan nilai % perolehan kembali dalam rentang 70-120% ada 8 analit. Sedangkan untuk presisi diperoleh nilai %KV untuk masing-masing analit kurang dari 15%, semua analit memenuhi kriteria penerimaan.

Validasi metode kromatografi gas untuk analisis residu organoklorin pada rimpang lengkuas menggunakan kit QuEChERS memenuhi persyaratan validasi metode hanya untuk analit organoklorin 5, organoklorin 6, organoklorin 7, organoklorin 9, organoklorin 10, organoklorin 11, organoklorin 12, dan organoklorin 13. Metode ini dapat digunakan untuk analisis residu organoklorin jenis tertentu pada rimpang lengkuas. Untuk dapat menganalisis ketujuh belas senyawa organoklorin diperlukan optimasi lebih lanjut dalam preparasi sampel.