

# SKRIPSI

## VALIDASI METODE KROMATOGRAFI GAS DENGAN DETEKTOR IONISASI NYALA UNTUK ANALISIS RESIDU ORGANOKLORIN PADA SAMBILOTO (*Andrographis paniculata*)

(Preparasi menggunakan kit QuEChERS)



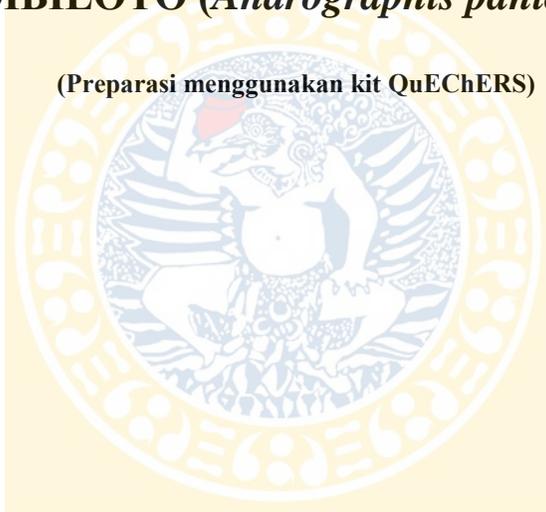
**RIZDYANA FIRMANIAR**

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

# SKRIPSI

## VALIDASI METODE KROMATOGRAFI GAS DENGAN DETEKTOR IONISASI NYALA UNTUK ANALISIS RESIDU ORGANOKLORIN PADA SAMBILOTO (*Andrographis paniculata*)

(Preparasi menggunakan kit QuEChERS)



**RIZDYANA FIRMANIAR**  
**051111075**

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

**LEMBAR PENGESAHAN**

**VALIDASI METODE KROMATOGRAFI GAS UNTUK ANALISIS  
RESIDU ORGANOKLORIN PADA SAMBILOTO (*Andrographis  
paniculata*) DENGAN KIT QUECHERS**

**SKRIPSI**

**Dibuat Untuk Memenuhi**

**Syarat Mencapai Gelar Sarjana Farmasi Pada**

**Fakultas Farmasi Universitas Airlangga**

**Surabaya**

**2015**

**Oleh :**

**RIZDYANA FIRMANIAR**

**NIM : 051111075**

**Disetujui Oleh:**

**Pembimbing Utama**

**Pembimbing Serta**

**Dr. Riesta Primaharinastiti, S.Si., Apt., M.Si.**

**NIP. 197204181997032001**

**Prof. Dr. H. Amirudin Prawita, Apt.**

**NIP. 194501011976031001**

**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 SAMBILOTO  
(*Andrographis paniculata*)**

**(Preparasi menggunakan 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, 16 September 2015

**Rizdyana Firmaniar**

**NIM : 051111075**

**SURAT PERNYATAAN**

Saya yang bertanda tangan di bawah ini,

Nama : Rizdyana Firmaniar

NIM : 051111075

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 SAMBILOTO**

*(Andrographis paniculata)*

**(Preparasi menggunakan 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, 16 September 2015

**Rizdyana Firmaniar**

**NIM : 051111075**

## Lembar Pengesahan

# VALIDASI METODE KROMATOGRAFI GAS DENGAN DETEKTOR IONISASI NYALA UNTUK ANALISIS RESIDU ORGANOKLORIN PADA SAMBILOTO (*Andrographis paniculata*)

(Preparasi menggunakan kit QuEChERS)



**Disetujui oleh:**

**Pembimbing Utama**

**Pembimbing Serta**

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

**Prof. Dr. H. Amirudin Prawita, Apt.**  
NIP. 194501011976031001

## KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, segala puji syukur bagi Sang Pencipta Semesta, Allah SWT yang telah melimpahkan segala rahmat dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “VALIDASI METODE KROMATOGRAFI GAS DENGAN DETEKTOR IONISASI NYALA UNTUK ANALISIS RESIDU ORGANOKLORIN PADA SAMBILOTO (*Andrographis paniculata*) (Preparasi 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 tak lupa penulis menyampaikan terima kasih dan penghargaan yang sedalam-dalamnya kepada :

1. Dr. Riesta Primaharinastiti, S.Si., Apt., M.Si., selaku pembimbing utama dan Prof. Dr. H. Amirudin Prawita, Apt., selaku pembimbing serta atas segala waktu, kesabaran, ketelitian, bimbingan serta masukan selama menyelesaikan penelitian ini.
2. Dr. Isnaeni, Febri Annuryanti, S.Farm., Apt., M.Sc., dan Dra. Juniar Moechtar, 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 Athijah, M.S., 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, M.S., Apt., selaku dosen wali yang telah membimbing dan memberi arahan selama menjalankan program pendidikan S-1 Farmasi.
7. Mama, Ridatul Ainy serta adik-adik, Nadya Innasa Khairani dan Rahadyan Itsar Fadhilah serta seluruh keluarga 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, Dwi Utari, Milkhatu Sa'adah, Pristina Pangestuti, Kartiko Arif Purnomo dan Sofie Amalia Ananda dan juga teman-teman lainnya yang telah memberikan bantuan, dukungan, semangat dan doa sehingga penelitian dan skripsi ini dapat terselesaikan.
10. 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. Peneliti mengharap kritik dan saran yang membangun demi perbaikan penelitian di masa mendatang.

Surabaya, 16 September 2015

Penyusun



RINGKASAN

**VALIDASI METODE KROMATOGRAFI GAS  
DENGAN DETEKTOR IONISASI NYALA  
UNTUK ANALISIS RESIDU ORGANOKLORIN  
PADA SAMBILOTO (*Andrographis paniculata*)**

**(Preparasi menggunakan kit QuEChERS)**

Rizdyana Firmaniar

Penggunaan pestisida pada sektor pertanian semakin banyak karena terdapat peningkatan permintaan hasil pertanian. Salah satu jenis pestisida tersebut adalah organoklorin. Berdasarkan Peraturan Menteri Pertanian nomor: 01/Permentan/OT. 140/1/2007 disebutkan bahwa beberapa pestisida golongan organoklorin tidak boleh digunakan namun masih banyak petani yang menggunakan.

Bahan baku tanaman obat dapat mengandung pestisida akibat adanya penyemprotan, pengobatan tanaman selama proses budidaya dan pemberian pestisida pada masa penyimpanan. Diperlukan adanya kontrol penentuan pestisida pada tanaman obat yang sesuai dengan prosedur (WHO, 1998). Salah satunya pada tanaman obat sambiloto. Instrumen yang digunakan adalah kromatografi gas dengan detektor ionisasi nyala, karena organoklorin merupakan senyawa yang mudah menguap dan mengandung atom karbon serta hidrogen.

Metode preparasi sampel yang digunakan ialah menggunakan kit QuEChERS, metode preparasi ini memberikan hasil analisis dengan kualitas tinggi dengan pendekatan yang cepat, mudah dan murah (Lehotay, 2004). Didalam AOAC *official method* tahun 2007 terdapat metode analisis residu pestisida yang digunakan pada sampel anggur, jeruk, dan selada menggunakan instrument analisis kromatografi gas dengan detektor spektrometri massa. Oleh karena itu perlu dilakukan validasi metode disebabkan adanya matriks sampel yang digunakan dan juga adanya perbedaan detektor serta adanya proses modifikasi kondisi analisis.

Metode ini merupakan metode yang termasuk dalam kategori 2 dalam parameter validasi. Dari hasil parameter validasi metode selektifitas menunjukkan pemisahan yang baik dengan nilai resolusi  $\geq 1,5$  pada semua analit organoklorin. Hasil linieritas menunjukkan 16 analit organoklorin memiliki r hitung 0,9878-

0,9993, nilai  $r$  ini lebih besar dari  $r$  tabel (nilai  $r$  tabel 0,9587 dengan jumlah  $n=5$  dan taraf signifikan 1%). Batas deteksi dan batas kuantitas untuk 16 analit organoklorin memenuhi yaitu dibawah konsentrasi kadar yang akan dihitung. Perolehan persen *recovery* dilakukan dengan adisi penambahan 100% dari konsentrasi target. Rata-rata *recovery* untuk analit organoklorin  $\alpha$ -BHC,  $\delta$ -BHC, aldrin, heptaklor epoksida, endosulfan I, p'p-DDE, endrin, endosulfan II, p'p-DDD, endrin aldehid, endosulfan sulfat dan metoksilor yang didapat berkisar antara 77,34% - 117,25%, nilai ini memenuhi persyaratan dari akurasi. Sementara itu untuk analit organoklorin  $\gamma$ -BHC dan heptaklor tidak memenuhi syarat yang memenuhi parameter akurasi. Sementara %KV yang didapatkan memenuhi persyaratan validasi adalah kurang dari 15%, analit organoklorin  $\gamma$ -BHC, heptaklor, aldrin, heptaklor epoksida, endosulfan I, p'p-DDE, endrin, endosulfan II, p'p-DDD, endrin aldehid, endosulfan sulfat dan metoksilor memiliki %KV dengan rentang 1,96% - 14,63%.

Data nilai parameter tersebut dapat menunjukkan bahwa hanya organoklorin aldrin, heptaklor epoksida, endosulfan I, p'p-DDE, endrin, endosulfan II, p'p-DDD, endrin aldehid, endosulfan sulfat dan metoksilor. yang memenuhi persyaratan validasi metode analisis.