LAPORAN TUGAS AKHIR

VALIDASI METODE ANALISA PESTISIDA TRANSFULTHRIN MENGGUNAKAN KROMATOGRAFI GAS DI BADAN RESERSE KRIMINAL POLRI PUSAT LABORATORIUM FORENSIK

Diajukan untuk salah satu syarat untuk memperoleh derajat Ahli Madya Sains (A.Md.Si) Analisis Kimia Program Studi D III Analisis Kimia

Oleh :
Aprilia Irna Arum Sari
17231013

PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
YOGYAKARTA
2020

LAPORAN TUGAS AKHIR

VALIDASI METODE ANALISA PESTISIDA TRANSFULTHRIN MENGGUNAKAN KROMATOGRAFI GAS DI BADAN RESERSE KRIMINAL POLRI PUSAT LABORATORIUM FORENSIK

ANALYTICAL METHOD VALIDATION OF TRANSFULTHRIN USING GAS CHROMATOGRAPHY IN FORENSIC LABORATORY CENTER OF BADAN RESERSE KRIMINAL POLRI

Oleh :
Aprilia Irna Arum Sari
17231013

PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
YOGYAKARTA
2020

HALAMAN PENGESAHAN
LAPORAN TUGAS AKHIR

VALIDASI METODE ANALISA PESTISIDA TRANSFULTHRIN MENGGUNAKAN KROMATOGRAFI GAS DI BADAN RESERSE KRIMINAL POLRI PUSAT LABORATORIUM FORENSIK

Dipersiapkan dan disusun oleh:
Aprilia Irna Arum Sari
17231013

Telah disetujui oleh Dosen Pembimbing Tugas Akhir
Program Studi D III Analisis Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia
Pada tanggal 27 Agustus 2020

Menyetujui,

Ketua Program Studi	**Pembimbing**
Tri Esti Purbaningtias, S.Si., M.Si.	**Puji Kurniawati, S.Pd.Si., M.Sc.**
NIK. 132311102	**NIK. 132311103**

HALAMAN PENGESAHAN

LAPORAN TUGAS AKHIR

VALIDASI METODE ANALISA STANDAR PESTISIDA TRANSFULTHRIN MENGGUNAKAN KROMATOGRAFI GAS DI BADAN RESERSE KRIMINAL POLRI PUSAT LABORATORIUM FORENSIK

Dipersiapkan dan disusun oleh:
Aprilia Irna Arum Sari
17231013

Telah dipertahankan di depan Tim Penguji pada tanggal 27 Agustus 2020

Susunan Tim Penguji

Pembimbing

Puji Kurniawati, S.Pd.Si., M.Sc.
NIK. 132311103

Penguji I

Muhaimin, S.Si., M.Sc.
NIK. 156141305

Penguji II

Reni Banowati I, S.Si., M.Sc.
NIK. 052316002

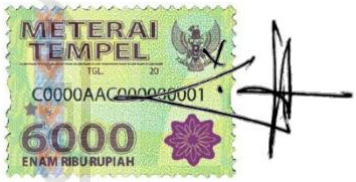
Mengetahui,
Dekan Fakultas MIPA UII

Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D.
NIK. 006120101

HALAMAN PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa Laporan Tugas Akhir yang berjudul " Validasi Metode Analisis Standar Pestisida Transfulthrin Menggunakan Kromatografi Gas di Badan Reserse Kriminal Polri Pusat Laboratorium Forensik " tidak terdapat bagian yang pernah digunakan untuk memperoleh gelar Ahli Madya Sains atau gelar lainnya di suatu Perguruan Tinggi dan sepengetahuan saya tidak terdapat bagian yang pernah ditulis dan diterbitkan orang lain kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Yogyakarta,



Aprilia Irna Arum Sari

MOTTO

"Janganlah kamu bersikap lemah dan janganlah pula kamu bersedih hati, padahal kamulah orang yang paling tinggi derajatnya jika kamu beriman". Tidak diperkenankan senantiasa memandang diri sebagai orang yang buruk atau penuh dengan kekurangan, setiap manusia mendapat anugrah dari Allah berupa kelebihan dan kelemahan masing-masing. Berfikir negatif terhadap diri sendiri menandakan kurangnya rasa syukur. Memaksimalkan kelebihan yang anda punya untuk kebaikan dan jadikan kekurangan sebagai motivasi untuk meningkatkan kualitas diri

-QS. Al-imran : 139

I say if i'm beautiful. I say if i'm strong. You will not determine my story, I will

-Amy Schumer

Be gentle with yourself, learn to love yourself, to forgive yourself, for only as we have the right attitude toward ourselves can we have the right attitude toward others

-Wilfred Peterson

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdullilahirobbil'alamin, saya ucapkan puji dan syukur Kepada Allah SWT yang telah memberikan kemudahan dan kelancaran dalam menyusun tugas akhir ini.

Saya juga mengucapkan banyak terimaksih kepada :

Ibu, bapak, adik dan nenek saya yang telah memberi semangat, motivasi dan dukunganya baik moril maupun materil. Teruntuk kedua orangtuaku, terimakasih banyak berkat doa kalian yang selalu mengiringi langkah april sampai saat ini, terimaksih sudah memberi april banyak semangat serta untuk pengorbanan kalian yang selalu mamah bapa lakukan untuk april.

Dosen-dosen dan staff D III Analisis Kimia FMIPA UII yang telah memberikan banyak ilmu, dukungan dan bimbingan mulai dari awal masuk dunia perkuliahan yang belum tau apa-apa sampai saat ini menyelesaikan tugas akhir dengan lancar. Terutama untuk ibu Puji kurniawati,S.Si.,M.Sc selaku pembimbing PKL, saya ucapkan banyak terimakasih karena sudah dengan sabar membimbing dan memberi arahan kepada saya sehingga tugas akhir ini dapat tersusun dengan baik.

Keluarga besar PUSLABFOR MABES POLRI yang telah menerima dan membimbing saya PKL di PUSLABFOR terkhusus untuk subdidang toksikologi lingkungan, terutama untuk bapak Faizal selaku pembimbing PKL saya ucapkan banyak terimakasih sudah membimbing saya selama 3 bulan ini, terimakasih saya ucapkan kepada ibu eti, ibu nisa, dan kak mulla yang telah mengajarkan banyak hal dan ilmu baru yang tentunya sangat bermanfaat untuk saya.

Kepada teman-teman PKL saya siti, suci, dan dilla yang telah memberi semangat, menjadi teman yang baik, yang telah menemani hari-hari saya, dan berjuang bersama selama di jakarta.

Teman-teman kos ragil yang telah menemani saya selama kuliah diyogyakarta ini, menjadi teman yang baik, menjadi tetangga kamar yang baik dalam suka dan duka selama menjadi anak kos.

Teman-teman saya rizki, angga, sita, retno, icus, maya, septin, konaah, khusnul yang sudah mendengarkan keluh kesah selama penyusunan tugas akhir ini dengan sabar, semangat yang tiada hentinya, dan selalu memberi masukan.

Teman-teman seperjuangan di Analisis Kimia angkatan 2017 yang sudah berjuang bersama dengan susah senang selama 3 tahun ini. Pastinya dengan banyak pengalaman baru yang didapat.

Saya persembahkan tugas akhir ini yang melewati keluh kesah dan kerja keras untuk kalian orang-orang dikeliling saya.

KATA PENGANTAR

Assalamualaikum warahmatullahi wabarakatuh

Puji dan syukur kita panjatkan kepada Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat serta hidayahNya, Sehingga saya dapat menyelesaikan laporan Praktik Kerja Lapangan (PKL) yang berjudul validasi metode analisa standar pestisida transfulthrin menggunakan kromatografi gas.

Laporan Tugas Akhir disusun sebagai sebagai salah satu syarat untuk menyelesaikan program pendidikan derajat Ahli Madya Sains (A.Md.Si) pada Program Studi D III Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia. Selama proses penyusunan laporan ini penulis menyadari bahwa tanpa bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, pada kesempatan ini penulis mengucapkan banyak terimakasih kepada:

1. Brigjen Pol Drs. Alex Mahardika selaku Ketua Pusat Laboratorium Forensik.
2. Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si.,Ph.D. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
3. Tri Esti Purbaningtyas, S.Si., M.Sc selaku Ketua Program Studi D III Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
4. Puji Kurniawati, S.Si.,M.Sc. selaku Dosen Pembimbing PKL.
5. Kompol Faizal Rachmad.S.Si selaku pembimbing utama PKL.
6. Eti, Ibu Nisa, dan Kak mulla selaku staff Subbidang Toksikologi Lingkungan.

Penyusun menyadari bahwa laporan ini masih banyak kekurangan dan jauh dari kata sempurna, oleh sebab itu penyusun mengharapkan arahan, bimbingan, kritik dan saran yang membangun untuk menghasilkan laporan yang lebih baik kedepannya. Semoga laporan ini dapat bermanfaat bagi penyusun maupun pihak yang terkait.

Waalaikumsallam warahmatullahi wabaraokatuh

Yogyakarta

Penyusun

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL..... I

HALAMAN PENGESAHAN..... III

HALAMAN PERNYATAAN..... IV

HALAMAN MOTTO..... VI

HALAMAN PERSEMBAHAN..... VII

KATA PENGANTAR..... IX

DAFTAR ISI..... XI

DAFTAR GAMBAR..... XIV

DAFTAR TABEL..... XV

DAFTAR LAMPIRAN..... XVI

INTISARI..... XVII

BAB I PENDAHULUAN..... 1

1.1 LatarBelakang..... 1

1.2 RumusanMasalah..... 2

1.3 Tujuan..... 2

1.4 Manfaat..... 2

BAB II DASAR TEORI..... 3

2.1 Profil Pusat Laboratorium Forensik..... 3

2.2 Pestisida..... 5

2.3 Insektisida..... 6

2.5 Transfulthrin..... 7

2.6 GC-FID..... 8

2.7 Validasi Metode Analisis..... 10

2.7.1 Linearitas..... 10

2.7.2 Presisi..... 11

2.7.3 LOD dan LOQ..... 12

2.7.4 Selektivitas 12

2.7.4 Ketidakpastian Pengukuran..... 13

BAB III METODOLOGI..... 15

3.1 Bahan..... 15
3.2 Alat..... 15
3.3 Prosedur Kerja..... 15
3.3.1 Optimasi Instrumen GC-FID..... 15
3.3.2 Preparasi Sampel..... 16
3.3.3 Validasi Metode Analisis..... 16
3.3.4.1 Uji Kesesuaian Sistem..... 16
3.3.4.2 Uji Nilai Lempeng Teoritis..... 16
3.3.4.3 Presisi Instrumentasi..... 16
3.3.4.4 Kurva Kalibrasi dan Batas Deteksi..... 17
3.3.4.5 Selektivitas 17
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN..... 18
4.1 Optimasi Kromatografi Gas..... 18
4.2 Hasil Uji Kesesuaian Sistem..... 19
4.2.1 Nilai Lempeng Teoritis..... 20
4.2.2 Presisi Instrumentasi..... 21
4.2.3 Kurva Kalibrasi..... 23
4.2.4 Penentuan LOD dan LOQ..... 24
4.2.5 Selektifitas..... 25
4.2.6 Estimasi Ketidakpastian Pengukuran..... 26
BAB V PENUTUP..... 29
5.1 Kesimpulan..... 29
5.2 Saran..... 29
DAFTAR PUSTAKA..... 30

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur Transfulthrin 8
Gambar 2.2 Skema Gas Kromatografi 9
Gambar 4.1 Kromatogram Nilai Lempeng Teoritis 20
Gambar 4.2 Kromatogram Presisi Instrumentasi 21
Gambar 4.3 Kromatogram Kurva Kalibrasi 23
Gambar 4.4 Kurva Kalibrasi Larutan Standar Transfulthrin 23
Gambar 4.5 Kromatogram Selektifitas 25
Gambar 4.5 Diagram Tulang Ikan Ketidakpastian Pengukuran 28

DAFTAR TABEL

Tabel 3.1 Optimasi Instrumen GC-FID 15
Tabel 4.1 Data Hasil Pengujian Lempeng Teoritis 20
Tabel 4.2 Hasil Uji Presisi Instrumen Senyawa Transfulthrin 21
Tabel 4.3 Data Larutan Standar Transfulthrin 23
Tabel 4.4 Hasil Uji Batas Deteksi Senyawa Transfulthrin 24
Tabel 4.5 Data Analisa Sampel Transfulthrin 25
Tabel 4.6 Sumber-Sumber Ketidakpastian 26
Tabel 4.7 Penyumbang Ketidakpastian 27
Tabel 4.8 Ketidakpastian Diperluas 27

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Pembuatan Standar Transfulthrin 33
Lampiran 2. Optimasi Instrumen GC-FID 34
Lampiran 3. Nilai Lempeng Teoritis 34
Lampiran 4. Presisi Instrumentasi 36
Lampiran 5. Kurva Kalibrasi 40
Lampiran 6. Limit of Detection (LOD) dan Limit of Quantitation (LOQ) 48
Lampiran 7. Selektifitas 49
Lampiran 8. Ketidakpastian Pengukuran 50

VALIDASI METODE ANALISA PESTISIDA TRANSFULTHRIN MENGGUNAKAN KROMATOGRAFI GAS DI BADAN RESERSE KRIMINAL POLRI PUSAT LABORATORIUM FORENSIK

Aprilia Irna Arum Sari

Program Studi D III Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia Jl. Kaliurang KM 14,5 Email : 17231013@students.uii.ac.id

INTISARI

Analisis Pestisida Transfulthrin dengan GC-FID bertujuan untuk mengkonfirmasi kesesuaian sistem sesuai parameter, mengkonfirmasi hasil analisis pestisida serta mengkonfirmasi validasi metode. Kesesuaian sistem dapat dilihat pada hasil lempeng teoritis yang dianalisis secara kromatografi gas. Hasil analisis Pestisida Transfulthrin dilakukan dengan metode kromatografi gas. Validasi yang dilakukan pada metode ini menggunakan parameter Linearitas dan presisi. Hasil dari Pestisida Transfulthrin yang memiliki kesesuaian sistem didapatkan sebesar 31198,57. Hasil analisis Pestisida Transfulthrin didapatkan sebesar 92,612 ppm.Validasi metode dengan parameter presisi dan linearitas didapatkan hasil sebesar 0,139% dan y= 345,67x+486,68 dengan nilai Determinasi 0,9704. Hasil validasi pada metode ini menggunakan Kromatografi Gas dengan detektor FID, dari hasil yang didapatkan menunjukkan metode yang dilakukan baik untuk penetuan Pestisida Transfulthrin.

Kata Kunci : Transfulhrin, Pestisida, Validasi Metode, Kromatografi Gas

BAB I
PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Pestisida merupakan zat yang dapat digunakan untuk membunuh dan mengendalikan hama. Beberapa jenis pestisida digunakan oleh masyarakat seperti insektisida. Insektisida sudah banyak dimanfaatkan di dalam kehidupan sehari-hari oleh masyarakat indonesia, hal ini terjadi karena indonesia merupakan negara dengan iklim tropis yang artinya masuk dalam kondisi penyakit vektor tinggi, salah satu insektisida yang digunakan didalam rumah tangga yaitu obat antinyamuk (Kemenkes, 2012). Berbagai jenis obat antinyamuk yang telah digunakan dalam kehidupan sehari-hari diantaranya yaitu obat antinyamuk elektrik, elektrik, nyamuk bakar dan aerosol atau semprot. Obat nyamuk aerosol atau semprot merupakan jenis obat antinyamuk yang banyak digunakan di Jakarta dibandingkan dengan jenis oles, bakar elektrik dan penggunaan kombinasi jenis semprot, baka, dan oles yaitu 36,6% (Depkes, 2009).

Penyakit yang disebabkan oleh gigitan nyamuk semakin meningkat, termasuk yang mempunyai iklim tropis sepeti di indonesia, karena daerah dengan iklim tropis merupakan tempat yang cocok untuk nyamuk berkembang biak. Penggunaan obat antinyamuk merupakan salah satu usaha yang telah dilakukan masyarakat untuk penanggulangan nyamuk, penggunaan insektisida seperti obat antinyamuk tersebut tentunya mengandung beberapa senyawa kimia. Penggunaan insektisida kimia memberikan hasil yang efektif dan optimal untuk membunuh serangga penggangu sepeti nyamuk, namun dapat menimbulkan dampak negatif pada organisme hidup yang lain maupun pada lingkungan sekitar karena mengandung bahan kimia yang sulit terdegradasi di alam sehingga residunya dapat mencemari lingkungan dan juga dapat menurunkan kualitas lingkungan. Pestisida juga dapat menyebabkan dampak yang berbahaya bagi tubuh manusia seperti keracunan dan dapat menyebabkan dampak yang fatal seperti kanker, kemandulan, dan cacat tubuh. Dampak negatif lain yang disebabkan oleh bahaya pestisida ini dianataranya yaitu kematian dari musuh alami dari organisme pengganggu.

Obat anti nyamuk terbuat dari bahan kimia sintetik. Senyawa kimia yang termasuk dalam golongan pestisida yaitu organofosfat dan karbamat, kedua bahan kimia tersebut dapat menghambat kerja enzim kolinesterase (AChE), yaitu enzim yang berkerja pada sistem sawar otak dan dapat memicu transfer sinyal (neurotransmitter) yang terdapat pada saraf manusia. Kandungan yang terdapat pada obat anti nyamuk ada berbagai macam diantaranya yaitu DEET (N,N-diethyl-m-toluamide), minyak eucalyptus lemon (PM), picaridin (KBR 3023), piretrin, dichlorvas, karbamat dan organofosfat, propoxur, diethyltoluamide dan pyrethroid yang mempunyai turunan seperti d-allethrin, bioallethrin, transflutrin, pralethrin, cypenothrin atau esbiothrin, dphenothrin, dan transfulthrin.

Bahan aktif yang terdapat dalam obat anti nyamuk dapat digunakan untuk membunuh serangga, hal ini dapat terjadi karena didalam obat antinyamuk terdapat kandungan racun jenis pestisida. Zat aktif yang terdapat pada obat antinyamuk yang berbahaya seperti propoxur, diethyltoluamid, dichlorovinyl dimethyl phospate (DDVP), dan transfulthrin. Transfulthrin merupakan jenis zat yang memiliki bahaya yaitu karsinogenik yang terdapat pada semua jenis antinyamuk, khususnya yang dijual dan beredar luas di Indonesia. Transfulthrin jika digunakan dalam batas tertentu sudah diangap relatif aman sebagai bahan aktif yang terkandung di dalam obat antinyamuk, bahaya yang dapat ditimbulkan akibat terpapar transfulthrin yaitu apabila terhirup dapat menyebabakan gangguan pernafasan, muntah, palpitasi, mual, penglihatan kabur, pengingkatan berkeringat dan fasikulasi sedikit, dapat menyebabkan gatal, maupun terasa terbakar apabila terkena kulit dan jika terpapar dalam jangka waktu yang panjang dapat menyebabkan keracunan tingkat yang parah.

Metode yang dapat digunakan dalam menganalisis pestisida sangat bervariasi tergantung pada spesifikasi dan kondisi sampel yang akan diuji. Sejauh ini, metode yang banyak dikembangkan dan yang diterapkan ialah metode kromatografi gas dan KCKT (kromatografi cair kinerja tinggi) karena teknik pengerjaannya antara kedua metode tersebut relatif mudah dibandingkan dengan teknik analisis yang lain. Metode yang dipilih yaitu menggunakan detektor yang spesifik dapat diterapkan untuk analisis kualitatif dan kuantitatif.

Validasi metode merupakan suatu tindakan yang dilakukan sebagai penilaian terhadap suatu parameter, pada percobaan yang telah dilakukan dilaboratorium untuk membuktikan bahwa parameter yang digunakan telah memenuhi persyaratan sesuai penggunaanya (Harmita, 2014). Parameter-parameter yang dalam validasi metode antara lain yaitu akurasi (kecermatan), linieritas dan rentang, presisi (keseksamaan), selektifitas, ketangguhan metode, batas deteksi dan batas kuantitas, kekuatan metode. Parameter-parameter yang digunakan apabila dapat dipertanggungjawabkan maka suatu metode analisis dapat dikatakan valid dan dapat digunakan untuk analisis secara rutin.

1.2. Rumusan Masalah

Rumusan masalah pada penelitian ini adalah:

1. Bagaimana hasil uji kesesuaian sistem pada analisis pestisida transfulthrin menggunakan kromatografi gas yang ditinjau dari jumlah lempeng teoritis ?
2. Bagaimana data hasil validasi metode pengujian transfulthrin menggunakan kromatografi gas dengan parameter linearitas, LOD dan LOQ, dan presisi ?
3. Bagaimana nilai analisis pestisida transfulthrin menggunakan kromatografi gas ?

1.3. Tujuan

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Mengkonfirmasi hasil kesesuaian sistem untuk pengujian pestisida transfulthrin sesuai parameter yang digunakan oleh laboratorium Forensik Jakarta Timur.
2. Mengkonfirmasi validasi metode yang dilakukan untuk pengujian pestisida oleh laboratorium Forensik Jakarta Timur.
3. Mengkonfirmasi hasil analisis pestisida transfulthrin oleh laboratorium Forensik Jakarta Timur.

1.4. Manfaat

Manfaat dari penelitian ini adalah:

1. Penelitian ini diharapkan dapat memperoleh data dengan hasil yang valid yang dapat digunakan sebagai bukti yang otentik dan objektif validasi metode dengan parameter yang telah terpenuhi.

BAB II
TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Pusat Laboratorium Forensik

Pusat Laboratorim Forensik (PUSLABFOR) merupakan lambaga struktural yang ada didalam organisasi Kepolisian Negara Republik Indonesia yang berperan serta dalam melakukan penyelidikan kejahatan dengan teknologi ataupun melakukan penyelidikan secara ilmiah.

Pusat Laboratorium Forensik didirikan pada tanggal 15 januari 1954 di jakarta berdasarkan order KKN No. 1/VII/1954 yang dirintis oleh Pimpinan Kepolisian dalam rangka menjadi anggota ICPO-interpol. Bulan Mei 1952, pada sidang ke-21 Majelis Umum ICPO/Interpol yang dihadiri oleh dua utusan dari Kejaksaan Agung dan Djawatan Kepolisian Negara (DKN) sebagi peninjau dan pada tahun yang sama Indonesia memutuskan untuk masuk menjadi anggota ICPO/Interpol. Syarat diterimanya Polri menjadi anggota Interpol yaitu dengan cara salah satunya Indonesia harus sudah menerapkan atau menggunakan Ilmu Forensik. Oleh sebab itu, tanggal 15 Januari 1954 berdasarkan order Kepala Kepolisian Negara Nomor :1/ VIII / 1954, dibentuklah Seksi Interpol dan Seksi Laboratorium, di bawah Dinas Reserse Kriminil. Dimana Seksi Laboratorium pada saat itu bertugas melakukan pemeriksaan surat-surat/dokumen dan pemeriksaan senjata api/balistik. Tanggal 16 april 1957 didirikan Laboratorium Kriminil Cabang Surabaya berdasarkan Surat Keputusan Kepala Kepolisian Negara Nomor : 26 / Lab / 1957, secara adiministratif telah ditempatkan di bawah Kantor Komisariat Jawa Timur. Laboratorium kriminal Cabang Surabaya bekerja sama dengan Depot Pharmasi Depkes di Surabaya dan kamar mayat di Rumah Sakit Dr. Soetomo Surabaya, sehingga dimulai kegiatan-kegiatan pemeriksaan ilmiah laboratoris di bidang kimia.

Pusat Laboratorium Forensik dikepalai oleh seorang kepada Pusat Laboratorium Forensik Polri (Kapuslabfor Polri) yang dibantu oleh seorang sekretaris Pusat Laboratorium Forensik Polri (Sespuslabfor Polri), yang telah diatur dalam Peraturan Kapolri No. 21 tahun 2010 tentang organisasi dan Tata Kerja Mabes Polri.

Visi PUSLABFOR yaitu terwujudnya dukungan pelaksanaan penegakan hukum dengan berbasis ilmu pengetahuan dan teknologi untuk memberikan kepastian hukum serta mewujudkan aparat penegakan hukum dan masyarakat yang berwawasan forensik. Sedangkan misi Puslabfor yaitu :

1. Melaksanakan pembangunan kekuatan Puslabfor Bareskrim Polri baik untuk sistem dan metode personal maupun material, serta fasilitas dan jasa.
2. Memelihara dan meningkatkan profesionalisme personal, operasional peralatan dan meningkatkan upaya pemeliharaan serta mengupayakan tercapainya sistem dan metode pemeriksaan ilmiah yang standar, baik ditingkat pusat maupun cabang-cabangnya.
3. Menyelenggarakan pembinaan teksnis fungsi laboratorium forensik kepada aparat penegak hukum melalui bimbingan teknis dan sosialisasi berdasarkan petunjuk-petunjuk bidang laboratorium forensik.
4. Menyelenggarakan sosialisasi fungsi kepada masyarakat sehingga terwujud masyarakat yang berwawasan forensik.
5. Melaksanakan penggunaan kekuatan Puslabfor Bareskrim Polri dalam pembuktian secara ilmiah sehingga tercipta kepastian hukum.
6. Melaksanakan pemeriksaan laboratoris berang bukti dalam memberikan dukungan penyelidikan kepada jajaran reserse serta instansi lain yang terkait.

Dalam melaksanakan tugasnya, Pusat Laboratorium Forensik Bareskrim Polri mempuanyai fungsi, yaitu :

a) Perumusan dan pengembangan petunjuk dan prosedur pelaksanaan fungsi kriminalistik atau forensik kepolisian.
b) Penyelenggaraan pengawasan dan pemberi arahan dalam rangka menjamin terlaksanaanya tugas sesuai petunjuk dan prosedur pelaksanaan fungsi kriminalistik atau forensik kepolisian.
c) Pemberi dukungan dalam pelaksanaan fungsi kriminalistik atau forensik kepolisian pada tingkat kewilayahan.
d) Penyelenggara pemeriksaan teknis kriminalistik TKP dan analisis laboratoris barang bukti berkaitan dengan pelaksaan penyelidikan, penyidikan, penuntutan, dan peradilan.

2.2 Pestisida

Pestisida berasal dari kata pest yang berarti hama dan sida yang berasal dari kata *caedo* berarti pembunuh. Pestisida dapat diartikan secara sederhana sebagai pembunuh hama. Pestisida adalah produk berupa zat atau campuran zat yang berbentuk cair, gas, atau padat yang digunakan untuk membunuh, mencegah, melindungi, mengontrol, atau mengurangi bentuk-bentuk kehidupan tanaman atau hewan atau virus (kecuali jamur, virus, atau bakteri pada atau dalam kehidupan manusia dan hewan lainnya) (Aurand, 1987). *Food and Agriculture Organization* (FAO) mendefinisikan bahwa pestisida merupakan zat yang dapat diharapkan untuk melakukan pencegahan, pengancurkan atau pengawasan setiap hama termasuk terhadap manusia atau penyakit pada binatang, dan tanaman atau binatang yang menyebabkan kerusakan selama proses produksi berlangsung penyimpanan atau pemasaran makanan, kayu dan produksi kayu, atau bahan makanan binatang serta komoditi pertanian (sutarni, 2007). Jenis pestisida yang terbanyak digunakan yaitu fungisida, herbisida, dan insektisida. Pestisida terbatas adalah pestisida yang karena sifatnya (fisik dan kimia) dan atau karena daya racunnya, telah dinilai sangat berbahaya bagi kehidupan manusia dan lingkungan, oleh karena itu hanya diizinkan untuk diedarkan, disimpan dan digunakan secara terbatas (Depkes, 2004).

Peraturan Pemerintah NO. 7 Tahun 1973 merupakan peraturan yang mengatur tentang pestisida. Peraturan ini berisi untuk melindungi keselamatan manusia dan sumber-sumber kekayaan alam khususnya kekayaan alam hayati, dan supaya pestisida dapat digunakan efektif, maka penyimpanan, peredaran dan penggunaan pestisida. Dalam peraturan tersebut antara lain ditentukan bahwa:

1. Tiap pestisida harus didaftarkan kepada Menteri Pertanian melalui Komisi Pestisida untuk dimintakan izin penggunaannya, hanya pestisida yang penggunaannya terdaftar dan atau diizinkan oleh Menteri Pertanian boleh disimpan, diedarkan dan digunakan.
2. Pestisida yang penggunaannya terdaftar dan atau diizinkan oleh Menteri Pertanian hanya boleh diedarkan, disimpan dan digunakan menurut ketentuan-ketentuan yang ditetapkan dalam izin pestisida itu.

3. Tiap pestisida harus diberi label dalam bahasa Indonesia yang berisi keterangan-keterangan yang dimaksud dalam surat Keputusan Menteri Pertanian No. 429/ Kpts/Mm/1/1973 dan sesuai dengan ketentuan-ketentuan yang ditetapkan dalam pendaftaran dan izin masing-masing pestisida Dalam peraturan pemerintah tersebut yang disebut sebagai pestisida merupakan semua zat kimia dan bahan lain yang digunakan serta jasad renik dan virus yang dapat digunakan sebagai pemberantas atau mencegah hama atau penyakit yang merusak tanaman, bagian tanaman atau hasil pertanian, mematikan daun dan mencegah pertumbuhan tanaman yang tidak diinginkan, mengatur atau merangsang pertumbuhan tanaman atau bagian tanaman, kecuali yang tergolong ke dalam pupuk, memberantas atau mencegah hama luar pada ternak dan hewan peliharaan, memberantas atau mencegah hama air, memberantas atau mencegah binatang dan jasad renik dalam rumah tangga, memberantas atau mencegah binatang yang dapat menyebabkan
   penyakit pada manusia atau binatang yang dilindungi, dengan penggunaan pada tanaman, tanah dan air.

Keuntungan dari penggunaan pestisida antara lain yaitu dapat diaplikasikan sengan mudah, hasil yang dapat dilihat dalam waktu singkat, dapat diaplikasikan hampir di setiap tempat dan waktu dapat diaplikasikan dalam areal yang luas dalam waktu singkat dan mudah diperoleh karena dapat dijumpai di kios-kios pedesaan sampai pasar swalayan yang berada di kota besar. Sedangkan kerugian penggunaan pestisida yaitu dapat menyebabkan keracunan dan kematian pada manusia, pada ternak dan hewan peliharaan, ikan dan biota air lainnya, satwa liar, biota tanah, pencemaran lingkungan hidup, tanaman, residu pestisida yang berdampak negatif terhadap konsumen, dan terhambatnya perdagangan hasill pertanian (Lilis, 2009).

2.3 Insektisida

Insektisida merupakan zat kimia yang berfungsi sebagai pemberantas serangga pengganggu (Kamus Pertanian Umum, 2013). Produk insektisida yang beredar di pasaran antara lain aerosol, bakar, oles, dan cair elektrik. Penggunaan insektisida dalam dunia kesehatan ditujukan antara lain untuk membasmi lalat, nyamuk vektor malaria dan juga demam berdarah.

Insektisida terbagi atas insektisida sistemik, insektisida non – sistemik dan insektisida sistemik lokal. Penggolongan insektisida terdiri dari beberapa jenis diantaranya yaitu organoklorin, karbamat, piretroid, organofosfat, DEET, fumigan, dan asam borat. Kemudian berdasarkan cara masuknya insektisida kedalam tubuh serangga dapat dibedakan menjadi tiga kelompok yaitu racun lambung atau racun perut yang merupakan insektisida yang membunuh serangga sasaran dengan cara masuk kepencernaan melalui makanan yang mereka makan, dan selanjutnya racun kontak yaitu insektisida yang masuk kedalam tubuh serangga melalui kulit, celah/lubang alami pada tubuh atau langsung mengenai mulut siserangga dan yang terakhir yaitu racun pernafasan insektisida yang masuk melalui trachea serangga dalam bentuk partikel mikro yang melayang diudara. Insektisida meracuni tubuh dengan beberapa cara yaitu tertelan, terhirup, terkena kulit atau mata (Nusa, 2011).

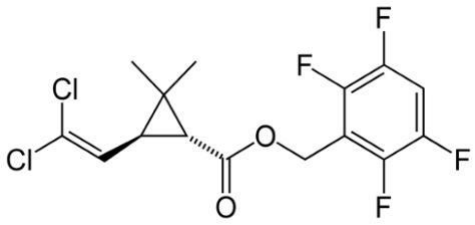
Penggunaan insektisida yang tidak tepat sering memberi dampak buruk bagi kesehatan dan dampak negatif terhadap lingkungan sekitar. Semua insektisida adalah toksik atau beracun, yang berbeda hanya pada derajat toksisitasnya. Penggunaan insektisida secara berlebihan, dalam jangka panjang dapat menyebabkan hal buruk pada kesehatan (Baron, 1991).

2.4 Transfulthrin

Transfulthrin adalah insektisida piretroid yang bekerja cepat dengan persistensi yang rendah. Bahan aktif transfulthrin merupakan insektisida golongan piretroid golongan keempat (Sigit S, 2016). Insektisida golongan piretroid yang dapat bekerja cepat dengan melumpuhkan serangga sasaran, dan juga bersifat *repellent*. Sifat sintetik piretroid adalah memiliki potensi insektisida tinggi dan toksisitas terhadap manusia rendah pada penggunaan normal, selain itu dampak yang ditimbulkan tinggi dengan dosis yang rendah memiliki daya bunuh cepat. Namun, insektisida golongan piretroid memiliki kelemahan yaitu jika serangga hanya mendapat kontak tidak langsung dengan insektisida dan menimbulkan efek pingsan (*knockdown*) maka serangga akan pilih kembali dan kemungkinan dapat kebal terhadap obat tersebut atau *resisten*.

Tranfulthrin merupakan zat yang relatif mudah menguap dan bertindak sebagai agen kontak dan inhalasi. Transfulthrin digunakan sebagai pembasmi serangga

seperti kecoa, lalat, nyamuk dan lain-lain. Rumus kimia transfulthrin yaitu $C_{15}H_{12}Cl_4F_4O_2$ dengan berat molekul yaitu 371,2 g/mol, berat jenis relatif sebesar 1,507 g/cm^3 pada 23°C dan titik leburnya sebesar 32°C. Transfulthrin tidak larut dalam air namun bisa larut dalam pelarut organik. Bahan kimia ini golongan pyretroid yang merupakan bagian dari insektisida organik sintetik (Triharso, 1994).

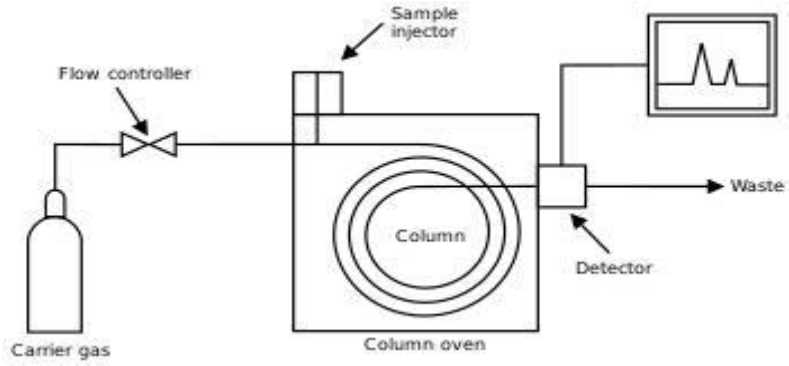


Gambar 2.1 Struktur Transfulthrin (Triharso, 1994)

2.5 *Gas chromatography* (GC) *Flame Ionization Detector* (FID)

Kromatografi adalah suatu teknik yang digunakan untuk pemisahan suatu campuran yang didasarkan pada perbedaan distribusi dari komponen-komponen dalam fasa diam dan fasa gerak. Fasa gerak pada kromatografi dapat berupa gas atau cairan, sedangkan fasa diam dapat berupa padatan atau cairan. Fasa gerak yang berupa gas disebut juga kromatografi gas *(Gas Chromatography)*. Kromatografi gas merupakan alat yang dapat digunakan untuk memisahkan suatu senyawa yang bersifat mudah menguap atau volatil, atau dapat disebut juga dengan pemisahan perdasarkan titik didihnya dan juga dapat digunakan untuk analisis kualitatif dan kuantitatif senyawa dalam suatu campuran (McNair & Miller, 2009). Analisis kuantitatif yang dilakukan dengan kromatografi gas menggunakan metode standar internal. Metode standar internal digunakan karena terdapat ketidakpastian yang disebabkan injeksi sampel dan kecepatan aliran. Metode standar internal sering digunakan untuk sampel yang tidak sesuai atau tidak mungkin diinjeksi langsung pada kromatografi gas (Hidayat, 2015). Fase gerak berupa gas yang stabil dan fase diamnya berupa zat padat atau zat cair. Sampel yang dapat diijeksikan menggunakan gas kromatografi yaitu berupa sampel gas maupun sampel cair. Sampel yang diinjeksiakan kedalam fasa gerak akan dibawa yang berupa gas inlet atau stabil didalam kolom, dan kemudian akan dilakukan pemisahan komponen

sampel yang berdasarkan kemampuan interaksinya diantara fase gerak dan fase diam



Gambar 2.2 Skema Gas Kromatografi (McNair & Miller, 2009)

Prinsip pemisahaan pada GC yaitu didasarkan pada perbedaan volatilitas dari senyawa-senyawa yang terdapat didalam sampel. Senyawa yang mempunyai volatilitas tinggi akan mempunyai waktu retensi yang rendah dan sebaliknya, senyawa yang mempunyai volatilitas rendah akan mempunyai waktu retensi yang tinggi. Pemisahan pada kromatografi gas juga dapat terjadi berdasarkan perbedaan dari kepolaran antar senyawa, terutama jika kolom yang digunakan adalah kolom semipolar.

Prinsip kerja dari detektor FID yaitu terjadinya pembakaran sampel dengan menggunakan gas (udara dan hidrogen) sehingga dapat dihasilkan ion-ion. Ion-ion positif akan tertarik ke elektroda negatif sehingga arus bertambah. Arus mengalir melalui tahanan dan menimbulkan selisih tegangan. Penurunan tegangan yang terjadi akan disalurkan melalui amplifier dan masuk ke dalam suatu rekorder (Scott, 2003).

Flame ionization detector (GC-FID) menggunakan api Hidrogen/Udara yang dilewati sampel untuk mengoksidasi molekul organik dan menghasilkan partikel bermuatan listrik (ion). Ion dikumpulkan dan menghasilkan sinyal listrik yang kemudian diukur.

2.6 Validasi Metode Analisis

Validasi metode analisis merupakan suatu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu yang didasarkan pada percobaan yang dilakukan di

laboratorium, untuk membuktikan bahwa parameter yang digunakan dapat memenuhi syarat untuk penggunaannya (Harmita, 2004). Validasi metode analisis bertujuan untuk mengkonfirmasi bahwa metode analisis tersebut dapat sesuai dengan peruntukannya (Gandjar, 2007). Validasi metode merupakan proses untuk memastikan bahwa prosedur yang memenuhi standar reliabilitas, akurasi, preisis sesuai tujuan yang diharapkan (Ahuja dan Dong, 2005).

2.6.1 Linearitas

Linieritas menunjukkan kemampuan suatu metode analisis untuk memperoleh hasil pengujian yang sesuai dengan konsentrasi analit yang terdapat pada sampel pada kisaran konsentrasi tertentu. Lineartias biasanya dinyatakan dalam istilah variansi sekitar arah garis regresi yang dapat dihitung berdasarkan persamaan matematik data yang diperoleh dari hasil uji analit dalam sampel dengan berbegai konsentrasi analit. Perlakuan matematik dalam pengujian linearitas yaitu melalui persamaan garis lurus dengan metode kuadrat terkecil antara hasil analisis terhadap konsentrasi analit.

Rentang metode merupakan pernyataan batas terendah dari analit yang sudah ditunjukan dan dapat ditetapkan dengan kecermatan, keseksamaan, dan linearitas yang dapat diterima. Rentang dapat dilakukan dengan cara membuat kurva kalibrasi dari beberapa larutan standar yang telah diketahui konsentrasinya (Ermer dan Miller, 2005). Linieritas dapat diukur dengan cara melakukan pengukuran tunggal pada konsentrasi yang berbeda-beda. Data yang diperoleh selanjutnya akan diproses dengan metode kuadrat terkecil, untuk selanjutnya didapatkan nilai kemiringan (*slope*), *intersep*, dan koefisien korelasinya (Gandjar dan Rohman, 2014). Linieritas dapat dilihat dengan kurva kalibrasi yang menunjukkan hubungan antara respon dengan konsentrasi analit pada beberapa seri larutan baku. Dari kurva kalibrasi kemudian ditemukan regresi linearnya yang berupa persamaan y=bx+a, dimana x adalah konsentrasi, y adalah respon, a adalah intersep y yang sebenarnya dan b adalah slope yang sebenarnya. Tujuan dari dibuatnya regresi ini yaitu untuk menentukan estimasi terbaik untuk slope dan intersep y sehingga akan mengurangi residual error, yaitu perbedaan nilai hasil percobaan dengan nilai yang telah diprediksi melalui persamaan regresi linear (Harvey, 2000). Sebagai parameter

adanya hubungan linear digunakan koefisien korelasi r pada analisis regresi linear. Hubungan linear yang ideal dicapai jika nilai b adalah 0 dan r adalah +1 atau -1 terganting arah garis (Harmita, 2004)

2.6.2 Presisi

Presisi adalah ukuran kedekatan hasil analisis diperoleh dari serangkaian pengukuran ulangan dari ukuran yang sama. Presisi diukur sebagai simpangan baku atau simpangan baku relatif (koefiesien variasi). Hal ini menunjukan kesalahan acak yang terjadi dalam sebuah metode. Dua set dapat diterima secara umum kondisi di mana presisi diukur adalah kondisi berulang dan reproduksi. Presisi biasanya diukur sebagai koefisien variasi atau deviasi standar relative dari hasil analisis yang diperoleh dari independen disiapkan standar control kualitas (Riyanto, 2014). Presisi dinyatakan sebagai *Repeatability* atau keterulangan dan *Reproducibility* atau ketertiruan. *Repeatability* merupakan suatu keseksamaan metode yang dapat digunakan secara berulang-ulang oleh seorang analis dalam kondisi yang sama. Sedangkan, *Reproducibility* merupakan keseksamaan metode yang dapat digunakan pada kondisi yang berbeda. Kriteria keseksamaan yang diterima untuk presisi yang dilakukan, memberikan nilai simpangan baku relatif (RSD) atau koefisien variasi (CV) sebesar $\leq$ 2%. Dimana, nilai tersebut dapat dihitung dari nilai standar deviasi (SD) yang diperoleh dibagi dengan konsentrasi rata-rata dan dikalikan dengan 100% secara matematis.

Keterulangan merupakan ketepatan yang ditentukan oleh laboratorium yang sama oleh satu analis serta menggunakan peralatan dan dilakukan pada hari yang sama. Presisi antara merupakan ketepatan pada kondisi percobaan pada laboratorium yang sama yang dilakukan oleh analis, peralatan, reagen, dan kolom yang berbeda. Ketertiruan adalah keseksamaan metode jika dikerjakan pada kondisi yang berbeda. Ketertiruan mempresentasikan presisi hasil yang dapat dilakukan pada tempat percobaan yang lain dengan tujuan untuk memverifikasi bahwa metode akan menghasilkan hasil yang sama pada fasilitas tempat yang berbeda (Yuwono dan Indrayanto, 2005). Biasanya analisis dilakukan dalam laboratorium-laboratorium yang berbeda menggunakan peralatan, pereaksi, pelarut, dan analis yang berbeda pula. Analis dilakukan terhadap sampel-sampel yang diduga identik

yang dicuplik dari batch yang sama. Ketertiruan dapat juga dilakukan dalam laboratorium yang sama dengan menggunakan peralatan, pereaksi, dan analis yang berbeda.

2.6.3 Ketidakpastian Pengukuran

Ketidakpastian pengukuran merupakan ukuran sebaran yang secara layak yang dapat dikaitkan dengan nilai terukur yang didapatkan dari suatu proses untuk memberikan rentan terpusat pada nilai terukur didalam rentang yang diperikarakan nilai benar yang sebenarnya. Menurut ISO definisi ketidakpastian secara metrologis merupakan suatu parameter *non-negative* yang menggambarkan sebaran nilai kuantitatif suatu hasil pengujian berdasarkan informasi yang digunakan. Ketidakpastian pengukuran merupakan nilai ketidakpastian yang dapat diperoleh dari pengukuran suatu bahan atau material dengan menggunakan peralatan dan instrumen yang terkalibrasi, sehingga nilai ketidakpastian yang diperoleh merupakan nilai ketidakpastian gabungan dari setiap langkah atau proses pengukuran Pengukuran yang akurat dan berkualitas menjadi hal yang penting sebagai jaminan bahwa hasil yang diperoleh bersifat sebanding dan dapat dipertanggungjawabkan karena berkaitan erat dengan perlindungan dan keselamatan konsumen.

Parameter yang dapat digunakan sebagai jaminan keandalan dari suatu pengukuran adalah estimasi ketidakpastiannya. Dokumen standar tentang "persyaratan umum Kompetensi Laboratorium Pengujian dan Laboratorium Kalibrasi" ISO/IEC 17025:2005 yang didalamnya telah diatur tentang persyaratan ketidakpastian. Pengukuran ketidakpastian harus sesuai dan didasarkan pada pengetahuan atas unjuk kerja dan harus menggunakan data yang diperoleh dari hasil analisis dan data hasil dari validasi metode (Riyanto,2014). Ketidakpastian pengukuran ditentukan apabila pengujian menunjukan hasil kuantitatif.

BAB III
METODOLOGI

3.1. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu sampel transfulthrin 21,3% dalam merek dagang one push vape, larutan standar transfulthrin 1000 ppm, dan aseton.

3.2. Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah instrumen GC-FID *syringe* 10 µL, pipet ukur 1 mL, pipet ukur 5 mL, labu ukur 10 mL, labu ukur 50 mL, gelas beker 50 mL, kain, pipet tetes, kertas seka, tisu dan pro pipet.

3.3. Prosedur Kerja

3.3.1. Uji Kesesuaian Sistem

Instrumen *Gas chromatography- Flame ionization detector*(GC-FID) dilakukan optimasi terlebih dahulu sebelum digunakan seperti Tabel 3.1.

Tabel 3.1 Optimasi Instrumen GC-FID

Komponen	Kondisi
Alat	GC - FID
Detektor	FID suhu 250°C
Suhu Oven	100°C - 250°C
Suhu Ion	250°C
Arus Konstan	1 mL/min
Split	10:1
Mode Front Inlet	Splitless
Volume Injeksi	1 µL

3.3.1.1 Nilai Lempeng Teoritis

Larutan standar transfulthrin 10 ppm diinjek 1 µL sebanyak 3 kali (Triplo) ke dalam sistem GC-FID. Hasil dicatat waktu retensi (Rt), luas area dan selisih waktu retensi akhir dengan awal puncak (W=lebar alas puncak). Perhitungan lempeng teoritis menggunakan rumus :

$$N = ()^2$$

Keterangan :

Rt : Waktu retensi Area puncak (menit)

W : Lebar Area puncak (menit)

3.3.2. Preparasi Sampel

Sampel yang digunakan yaitu transfultrin 21,3% dari merek dagang One push vape. Sampel transfulthrin yang berupa aerosol disemprotkan pada kain bersih dan kemudian direndam dalam pelarut aseton dan dimasukan dalam labu ukur 10 mL hingga tanda batas, diseka dan dihomogenkan.

3.3.3. Validasi Metode Analisis

Larutan standar transfulthrin 1000 ppm dan pelarut aseton disiapkan dengan menggunakan pelarut aseton. Alat-alat yang akan digunakan dibilas menggunakan pelarut aseton sepeti pipet ukur 1 mL, pipet ukur 5 mL, pipet tetes, labu ukur 10 mL dan labu ukur 50 mL.

Larutan standar transfulthrin 1000 ppm diambil sebanyak 5 mL dan dimasukan ke dalam labu ukur 50 mL, kemudian ditambahkan pelarut aseton hingga tanda tera dan dihomogenkan sehingga diperoleh larutan standar transfulthrin 100 ppm. Larutan standar transfulthrin 100 ppm diambil sebanyak 1 mL, dan 2 mL masing-masing dimasukan kedalam labu ukur 10 mL dan ditambahkan pelarut aseton hingga tanda tera dan dihomogenkan, sehingga diperoleh larutan standar transfulthrin 10 ppm dan 20 ppm.

3.3.3.1. Presisi Instrumentasi

Larutan standar transfulthrin 20 ppm diinjek 1 µL sebanyak 6 kali ke dalam sistem GC-FID. Perhitungan SD dan %RSD menggunakan persamaan :

$$\% = \frac{= \sqrt{\Sigma(-)^2}}{^{-2}} 100\%$$

3.3.3.2. Linearitas

Larutan standar transfulthrin 1000 ppm disiapkan menggunakan pelarut aseton. Alat-alat yang digunakan dibilas menggunakan pelarut aseton sepeti pipet ukur 1 mL, pipet ukur 5 mL, pipet tetes, labu ukur 10 mL dan labu ukur 50 mL.

Larutan standar transfulthrin 1000 ppm diambil sebanyak 5 mL dan dimasukkan ke dalam labu takar 50 mL. Pelarut aseton ditambahkan hingga tanda batas dan dihomogenkan sehingga diperoleh larutan standar transfulthrin 100 ppm. Larutan standar transfulthrin 100 ppm diambil yang telah diperoleh sebanyak 0; 1; 2; 3; dan 4 mL dan masing-masing dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL dan ditambahkan pelarut aseton ke dalam masing-masing labu ukur 10 mL tersebut hingga tanda batas sehingga diperoleh larutan standar transfulthrin dengan konsentrasi 0; 10; 20; 30; dan 40 ppm.

larutan standar transfulthrin diinjek 1 µL yaitu larutan standar transfulthrin dengan konsentrasi 0; 10; 20; 30; dan 40 ppm sebanyak 3 kali (triplo) ke dalam sistem GC-FID. Hitung rerata area puncak untuk memperoleh kurva kalibrasi dengan persamaan $= +$, dan dihitung nilai regresi linear (R^2) serta nilai LOD dan LOQ. Rumus LOD dan LOQ sebagai berikut:

$$LOQ = \frac{\quad}{\quad}$$

$$LOD = 3x$$

BAB IV
HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Uji Kesesuaian Sistem

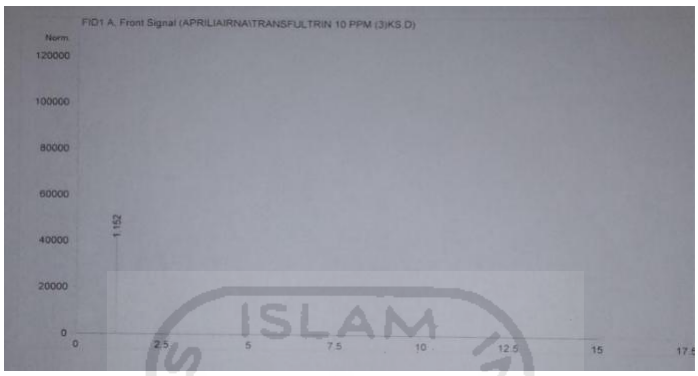
Analisis menggunakan kromatografi gas sebelum dioperasikan harus terlebih dahulu dilakukan optimasi alat setiap komponen penyusunnya. Optimasi alat kromatografi gas ini bertujuan untuk mendapatkan kondisi yang optimum yang sesuai dan disertai dengan hasil yang maksimum. Proses optimasi kromatografi gas juga bertujuan untuk meminimalisir jika terdapat ketidaksesuaian sampel atau bahan yang akan dianalisis pada instrumentasi, supaya instrumentasi yang digunakan tidak mudah mengalami kerusakan. Pemisahan dengan metode gas kromatografi berdasarkan pada perbedaan koefisien partisi dari senyawa yang diuapkan antara fase cair dan fase gas yang dilewatkan dalam kolom dengan bantuan gas pembawa.

Suhu injektor yaitu 250°C diatas titik didih sampel yaitu 135°C. Penentuan suhu dilakukan secara berkala agar mendapatkan suhu yang optimum, karena apabila suhu injektor terlalu tinggi maka akan mengakibatkan penguraian senyawa yang akan dianalisis akibat suhu yang terlalu panas. Suhu oven diatur sesuai titik didih senyawa yaitu berkisar 100°C - 250°C, batas pengaturan suhu oven berdasarkan titik didih terendah dan titik didih tertinggi pada setiap senyawa yang terdapat dalam sampel. Pengaturan suhu pada oven mempengaruhi proses running suatu sampel pada saat proses analisa.

Detektor FID merupakan detektor general yang digunakan untuk mengukur komponen-komponen sampel yang memiliki gugus alkil (C-H). Komponen akan masuk kedalam detektor FID, Sampel dimasukkan ke dalam aliran gas pembawa. Setelah melewati gas pembawa, 1 aliran akan masuk ke kolom dan aliran lainnya akan dibuang. Gas pembawa yang digunakan gas helium. Gas helium memenuhi syarat sebagai gas pembawa karena tidak reaktif dan murni. Selain itu, gas helium memberikan efisiensi kromatografi yang lebih baik (mengurangi pelebaran pita). Bakar dalam nyala (campuran gas H_2 dan udara). Hasil pembakaran kemudian akan terionisasi, ion-ion yang dihasilkan akan dikumpulkan oleh ion *collector*. Konsentrasi semakin tinggi maka akan menghasilakan respon yang semakin besar.

Uji kesesuaian sistem dilakukan sebelum melakukan analisis sampel pestisida termasuk untuk sampel insktisida seperti sampel tranfulthrin untuk memastikan bahwa sistem yang digunakan menggunakan instrumen GC-FID mendapatkan data yang valid dan dapat diterima.

4.1.1 Nilai Lempeng Teoritis



Gambar 4.1 Kromatogram Nilai Lempeng Teoritis

Nilai Lempeng Teoritis merupakan parameter yang menghitung efisiensi kromatografi. Menyatakan jumlah peristiwa partisi yang dialami oleh analit pada setiap saat yang dibawa oleh fase gerak selama elusi. Nilai Lempeng Teoritis merupakan salah satu parameter yang digunakan dalam analisis menggunakan GC-FID. Nilai lempeng yang ditinggi disyaratkan untuk pemisahan yang baik yang dinilai sebanding dengan semakin panjang kolom dan semakin kecil nilainya. Hasil yang diperoleh dari injeksi terhadap larutan standar transfulthrin 10 ppm, yaitu tertera pada Tabel 4.1

Tabel 4.1 Data Hasil Pengujian Lempeng Teoritis

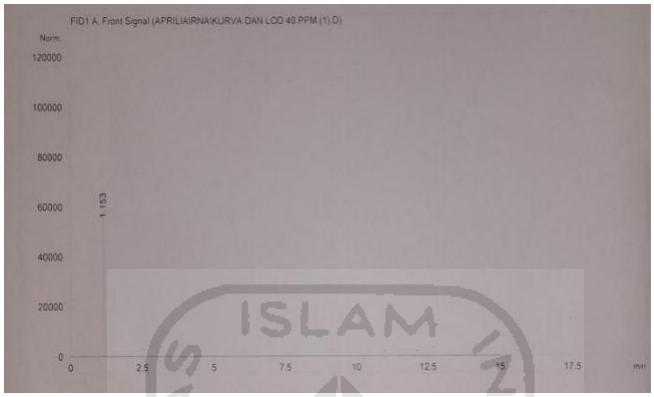
transfulthrin 10 ppm	RT	W	N
1	1,152	0,0104	12269,822
2	1,153	0,0103	12530,955
3	1,153	0,0102	12777,864
Rerata		12526,214	

Nilai lempeng teoritis yang didapat dari data standar transfulthrin 10 ppm yang diperoleh memiliki nilai yang cukup baik, dimana semakin besar nilai lempeng teoritis yang didapat maka pemisahannya akan semakin baik. Nilai lempeng teoritis yang diperoleh telah memenuhi persyaratan yaitu >2000 (Snyder, 2010)

Dari data hasil yang diperoleh di atas, uji nilai lempeng teoritis memberikan hasil nilai rata-rata N sebesar 31198,57. Hasil tersebut merupakan hasil perhitungan dengan rumus :

4.2. Validasi Metode Analisa Pestisida Transfulthrin

4.2.1 Linearitas



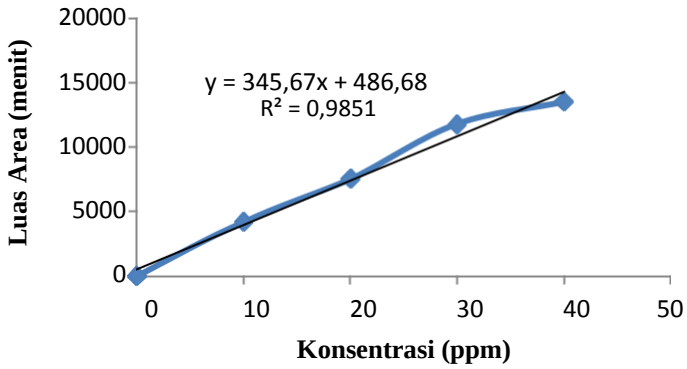
Gambar 4.2 Kromatogram Linearitas

Hasil uji batas deteksi terhadap larutan standar transfulthrin dengan variasi konsentrasi 0; 10; 20; 30; dan 40 ppm, diperoleh hasil injeksi dan kurva kalibrasi sebagai berikut:

Tabel 4.2 Data Larutan Standar Transfulthrin

Konsentrasi (ppm)	Luas Area
0	0
10	4200
20	7533,4
30	11766,7
40	13500

Berdasarkan data larutan standar transfulthrin maka dapat dibuat kurva kalibrasi dapat ditunjukan pada Gambar 4.3



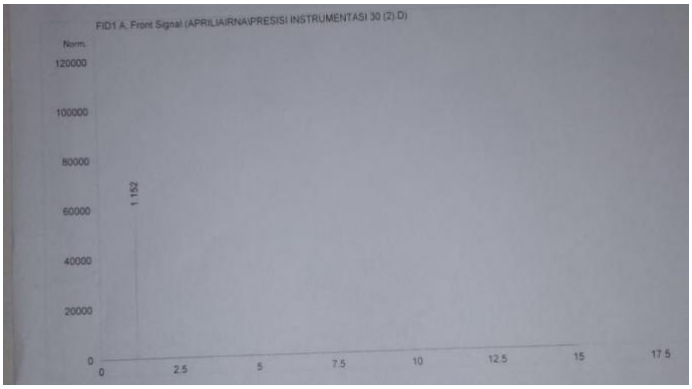
Gambar 4.3 Kurva Kalibrasi Larutan Standar Transfulthrin

Hasil kurva yang diperoleh dari data standar transfulthrin yang dibuat dengan beberapa konsentrasi yang telah ditentukan, diperoleh hasil persamaan linearitas y = 345,67x + 486,68 dengan nilai determinasi sebesar R^2 = 0.9851. Hasil yang didapatkan belum maksimal dikarenakan pada literatur (Chan, 2004) nilai determinasi yang diperoleh harus ≥0.997. hal ini dapat terjadi karena adanya zat pengganggu dan hubungan antara konsentrasi dan luas area yang dihasilkan kurang baik.

Tabel 4.3 Data Linearitas

Keterangan	Nilai
Slope	345,67
Intersep	486,68
R	0,9704
R^2	0,9851

4.2.2 Presisi Instrumentasi



Gambar 4.4 Kromatogram Presisi Instrumentasi

Presisi merupakan bagian dari pengujian kesesuaian yang bertujuan untuk mengetahui hasil analisis yang diperoleh dengan instrumen GC-FID dengan pengukuran yang berulang. Presisi menggambarkan kesalahan acak dari suatu hasil pengukuran. Kesalahan acak terjadi berasal dari pengaruh-pengaruh yang tidak dapat diperkirakan. Penentuan presisi terdapat dua pendekatan yaitu *repeatability* atau keterulangan, *reproducibility* atau keterkeliruan. Pendekatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah keterulangan (*repeatability)* yaitu presisi pada kondisi percobaan yang sama baik orangnya, tempatnya, peralatannya, maupun waktunya (Riyanto, 2014). Hasil yang diperoleh dari injeksi terhadap larutan standar transfulthrin 30 ppm yang diinjeksi sebanyak 6 kali yaitu tertera pada Tabel 4.4

Tabel 4.4 Hasil Uji Presisi Instrumen Standar Transfulthrin

Transfulthrin 30 ppm	RT	Luas Area
1	1,153	36000
2	1,155	36800
3	1,153	38500
4	1,153	39200
5	1,150	32400
6	1,153	35700
Rerata	1,153	36433,33
SD	0,002	2410,532
%RSD	0,139%	6,616%

Data yang diperoleh dari waktu retensi dan luas area standar transfilthrin dapat dinyatakan presisi menurut syarat keberterimaan. Semakin kecil %RSD maka presisinya semakin baik, dan sebaliknya jika %RSD semakin besar maka kesalahan yang terjadi semakin besar sehingga presisinya semakin jelek. Data yang digunakan

dalam menentuakan presisi menggunakan waktu retensi untuk mengetahui senyawa yang terkandung didalam larutan standar, sedangkan luas area digunakan untuk menentukan perhitungan apabila menggunakan perhitungan kadar suatu senyawa. Presisi instrumentasi yang diperoleh dari data diatas, diperoleh nilai SD dari waktu retensi sebesar 0,002. Nilai RSD (%) yang diperoleh yaitu diperoleh dari waktu retensi sebesar 0,139%. kriteria presisi diberikan jika metode memberikan simpangan baku efektif (%RSD) atau koefisien variasi (CV) sebesar kurang dari atau sama dengan 2% (Riyanto, 2014). Data yang diperoleh dari waktu retensi dan luas area standar transfilthrin dapat dinyatakan presisi menurut syarat keberterimaan.

4.3 Penentuan Kadar Sampel



Gambar 4.5 Penentuan Kadar Sampel Transfulthrin

Kadar sampel transfulthrin diukur menggunakan instrumentasi GC-FID dilakukan 2 kali pengukuran dengan didapatkan waktu retensi dan luas area dan didapatkan hasil kadar transfulthrin sebesar 92,612 ppm dan 94,059 ppm. Data kadar sampel transfulthrin dapat dilihat pada Tabel 4.5

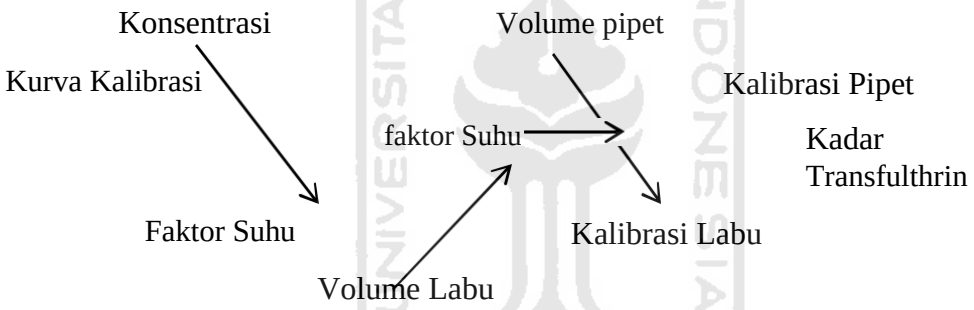
Tabel 4.5 Data Kadar Sampel Transfulthrin

Sampel Transfulthrin	RT	Luas Area
1	1,156	32500
2	1,155	33000
		65500

4.4. Estimasi Ketidakpastian Pengukuran

Ketidakpastian adalah parameter yang berhubungan dengan hasil suatu pengukuran yang memberikan gambaran penyebaran dari nilai pengukuran tersebut. Penentuan ketidakpastian pengukuran bertujuan untuk mengetahui faktor-faktor yang dapat mempengaruhi pengukuran, dapat juga untuk menentukan seberapa besar nilai yang dapat dilaporkan dengan data yang valid. Ketidakpastian harus diterapkan untuk semua jenis pengukuran atau pengujian untuk menunjukkan derajat ketelitian suatu hasil pengukuran atau pengujian.

Diagram tulang ikan bertujuan untuk menyumbang dari setiap ketidakpastian asal yang kemudian dapat diakumulasikan menjadi ketidakpastian gabungan berdasarkan faktor-faktor yang mempengaruhinya.



Gambar 4.6 Diagram Tulang Ikan Ketidakpastian Pengukuran

sumber-sumber ketidakpastian yang digunakan dalam pengujian pestisida transfulthrin yaitu pada Tabel 4.6

Tabel 4.6 Sumber-Sumber Ketidakpastian

Keterangan	Sumber
Faktor Pengenceran	
- Labu ukur 10 mL	Sertifikat kalibrasinya dan alat
- Faktor mulai labu ukur 10 mL	
- Pipet ukur 5 mL	
- Faktor muali pipet ukur 5 mL	
- Pipet ukur 1 mL	
- Faktor muai pipet ukur 1 mL	

Tabel 4.7 Penyumbang Ketidakpastian

No	Ketidakpastian	Konsentrasi
1	Pipet ukur 1 mL	0,00247
2	Pipet ukur 5 mL	0,012617
3	Labu ukur 10 mL	0,00001921
4	Volume contoh	0,00001250
5	Kurva Kalibrasi	4,01838E-08
6	Presisi	0,007164

Ketidakpastian digunakan untuk menentukan nilai ketidakpastian volume contoh gabungan rata-rata dari alat yang digunakan dalam penelitian yaitu pipet ukur 5 mL, 1 mL dan labu ukur 10 mL sebesar 0,00001250 mL. Ketidakpastian kurva kalibrasi merupakan ketidakpastian yang ditentukan berdasarkan persamaan ketidakpastian instrumentasi, Ketidakpastain kurva kalibrasi diperoleh hasil sebesar 4,01838E-08, dan ketidakpastian presisi diperoleh hasil sebesar 0,007164 mL. Ketidakpstian gabungan merupakan akar dari jumlah komponen penyumbang ketidakpastian asal yang kemudian dikuadratkan masing-masing komponen penyumbang ketidakpastian asalnya. Ketidakpastian gabungan diperoleh dari perhitungan nilai ketidakpastian volume contoh, ketidakpastian kurva kalibrasi dan ketidakpastian presisi sehingga diperoleh nilai sebesar

1,031503756 mL.

Tabel 4.8 Ketidakpastian Diperluas

No	Ketidakpastian	Konsentrasi
1	Volume contoh	0,00001250
2	Kurva kalibrasi	4,01838E-08
3	Presisi	0,007164
4	Gabungan	1,031503756
5	Diperluas	2,0630

Berdasarkan ketidakpastian baku yang dilakukan perhitungan dapat ditentukan nilai ketidakpastian diperluas dengan menggunakan selang kepercayaan 95% sehingga faktor cakupan bernilai 2 diperoleh hasil sebesar 2,0630.

Penentuan konstribusi terbesar yang mempengaruhi nilai ketidakpastian perlu dilakukan untuk dilakukan penentuan melalui parameter apa yang mempengaruhi

ketidakpastian paling besar dalam pengujian ini. Nilai ketidakpastian dari pengujian ini didapatakan hasil yang relatif kecil yang menunjukan hasil yang teliti dan tingkat kesalahan yang terjadi saat analisis kecil.

BAB V
PENUTUP

5.1. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa :

1. Hasil uji kesesuaian sistem pada analisis standar transfulthrin dengan metode GC-FID diperoleh hasil lempeng teoritis sebesar 31198,57.
2. Hasil validasi metode analisis standar transfulthrin dengan metode GC-FID menunjukan hasil yang kurang baik, hasil yaitu diperoleh nilai koefisien determinasi standar transfulthrin sebesar 0,9851. Presisi instrumentasi yang diperoleh dari waktu retensi sebesar 0,14% didapatkan hasil yang presisi menurut literatur karena kurang dari atau sama dengan 2%. Ketidakpastian gabungan yang didapat relatif kecil yaitu 1,0315 mL yang berarti kesalahan dari analisis kecil.
3. Hasil nilai analisis pestisida transfulthrin menggunakan kromatografi gas dengan 2 kali pengulangan didapatkan nilai yaitu 92,612 ppm dan 94,059 ppm.

5.2. Saran

Sebaiknya validasi metode untuk pestisida dilakukan secara rutin. Penempatan untuk barang bukti sebaiknya lebih tertata rapih sesuai tempatnya, dan untuk pembuangan limbah sebaiknya lebih diperhatikan atau diganti dengan tempat yang lebih besar dan diberi label sesuai dengan peruntukannya. Adapun perlu adanya pengadaan alat-alat uji yang bersifat praktis dan bahan-bahan yang ada dalam laboratorium agar terjaga dan terjamin kualitas yang diberikan.

DAFTAR PUSTAKA

Ahuja, S., dan Dong, M, W, Eds, 2005, Handbook of Pharmaceutical Analysis by HPLC, Edidi Pertama, Elsevier, Inc: United Kingdom.

Aurand, L.,A.E. Woods,, dan MR wells. 1987. Food Composition and Analysis. An Avi Book. New york : Reinhold Company.

Baron R.L., 1991, Carbamat Insecticides, dalam Hanbook of Pesticide Toxicology, Vol. 3, Academic Press, Inc., San Diego.

Chan, C.C., dkk. 2004. Annalytical Method Validation and instrument Performance Verification. Canada: John Wiley & Sons

Depkes RI, 2009. Sistem Kesehatan Nasional. Jakarta.

Ermer, J., J. H. McB. Miller. 2005. Method Validation in Pharmaceutical Analysis : A Guide to Best Practice (Eds). WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim

Gandjar, I. G. dan Rohman, A., 2007, Kimia Farmasi Analisis, Pustaka Pelajar, Yogyakarta.

Gandjar, G. I., dan Rohman, A., 2014, Kimia Farmasi Analisis, Pustaka Belajar, Yogyakarta.

Hadi, Anwar, Pemahaman dan Penerapan ISO/IEC 17025:2005 Persyaratan Umum Kompetensi Laboratorium Pengujian dan Laboratorium Kalibrasi, Gramedia Pustaka Utama, Jakarta, 2007.

Harmita. 2004. 'Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya', Majalah Ilmu Kefarmasian, Vol. I, No. 3, Desember.

Harvey, David. 2000. Modern Analitycal Chemistry. USA: The McGraw-Hill Companies

Indrayanto, G., dan Yuwono, M., 2005. Validation of Chromatographic Methodes of Analysis. Profiles of Drugs Substances, Excipients and Related Methodology, Volume 32.

Kemenkes RI. 2012. Profil Kesehatan Indonesia. Jakarta: Kementrian Kesehatan Republik Indonesia.

International Conference on Harmonization (ICH). (2005). Validation of Analytical Procedures: Text and Methodology Q2(R1). Geneva: International Conference on Harmonization.

Lu.F.C.1995. Toksikologi dasar: Asas, organ sasaran, dan penilaian resiko. Terjemahan dari Basic Toxicology: Fundamentals, target organs, and risk assesment, oleh Nugroho, E. Bustami, Z.S dan Darmansyah, I. Universitas Indonesia Press, Jakarta

Nusa R E.S, Roy dan Nurul Hidayati Kusumastuti. 2011. Risiko penggunaan pestisida dalam rumah tangga. Majalah Kesehatan INSIDE, Edisi 11 Vol. VI No. 02. Ciamis: Loka Litbang P2B2.

Riyanto. 2014. Validasi dan Verifikasi. Deepublish: Yogyakarta

Sutarni, S. 2007. Sari Neurotoksikologi. Yogyakarta: Pustaka Cendekia Press. Swadaya.

Tim Penyusun kamus PS. 2013. Kamus Pertanian Umum. Jakarta: Penebar Swadaya

Triharso. 1994. Dasar-dasar Perlindungan Tanaman. Gadjah Mada University Press. Yogyakarta. 315 hl.

World Health Organization. 2012. Guidelines for Procuring Public Health Pesticides. France: WHO Press.
Wudianto, R., 2007. Petunjuk Penggunaan Pestida. Penerbit Penebar Swadaya. Jakarta

LAMPIRAN

Analisis Data dan Perhitungan

Lampiran 1. Pembuatan Standar Transfulthrin

1. Pembuatan Larutan Induk

   $M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$

   1000 ppm x V_1 = 100 ppm x 50 mL

   V_1 = 5 mL

   Pengenceran Deret Standar Transfulthrin

a. Konsentrasi 0 ppm

   $M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$

   100 ppm x V_1 = 0 ppm x 10 mL

   V_1 = 0 mL

b. Konsentrasi 10 ppm

   $M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$

   100 ppm x V_1 = 10 ppm x 10 mL

   V_1 = 1 mL

c. Konsentrasi 20 ppm

   $M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$

   100 ppm x V_1 = 20 ppm x 10 mL

   V_1 = 2 mL

d. Konsentrasi 30 ppm

   $M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$

   100 ppm x V_1 = 30 ppm x 10 mL

   V_1 = 3 mL

e. Konsentrasi 40 ppm

   $M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$

   100 ppm x V_1 = 40 ppm x 10 mL

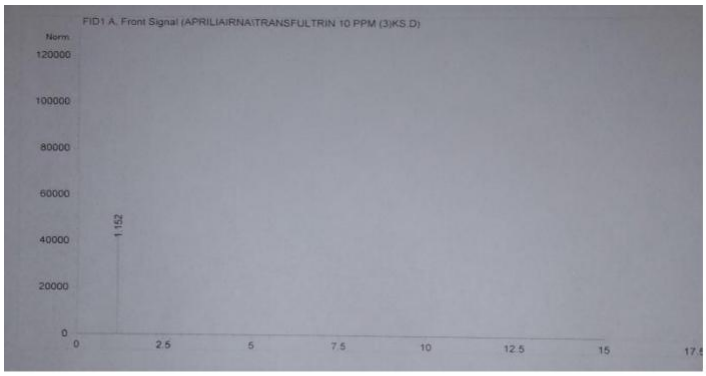
   V_1 = 4 mL

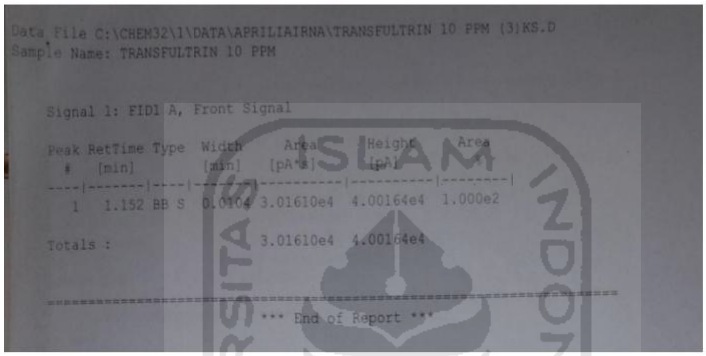
Lampiran 2. Optimasi Instrumen GC-FID

Optimasi Instrumen GC-FID

Komponen	Kondisi
Alat	GC - FID
Detektor	FID suhu 250°C
Oven Temperature	100°C - 250°C
Ion Source Temperature	250°C
Constant Flow	1 mL/min
Split	10:1
Mode Front Inlet	Splitless
Injection Volume	1 µL

Lampiran 3. Nilai Lempeng Teoritis



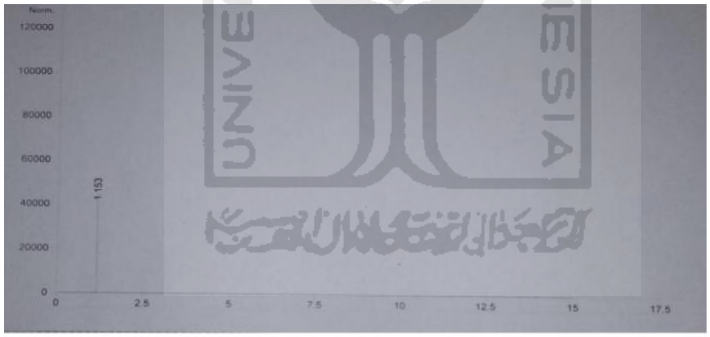


Data File C:\CHEM32\1\DATA\APRILIAIRNA\TRANSFULTRIN 10 PPM (3)KS.D
Sample Name: TRANSFULTRIN 10 PPM

Signal 1: FID1 A, Front Signal

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	1.152	BB S	0.0104	3.01610e4	4.00164e4	1.000e2
Totals :				3.01610e4	4.00164e4	

*** End of Report ***

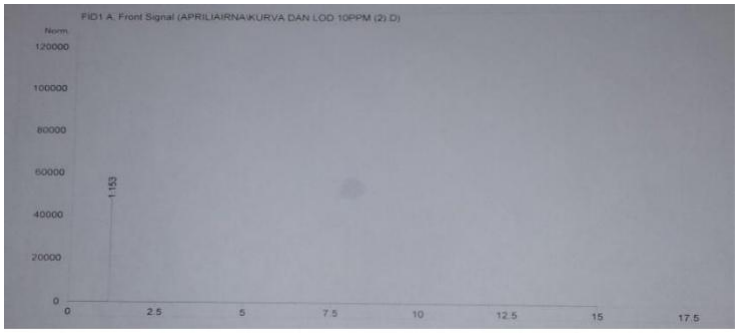


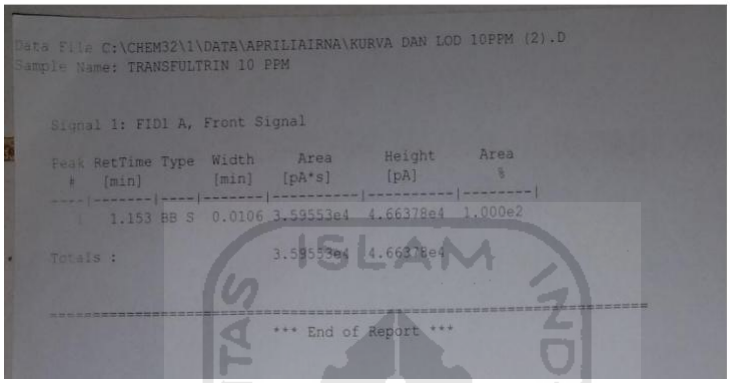
Data File C:\CHEM32\1\DATA\APRILIAIRNA\KURVA DAN LOD 10PPM (1).D
Sample Name: TRANSFULTRIN 10 PPM

Signal 1: FID1 A, Front Signal

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	1.153	BB S	0.0103	2.74794e4	4.03952e4	1.000e2
Totals :				2.74794e4	4.03952e4	

*** End of Report ***





Data File C:\CHEM32\1\DATA\APRILIAIRNA\KURVA DAN LOD 10PPM (2).D
Sample Name: TRANSFULTRIN 10 PPM

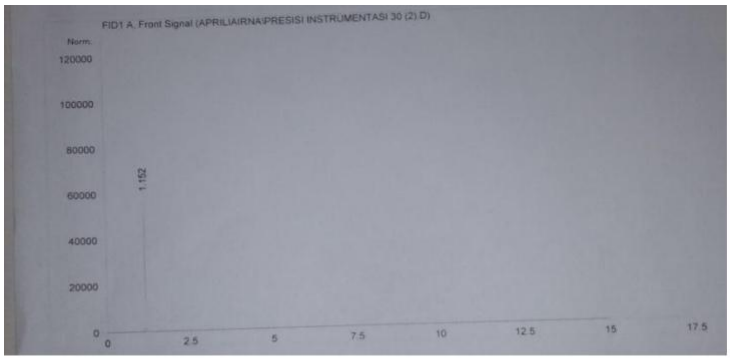
Signal 1: FID1 A, Front Signal

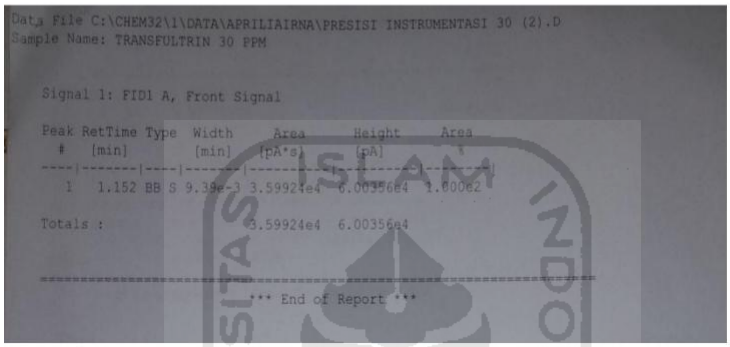
Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	1.153	BB S	0.0106	3.59553e4	4.66378e4	1.000e2
Totals :				3.59553e4	4.66378e4	

*** End of Report ***

transfultrin 10 ppm	RT	N	W
1	1,152	30161	0,0104
2	1,153	27479,4	0,0103
3	1,153	35955,3	1000e2
Rata-rata		31198,57	

Lampiran 4. Presisi Instrumentasi





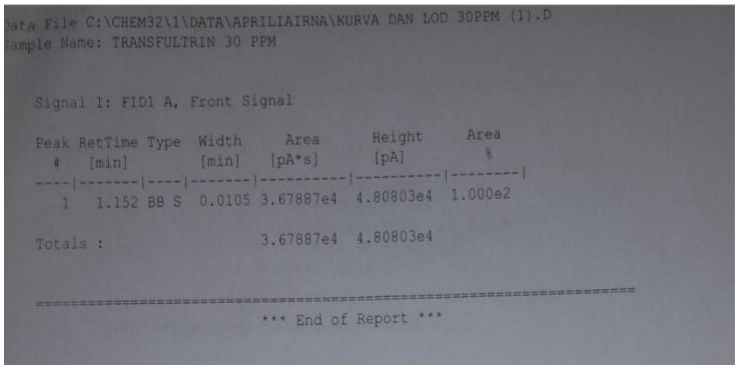
Data File C:\CHEM32\1\DATA\APRILIAIRNA\PRESISI INSTRUMENTASI 30 (2).D
Sample Name: TRANSFULTRIN 30 PPM

Signal 1: FID1 A, Front Signal

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	1.152	BB S	9.39e-3	3.59924e4	6.00356e4	1.000e2
Totals :				3.59924e4	6.00356e4	

*** End of Report ***



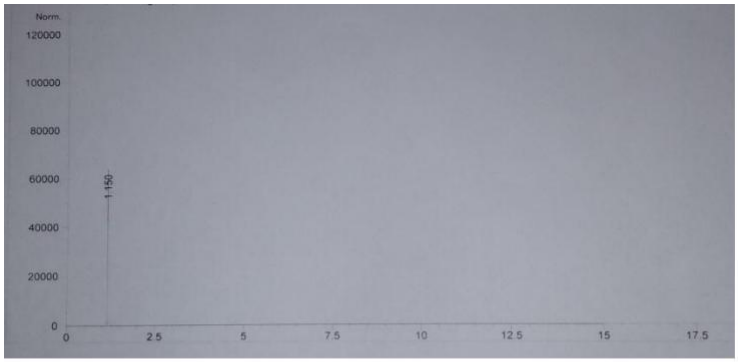


ata File C:\CHEM32\1\DATA\APRILIAIRNA\KURVA DAN LOD 30PPM (1).D
ample Name: TRANSFULTRIN 30 PPM

Signal 1: FID1 A, Front Signal

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	1.152	BB S	0.0105	3.67887e4	4.80803e4	1.000e2
Totals :				3.67887e4	4.80803e4	

*** End of Report ***



Data File C:\CHEM32\1\DATA\APRILIAIRNA\PRESISIINSTRUMENTASI 30 (2).D
Sample Name: TRANSFULTRIN 30 PPM

Signal 1: FID1 A, Front Signal

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	1.150	BB S	0.0105	3.85407e4	5.03757e4	1.000e2
Totals :				3.85407e4	5.03757e4	

*** End of Report ***

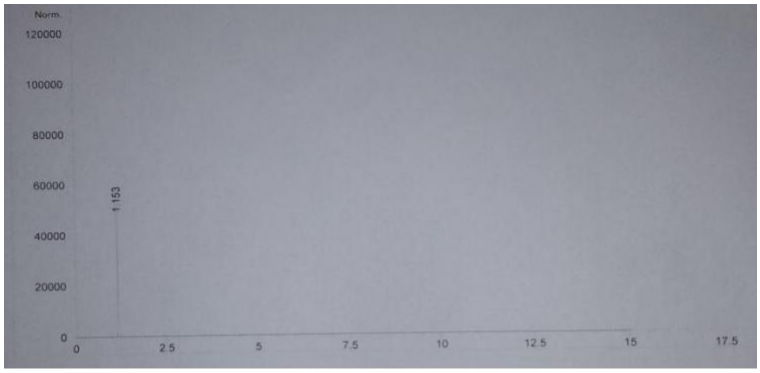


ata File C:\CHEM32\1\DATA\APRILIAIRNA\PRESISI INSTRUMENTASI 30 (3).D
ample Name: TRANSFULTRIN 30 PPM

Signal 1: FID1 A, Front Signal

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	1.153	BB S	0.0111	3.92380e4	5.29206e4	1.000e2
Totals :				3.92380e4	5.29206e4	

*** End of Report ***



Sample Name: TRANSFULTRIN 30 PPM

Signal 1: FID1 A, Front Signal

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	1.153	BB S	0.0103	3.23879e4	4.79269e4	1.000e2
Totals :				3.23879e4	4.79269e4	

*** End of Report ***



Data File C:\CHEM32\1\DATA\APRILIAIRNA\KURVA DAN LOD 30PPM (2).D
Sample Name: TRANSFULTRIN 30 PPM

Signal 1: FID1 A, Front Signal

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	1.155	BB S	0.0102	3.56961e4	4.85109e4	1.000e2
Totals :				3.56961e4	4.85109e4	

*** End of Report ***

Transfulthrin 30 ppm	Rt (menit)	Puncak Area
Replikan 1	1,153	3,60E+04
Replikan 2	1,155	3,57E+04
Replikan 3	1,153	3,68E+04
Replikan 4	1,153	3,24E+04
Replikan 5	1,15	3,85E+04
Replikan 6	1,153	3,92E+04
Rata-rata	1,152833333	36433,3333
SD	0,001602082	2410,53244
RSD (%)	0,138969089	6,61628301

$$= \sqrt{\frac{\sum(-)^2}{\quad}}$$

$$= \sqrt{\frac{\sum(1{,}153 - 1{,}1528)^2}{6-2}}$$

$$= \sqrt{\sum(0{,}0002)^2 \frac{\quad}{4}}$$

$$\% = \frac{\text{SD} = 0{,}001602082}{0{,}0016} 100\%$$

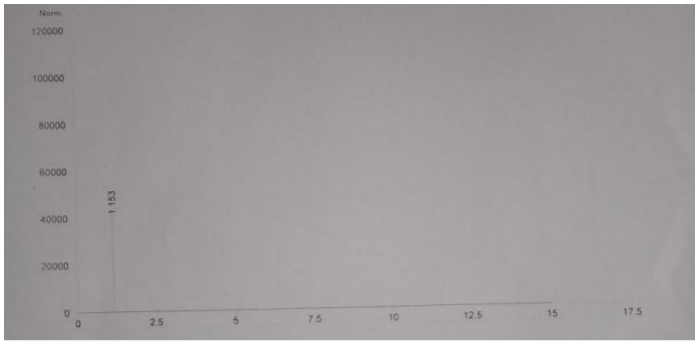
$$\% \quad 1{,}1528 \quad 100\%$$

%RSD = 0,14%

Lampiran 5. Kurva Kalibrasi

Data Kurva Kalibrasi

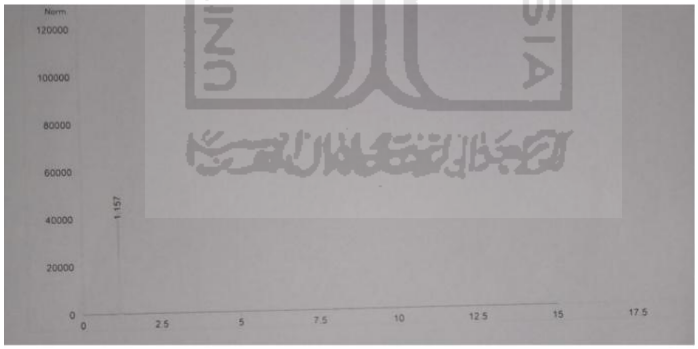
0 ppm



Signal 1: FID1 A, Front Signal

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	1.153	BB S	0.0103	2.74794e4	4.03952e4	1.000e2
Totals :				2.74794e4	4.03952e4	

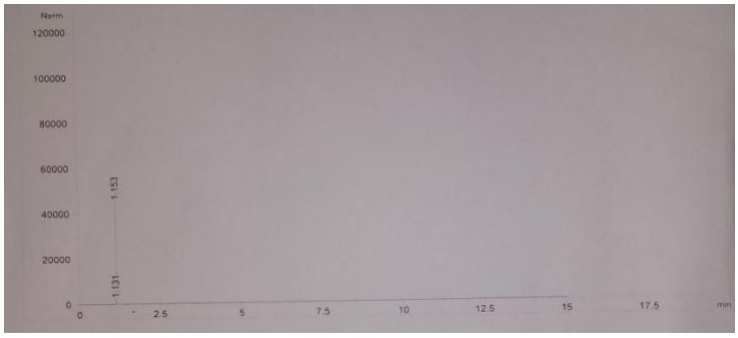
*** End of Report ***



Signal 1: FID1 A, Front Signal

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	1.157	BB S	0.0102	2.84890e4	3.85336e4	1.000e2
Totals :				2.84890e4	3.85336e4	

*** End of Report ***

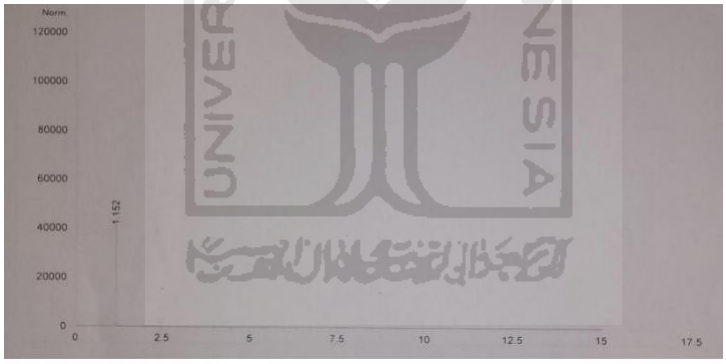


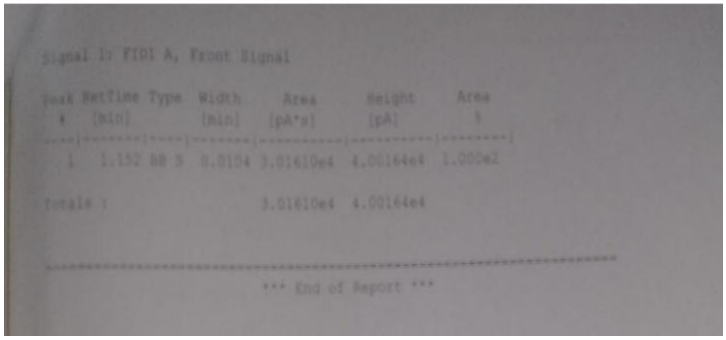
Signal 1: FID1 A, Front Signal

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	1.131	BV S	0.0183	1797.85535	1677.53223	6.06317
2	1.153	VB S	0.0103	2.78542e4	4.49781e4	93.93683
Totals :				2.96321e4	4.66656e4	

*** End of Report ***

10 ppm

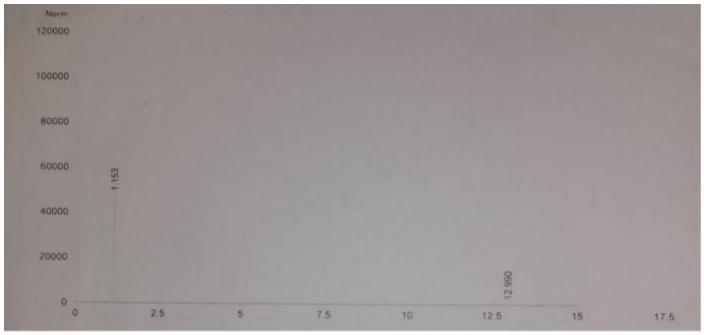




Signal 1: FID1 A, Front Signal

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	1.152	BB S	0.0104	3.01610e4	4.00164e4	1.00000
Totals :				3.01610e4	4.00164e4	

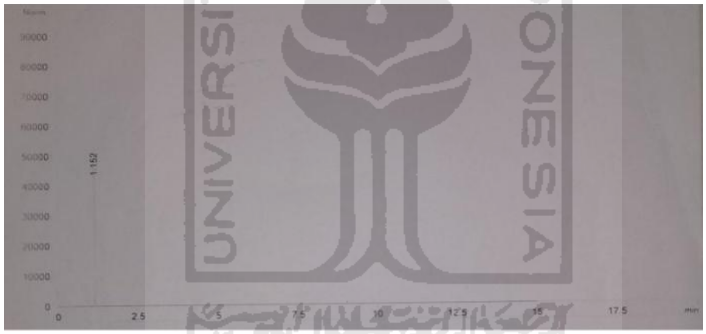
*** End of Report ***



Signal 1: FID1 A, Front Signal

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	1.152	BB S	0.0104	3.01610e4	4.00164e4	1.000e2
Totals :				3.01610e4	4.00164e4	

*** End of Report ***

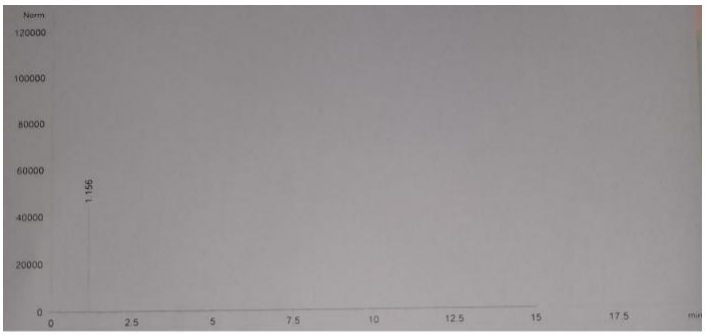


Signal 1: FID1 A, Front Signal

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	1.153	BB S	0.0109	3.49933e4	4.80945e4	92.77802
2	12.990	BB	0.0317	2723.93115	1180.73083	7.22198
Totals :				3.77172e4	4.92752e4	

*** End of Report ***

20 ppm



Signal 1: FID1 A, Front Signal

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	1.156	BB S	0.0104	3.37052e4	4.47118e4	1.000e2
Totals :				3.37052e4	4.47118e4	

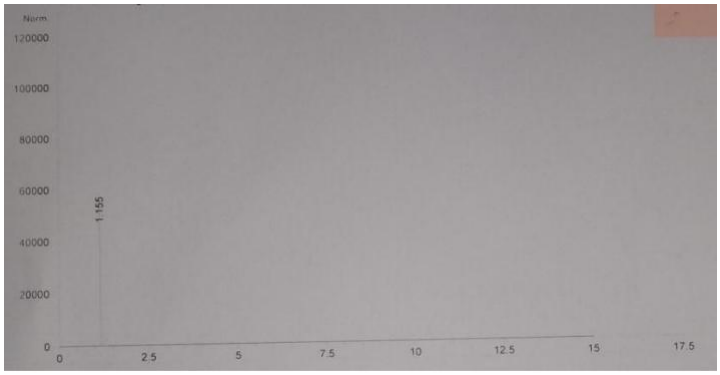
*** End of Report ***



Signal 1: FID1 A, Front Signal

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	1.155	BB S	0.0106	3.66544e4	4.76253e4	1.000e2
Totals :				3.66544e4	4.76253e4	

*** End of Report ***

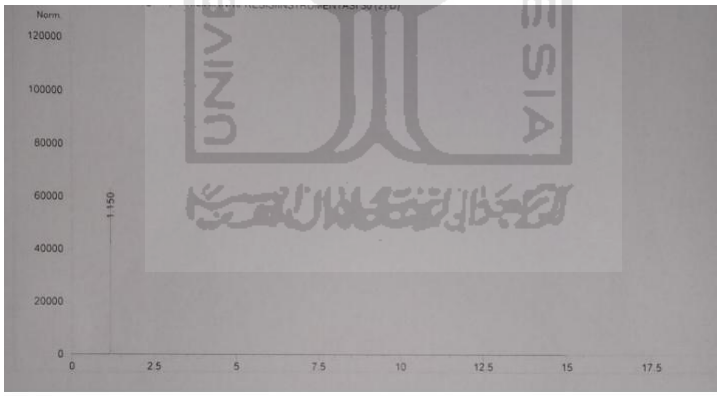


Signal 1: FID1 A, Front Signal

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	1.155	BB S	0.0107	3.60966e4	4.60616e4	1.000e2
Totals :				3.60966e4	4.60616e4	

*** End of Report ***

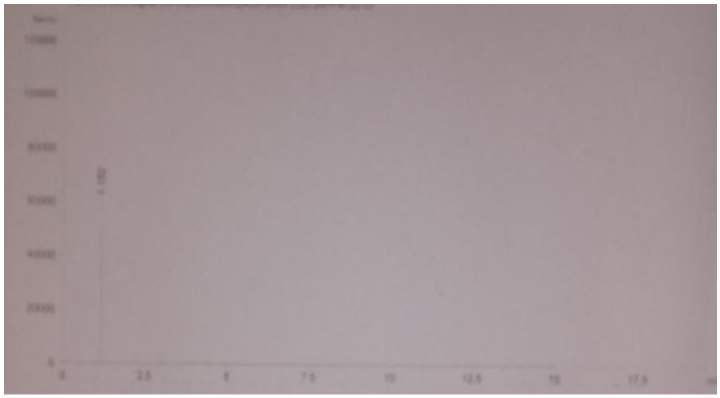
30 ppm



Signal 1: FID1 A, Front Signal

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	1.150	BB S	0.0105	3.85407e4	5.03757e4	1.000e2
Totals :				3.85407e4	5.03757e4	

*** End of Report ***



Signal 1: FID1 A, Front Signal

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	1.152	BB S	9.88e-3	3.92480e4	6.12451e4	1.000e2
Totals :				3.92480e4	6.12451e4	

*** End of Report ***

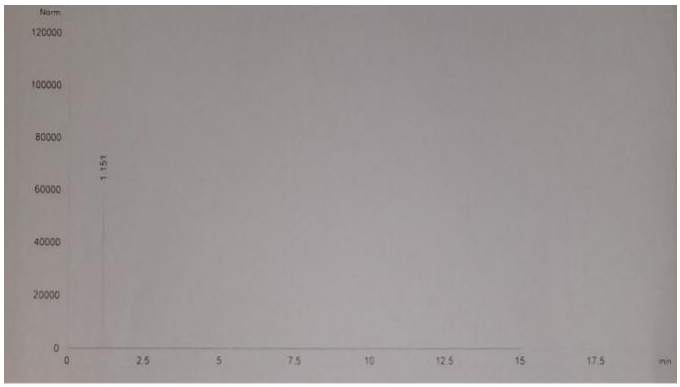


Signal 1: FID1 A, Front Signal

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	1.154	BB S	0.0105	4.14368e4	5.97078e4	1.000e2
Totals :				4.14368e4	5.97078e4	

*** End of Report ***

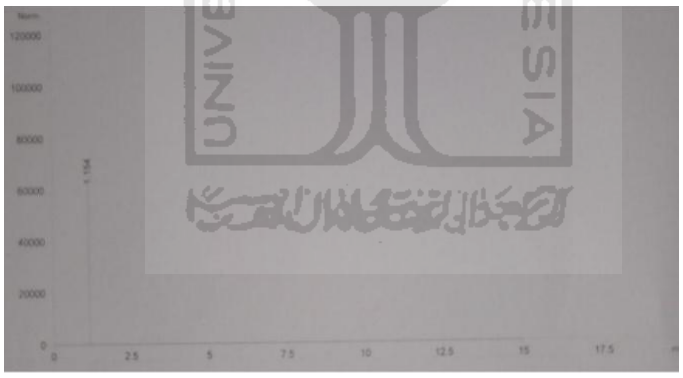
40 ppm



Signal 1: FID1 A, Front Signal

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	1.151	BB S	0.0103	4.20511e4	6.22959e4	1.000e2
Totals :				4.20511e4	6.22959e4	

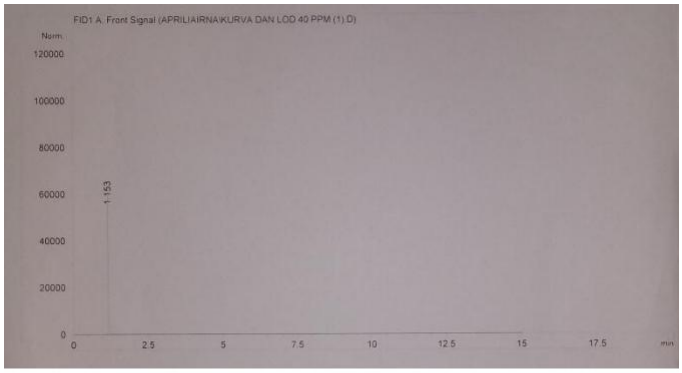
*** End of Report ***

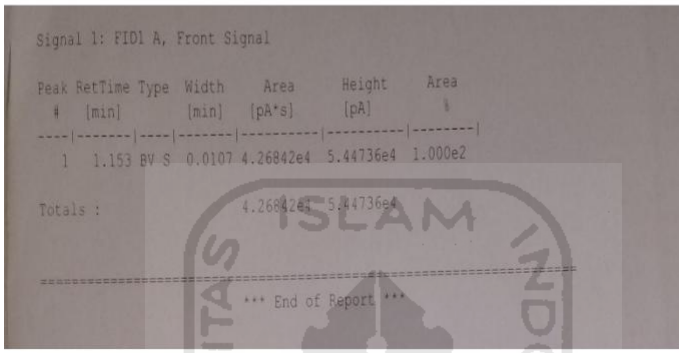


Signal 1: FID1 A, Front Signal

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	1.154	BB S	9.95e-3	3.95812e4	6.11604e4	1.000e2
Totals :				3.95812e4	6.11604e4	

*** End of Report ***



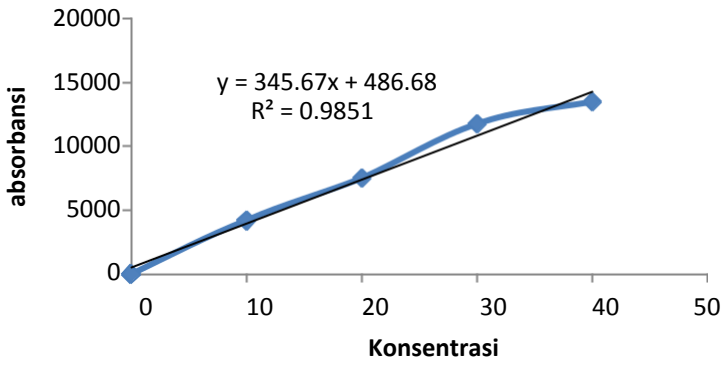


Signal 1: FID1 A, Front Signal

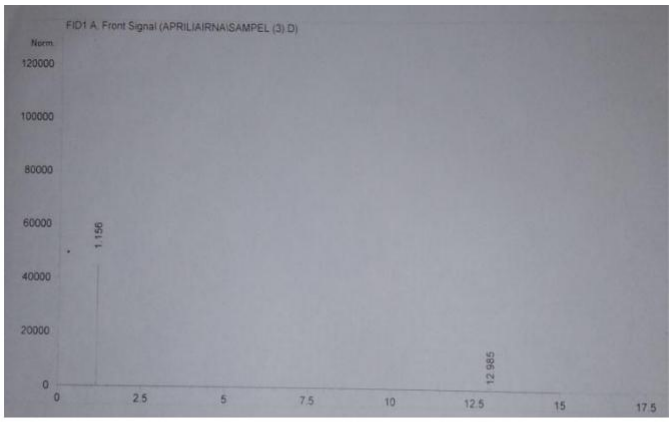
Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	1.153	BV S	0.0107	4.26842e4	5.44736e4	1.000e2
Totals :				4.26842e4	5.44736e4	

*** End of Report ***

Konsentrasi	Absorbansi
0	0
10	4200
20	7533,4
30	11766,7
40	13500



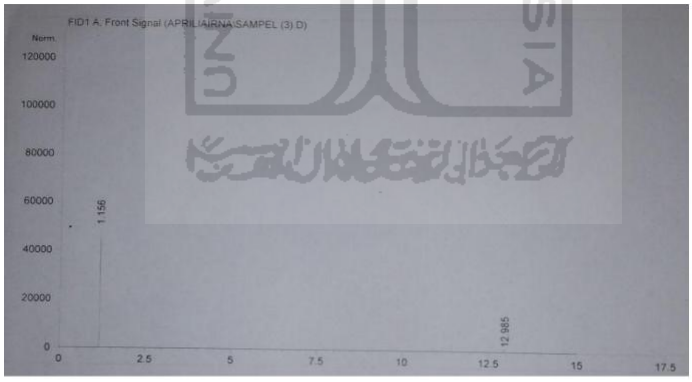
Lampiran 7. Sampel transfulthrin



Signal 1: FID1 A, Front Signal

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	1.156	BB S	0.0101	3.24810e4	4.94830e4	93.33096
2	12.985	BB	0.0297	2320.95947	1089.26941	6.66904
Totals :				3.48020e4	5.05723e4	

*** End of Report ***



Signal 1: FID1 A, Front Signal

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %	Name
1	2.130		0.0000	0.00000	0.00000	
2	2.396		0.0000	0.00000	0.00000	ETANOL
Totals :				0.00000	0.0000	

Uncalibrated Peaks:

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Area %	Name
1	1.155	BB S	0.0104	3.30152e4	1.000e2	?
Uncalib. totals :				3.30152e4	100.0000	

Sampel Transfulthrin	RT	Luas Area
1	1,156	32500
2	1,155	33000
		65500

Lampiran 8. Ketidakpastian Pengukuran

1. Ketidakpastian Pipet Ukur 5 mL

   a. Ketidakpastian faktor muali ditentukan dengan persamaan, berikut : $\mu(V) = \frac{0{,}03}{\sqrt{6}}$

      $= 0{,}012247$ mL

   b. Ketidakpastian kalibrasi ditentukan dengan persamaan, berikut :

      $\mu(T) = 5 \cdot 2{,}1 \cdot 10^{-4} \cdot 25° \cdot \sqrt{3}$

      $= 0{,}00303109$ mL

   c. Ketidakpastian gabungan antara faktor muali dengan ketidakpastian kalibrasi

      $\mu(VL) = \sqrt{(\quad)^2 + (\quad)^2} = \sqrt{(0{,}012247\quad) + (0{,}00303109\quad)}$

      $= 0{,}012617$ mL

   - Ketidakpastian Pipet Ukur 1 mL

2. Ketidakpastian pipet ukur 1 mL ±0,006 mL, 20°C

   a. Ketidakpastian faktor muai $\mu(V) = \frac{0{,}006}{\sqrt{6}}$

      $= \pm 0{,}0024$ mL

   b. Ketidakpastian kalibrasi

      $\mu(T) = 1 \cdot 2{,}1 \cdot 10^{-4} \cdot 25° \cdot 70° \cdot \sqrt{3}$

      $= 0{,}006$ mL

   c. Ketidakpastian gabungan antara faktor muali dengan ketidakpastian kalibrasi

$$\mu(VC) = \sqrt{(\quad)2 + (\quad)^2}$$
$$= \sqrt{(0{,}0024)2 + (0{,}006)2}$$
$$= 0{,}00247 \text{ mL}$$

3. Ketidakpastian Labu Ukur 10 mL

a. Ketidakpastian faktor muai $\mu(V) = \sqrt{6}$
$$= 0{,}05_2$$
$$= 0{,}025$$

b. Ketidakpastian kalibrasi
$$\mu(T) = \frac{}{5 \cdot 2{,}1 \cdot 10-4 \cdot .25^\circ}$$
$$= 0{,}0036 \text{ mL}$$

c. Ketidakpastian gabungan antara faktor muai dengan ketidakpastian kalibrasi
$$\mu(VL) = \sqrt{(\quad)2 + (\quad)^2}$$

Konsentrasi Standar transfulthrin (ppm) hasil pengukuran	Absorbansi (X) Hasil Pengukuran	X-$\bar{X}$i	$(X-\bar{X}i)^2$
0	0	-20980,02	440161239
10	4200	-16780,02	281569071
20	75433,4	54453,38	2,965E+09
30	11766,7	-9213,32	84885265
40	13500	-7480,02	55950699
$(\bar{X}p) = 20$	$\bar{}$(Xi)= 20980,02	$(\bar{X}t)$=2,18279E-12	Σ = 3,828E+09
SD		0,000036	

$$= \sqrt{(0{,}0025\quad)2 + (0{,}0036\quad)^2}$$

Slope	345,7
P	3
a	5
Y Sampel	3,28E+04
Y Standar	20980,02

= 0,00001921 mL

4. Ketidakpastian volume contoh gabungan rata-rata

= 0,00001250 mL

5. Ketidakpastian kurva kalibrasi

Data Ketidakpastian Kurva Kalibrasi

Konsentrasi Standar transfulthrin (ppm) hasil pengukuran	Absorbansi (X) Hasil Pengukuran	X-$\bar{X}$i	(X-$\bar{X}$i)^2
0	0	-20980,02	440161239
10	4200	-16780,02	281569071
20	75433,4	54453,38	2,965E+09
30	11766,7	-9213,32	84885265
40	13500	-7480,02	55950699
($\bar{X}$p) = 20	$\bar{X}$(Xi)= 20980,02	($\bar{X}$t)=2,18279E-12	Σ = 3,828E+09
SD		0,000036	
slope		345,7	
P		3	
a		5	
Y Sampel		3,28E+04	

Y Standar 20980,02

6. Ketidakpastian kurva kalibrasi

$$\mu C = \sqrt{\left(\frac{1}{}\right)^2 + \left(\frac{1}{}\right)^2 + \frac{}{}}$$

$$= \frac{0{,}000056\sqrt{(\quad)^2 + (\quad)^2 + 5{,}04E{+}04 - 20980{,}02}}{345{,}5544{\times}2^2 \quad 3{,}82E{+}09}$$

= 4,01838E-08

7. Ketidakpastian presisi (%RSD)

$$\mu\ \%RSD = \sqrt{\quad} \quad \frac{}{\sqrt{\quad}}$$

= 0,007164 mL

8. Ketidakpstian gabungan

$$\mu = \sqrt{\left(\frac{\%}{}\right)^2 + \left(\frac{\mu}{}\right)^2 + \left(\frac{\%}{}\right)^2}$$

$$= \sqrt{\left(\frac{0{,}00001250\ mL}{}\right)^2 + \left(\frac{4{,}01838E{-}08}{}\right)^2 + \left(\frac{0{,}007164\ mL}{}\right)^2}$$

$$\frac{}{20} = \sqrt{1{,}17601E-12 + 4{,}04E-18} \quad \frac{}{20} \quad 1{,}5267 \quad \frac{}{20} \quad 0{,}1389690689 \quad + 0{,}002658$$

$$\frac{}{20} = 0{,}0515751878$$

μG = 1,031503756 mL

9. ketidakpastian diperluas

μU = μG x K

μU = 1,031503756 x 2

μU = 2,063007512

keterangan :

U = ketidakpastian diperluas

μG = ketidakpastian gabungan

K = Faktor cakupan (95% = 2)