

PENENTUAN KLORPIRIFOS, SIPERMETHRIN DAN DELTAMETRIN SECARA INDIVIDU PADA MATRIKS MINYAK SAWIT MENGGUNAKAN KROMATOGRAFI GAS DETEKTOR PENANGKAP ELEKTRON

Hasrul Abdi Hasibuan, Donald Siahaan, dan Yogi Sugianto¹

Abstrak Suatu metode penentuan klorpirifos, sipermetrin dan deltametrin secara individu dalam matriks minyak sawit telah dikembangkan dengan penekanan pada proses pemurnian (*clean-up*). Ketiga bahan aktif tersebut ditentukan secara individu menggunakan kolom Rtx-1. Fraksi minyak dalam sampel dihilangkan menggunakan teknik kromatografi kolom adsorpsi dengan adsorben alumina dan pelarut petroleum eter. Optimasi proses pemurnian dilakukan dengan rasio alumina dan petroleum eter (g/mL) 1:1-1:6. Eluat dipekatkan dan ditentukan dengan kromatografi gas detektor penangkap elektron. Proses pemurnian yang optimum diperoleh pada rasio alumina dan petroleum eter 1:5 (g/mL) dengan perolehan kembali untuk ketiga bahan aktif lebih dari 90%. Batas deteksi minimum dari klorpirifos, sipermetrin dan deltametrin masing-masing adalah 0,036; 0,07 dan 0,05 µg/mL. Pada validasi metode diperoleh koefisien variasi lebih kecil dari 15%. Perolehan kembali dari ketiga jenis bahan aktif pada sampel bermatriks minyak sawit dengan konsentrasi 0,04-1,00 µg/g masing-masing adalah 81,97-109,49% (klorpirifos); 80,87-98,63% (sipermetrin) dan 83,53-119,2% (deltametrin).

Kata kunci: klorpirifos, sipermetrin, deltametrin, kromatografi gas, minyak sawit, residu pestisida

Penulis yang tidak disertai dengan catatan kaki instansi adalah peneliti pada Pusat Penelitian Kelapa Sawit

Hasrul Abdi Hasibuan (✉)
Pusat Penelitian Kelapa Sawit
Jl. Brigjen Katamso No. 51 Medan 20158
email : hasibuan_abdi@yahoo.com

¹ Fakultas Farmasi, Universitas Sumatera Utara
Jl. Bioteknologi No.1 Medan

Abstract A method to individually determine chlorpyrifos, cypermethrin and deltamethrin individually in palm oil matrix has been improved with emphasis on cleanup process. The third pesticide active ingredients were determined using Rtx-1 column. Oil fraction in the sample was removed using adsorption column chromatography technique with alumina as adsorbent and petroleum ether as eluent. Optimization process was conducted in ratio alumina and petroleum ether (g/mL) 1:1 to 1:6. Eluate was evaporated and injected in gas chromatography-electron capture detector. The optimum condition was obtained when the ratio of alumina and petroleum ether was 1:5 g/mL with percentage of recovery was above 90%. The limit of detection of chlorpyrifos, cypermethrin and deltamethrin were 0.036; 0.07 and 0.05 µg/mL, respectively. In the validation method the variation coefficients were smaller than 15%. The percentage recovery of chlorpyrifos, cypermethrin and deltamethrin on palm oil matrix with the concentration of 0.04 to 1.00 µg/g were 81.97 to 109.49%; 80.87 to 98.63% and 83.53 to 119.2%, respectively.

Keywords: chlorpyrifos, cypermethrin, deltamethrin, gas chromatography, palm oil, pesticide residue.

PENDAHULUAN

Kepedulian terhadap sistem keamanan pangan dalam industri kelapa sawit di masa mendatang sangat diperlukan mengingat sebagian besar Crude Palm Oil (CPO) Indonesia digunakan sebagai bahan pangan. Dalam beberapa tahun ini, sistem Hazard Analysis and Critical Control Point (HACCP) telah dikenalkan pada industri makanan untuk menjamin keamanan pangan. Untuk keefektifan penerapan sistem HACCP, perlu dilakukan kontrol tidak hanya mikroorganisme tetapi

juga bahan berbahaya seperti pestisida dan logam berat (Fukuzawa *et al.*, 2002).

Penggunaan pestisida dalam menopang peningkatan produk kelapa sawit telah banyak membantu untuk meningkatkan produktivitasnya. Namun demikian, penggunaan pestisida ini dapat meninggalkan residu yang berdampak negatif baik terhadap manusia, biota maupun lingkungan (Andresima dan Dhyana, 2008 dan Manuaba, 2008). Pestisida yang umum digunakan pada perkebunan kelapa sawit adalah klorpirifos, sipermetrin dan deltametrin. Ketiga bahan aktif tersebut berguna untuk membasmi serangga pemakan daun seperti ulat api (Djojsumarto, 2008 dan Halimah, 2008).

Baskaram dalam Hasibuan *et al.* (2008) menyatakan bahwa sekitar 75-90% dari residu klorpirifos hilang pada periode inkubasi tanah selama 24 bulan. Klorpirifos dapat menghambat enzim *cholinestrase* yang dapat menyebabkan *acetylcholin* (Anonim, 2002). Sipermetrin dan deltametrin merupakan insektisida dari jenis pyrethroid. Sipermetrin memiliki faktor biokonsentrasi yang rendah namun telah diteliti pada kelinci dapat menimbulkan neurotoksik dan ataxia (Engbolom, 2002).

Dalam minyak sawit, residu pestisida akan melekat di kulit buah kemudian akan diabsorpsi melalui kulit buah. Selain itu juga masuk melalui akar pada saat terjadi penyerapan mineral dari dalam tanah (Halimah, 2008 dan Handoyo, 2009). Residu pestisida ini dapat menimbulkan gangguan kesehatan sehingga dibutuhkan metode analisis yang dapat dipertanggungjawabkan untuk menentukan kadar pestisida demi keamanan pangan dan menjaga kualitas CPO.

Penentuan residu pestisida dalam minyak sawit telah dikembangkan menggunakan GC-FPD (Ainie *et al.*, 2000 dan Halimah, 1999) dan GCECD (Halimah, 2008; Halimah *et al.*, 2002 dan Halimah *et al.*, 2009). Performa dari kedua GC menunjukkan bahwa detektor penangkap elektron lebih baik dibandingkan dengan detektor fotometri nyala. Namun dalam analisisnya sangat ditentukan oleh proses pemurniannya.

Beberapa teknik yang digunakan untuk memisahkan bahan aktif pestisida dari matriks minyak adalah dengan cara ekstraksi dan adsorpsi. Teknik adsorpsi merupakan teknik yang sederhana, tidak membutuhkan banyak pelarut dan memberikan hasil yang lebih baik dibandingkan ekstraksi. Jenis

adsorben yang digunakan diantaranya adalah C18, florisil dan silika. Dengan proses dan adsorben tersebut diperoleh perolehan kembali klorpirifos, sipermetrin dan deltametrin sebesar 80 - 110% (Ainie *et al.*, 2000; Halimah, 1999; Halimah *et al.*, 2002; Halimah *et al.*, 2008 dan Halimah *et al.*, 2009). Sementara itu, penggunaan alumina sebagai adsorben belum ada dilaporkan untuk memurnikan klorpirifos, sipermetrin dan deltametrin dalam matriks berminyak, sehingga penelitian ini dilakukan untuk menentukan ketiga jenis bahan aktif secara individu pada minyak sawit menggunakan kromatografi kolom dengan adsorben alumina.

BAHAN DAN METODE

Bahan

Standar klorpirifos 99% dan sipermetrin 99% diperoleh dari Dow AgroSciences LLC, deltametrin 99,8% diperoleh dari Sigma Aldrich Labor Chemikalien GMBH. Bahan-bahan kimia lain yang digunakan adalah petroleum eter, heksan, natrium sulfat, dan alumina diperoleh dari E. Merck. Gas nitrogen dan hidrogen teknis diperoleh dari PT. Trigases. Minyak sawit hasil pressan tandan buah segar, tandan buah rebus dan tangki timbun diperoleh dari 3 (tiga) pabrik kelapa sawit di propinsi Riau dan minyak goreng komersial dengan 3 (tiga) merek berbeda diperoleh dari swalayan.

Preparasi larutan standar

Klorpirifos sebanyak 100 mg dilarutkan dengan heksan dalam labu takar 100 mL. Dari larutan tersebut dibuat larutan seri standar 0,02; 0,04; 0,06; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6 dan 1 µg/mL dengan cara pengenceran. Hal yang sama juga dilakukan untuk standar sipermetrin dan deltametrin.

Analisis kromatografi gas

Sebanyak 1 µL larutan standar dari masing-masing bahan aktif diinjeksikan ke dalam GC detektor penangkap elektron yang dilengkapi dengan kolom Rtx-1 dengan ketebalan 0,25 µm, 15 m x 0,25 mm. Gas pembawa yang digunakan adalah nitrogen dengan laju alir 1,6 ml/menit. Temperatur injektor dan detektor adalah 325°C. Pengaturan temperatur kolom adalah 150°C selama 2 menit kemudian dinaikkan 10°C hingga 300°C selama 1 menit.

Optimasi proses pemurnian

Optimasi proses pemurnian dilakukan dengan menentukan rasio alumina dan petroleum eter (g/mL) 1:1 - 1:6. Untuk rasio 1:1, kolom kromatografi dikemas dengan alumina 10 g yang dilapisi dengan natrium sulfat 1 g. Sebanyak 1 g sampel yang mengandung klorpirifos 1 ppm dilarutkan dengan 10 mL petroleum eter dan kemudian diinjeksikan ke dalam kolom kromatografi kemudian dielusi dengan tahap pertama 20 - 30 mL petroleum eter dan dielusi lagi hingga 50 mL petroleum eter. Petroleum eter dihilangkan hingga volume eluat akhir 1 mL. Eluat diinjeksikan ke dalam kromatografi gas dan kadar klorpirifos ditentukan menggunakan persamaan sebagai berikut:

Kadar klorpirifos ($\mu\text{g/g}$ sampel)

$$= \frac{X(\mu\text{g/ml}) \times \text{Volume larutan sampel (ml)}}{\text{Berat penimbangan sampel (g)}} \quad (\text{pers. 1})$$

Perolehan kembali ditentukan berdasarkan rumus sebagai berikut:

$$\% \text{ Perolehan kembali} = \frac{C_F}{C_A} \times 100\% \quad (\text{pers. 2})$$

Keterangan :

C_F = konsentrasi analit yang diperoleh menggunakan perhitungan

C_A = konsentrasi larutan baku yang ditambahkan (Harmita, 2004)

Perlakuan yang sama dilakukan juga untuk rasio 1:2, 1:3, 1:4, 1:5 dan 1:6 serta untuk bahan aktif sipermethrin dan deltametrin.

Penentuan perolehan kembali

Persen perolehan kembali ditentukan dengan menggunakan metode simulasi (*spiked-placebo recovery*) yaitu dibuat konsentrasi standar klorpirifos dalam minyak sawit yang bebas dari klorpirifos dengan konsentrasi masing-masing 0,04; 0,06; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6 dan 1 $\mu\text{g/ml}$. Bahan aktif dielusi dengan rasio optimum yang diperoleh pada 2.4. Eluat diinjeksikan ke dalam kromatografi gas dan kadar klorpirifos ditentukan menggunakan persamaan 1 dan 2.

Perlakuan yang sama dilakukan juga untuk perolehan kembali residu pestisida sipermethrin dan deltametrin.

Penentuan klorpirifos, sipermethrin dan deltametrin pada sampel

Analisis sampel dilakukan menggunakan proses *clean-up* seperti prosedur 2.4 dan 2.5. Sampel yang digunakan adalah minyak sawit dari tandan buah segar yang dipress (A1, A2, A3), minyak sawit dari tandan buah rebus (dari stasiun *sterilizer*) yang dipress (B1, B2, B3), minyak sawit dari tangki timbun (C1, C2, C3) dan minyak goreng komersil (D1, D2, D3).

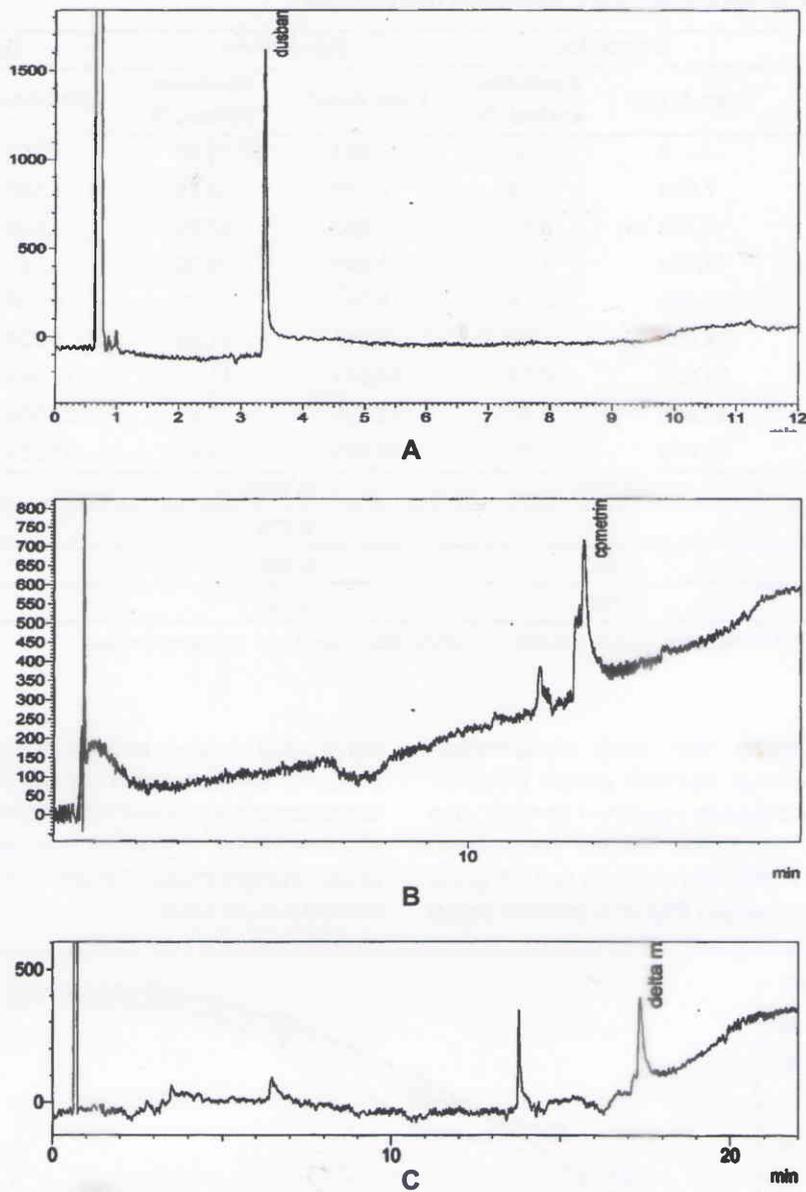
HASIL DAN PEMBAHASAN

Detektor penangkap elektron pada kromatografi gas merupakan jenis detektor yang baik untuk menentukan bahan aktif pestisida yang bersifat non polar (Halimah *et al.*, 2002; Halimah, 2008 dan Halimah *et al.*, 2009). Kolom Rtx merupakan kolom yang baik untuk penentuan pestisida jenis organofosfat (Ueno *et al.*, 2003), dimana klorpirifos merupakan golongan organofosfat. Pada penelitian ini, kolom yang sama juga digunakan untuk mendeteksi sipermethrin dan deltametrin. Hasilnya menunjukkan bahwa puncak keduanya tidak setajam puncak klorpirifos (Gambar 1).

Analisis GC pada larutan standar klorpirifos memberikan kromatogram dengan 1 puncak. Kromatogram pada larutan standar deltametrin menunjukkan 2 puncak namun puncak pada waktu retensi 15,983 menit adalah pengotor. Sipermethrin ditunjukkan dengan 3 puncak yang menandakan bahwa senyawa tersebut memiliki isomer (Hasibuan *et al.*, 2008 dan Halimah *et al.*, 2009). Waktu retensi dari masing-masing standar adalah 3,382 menit (klorpirifos); 12,788 menit (sipermethrin) dan 17,336 menit (deltametrin).

Kurva Kalibrasi

Data kurva kalibrasi dan perolehan kembali dihitung berdasarkan luas area pada konsentrasi yang berbeda. Kurva kalibrasi diplotkan untuk meyakinkan semua peralatan bekerja dengan baik. Kurva kalibrasi dibuat dengan menginjeksikan larutan standar 0,01 $\mu\text{g/mL}$ - 1,00 $\mu\text{g/mL}$ ke dalam GC-ECD. Tabel 1 menunjukkan data kalibrasi yang diperoleh dengan pengulangan analisis 3 kali. Koefisien korelasi diperoleh pada masing-masing standar adalah 0,999 (klorpirifos); 0,995 (sipermethrin); 0,997 (deltametrin). Tingginya koefisien korelasi dari kurva kalibrasi ketiga bahan aktif menunjukkan bahwa persamaan standar cukup handal untuk menetapkan kadar ketiganya.



Gambar 1. Kromatogram standar *chlorpyrifos* (A), *cypermethrin* (B), *deltamethrin* (C) kadar 0,1 µg/mL.

Persamaan garis regresi dari data tersebut adalah $y = 38530 x + 7122$ (klorpirifos), $y = 18072 x + 2775$ (sipermetrin), $y = 34843 x + 2163$ (deltametrin), dimana y merupakan luas area dari analisis GC dan x adalah konsentrasi dari bahan aktif pestisida dalam µg/mL. Koefisien variasi dari masing-masing standar diperoleh $\leq 15\%$. Ini menunjukkan bahwa GC yang digunakan memiliki *repeatability* yang tinggi (Harmita, 2004).

Berdasarkan hasil tersebut dapat dinyatakan bahwa metode analisis untuk deteksi klorpirifos, sipermetrin dan deltametrin pada minyak sawit cukup akurat.

Optimasi Proses *Cleanup*

Untuk memperoleh proses pemurnian yang optimum dari analit, perlakuan dilakukan seperti prosedur 2.4. Gambar 2 menunjukkan bahwa rasio

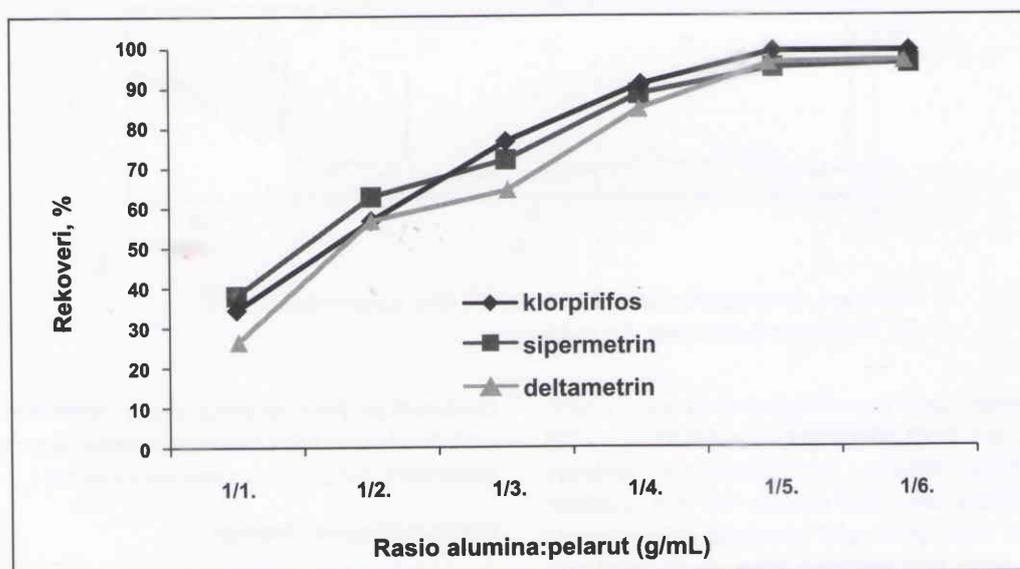
Tabel 1. Kurva Kalibrasi standar klorpirifos, sipermetrin dan deltametrin.

Konsentrasi, $\mu\text{g/mL}$	Klorpirifos		Sipermetrin		Deltametrin	
	Luas Area*	Koefisien Variasi, %	Luas Area*	Koefisien Variasi, %	Luas Area*	Koefisien Variasi, %
0,01	0	0,00	2.411	15,00	1.523	11,67
0,02	7.633	3,76	2.710	8,48	2.593	1,12
0,04	8.706	3,41	3.484	12,25	3.626	4,88
0,06	10.164	1,90	3.848	6,50	4.765	5,83
0,10	10.984	2,74	5.061	1,27	6.336	1,45
0,20	14.452	1,52	6.514	11,36	9.628	1,46
0,40	21.932	6,19	10.641	11,20	15.944	0,95
0,60	30.695	3,37	13.799	1,23	22.505	0,68
1,00	45.654	3,06	20.429	0,42	37.222	1,58
A	38.530		18.072		34.843	
B	7.122		2.775		2.163	
R	0,999		0,995		0,997	
LOD ($\mu\text{g/mL}$)	0,036		0,07		0,05	

Keterangan: LOD = *Limit of Detection* (batas deteksi), * = rerata luas area dari 3 kali pengulangan

alumina dan petroleum eter yang menghasilkan persen perolehan kembali optimum adalah 1/5 g/mL. Rasio 1/1 g/mL menunjukkan perolehan kembali yang paling rendah dan meningkat dengan peningkatan volume pelarut dan stabil pada rasio 1/5 dan 1/6 g/mL. Hal ini berhubungan dengan tingkat kepolaran ketiga

bahan aktif dengan petroleum eter. Pada rasio 1/5 g/mL menunjukkan lebih dari 90% ketiga bahan aktif dapat terekstraksi. Hasil tersebut menunjukkan bahwa alumina dapat digunakan sebagai adsorben baru untuk mengekstraksi bahan aktif pestisida dalam matriks minyak sawit.

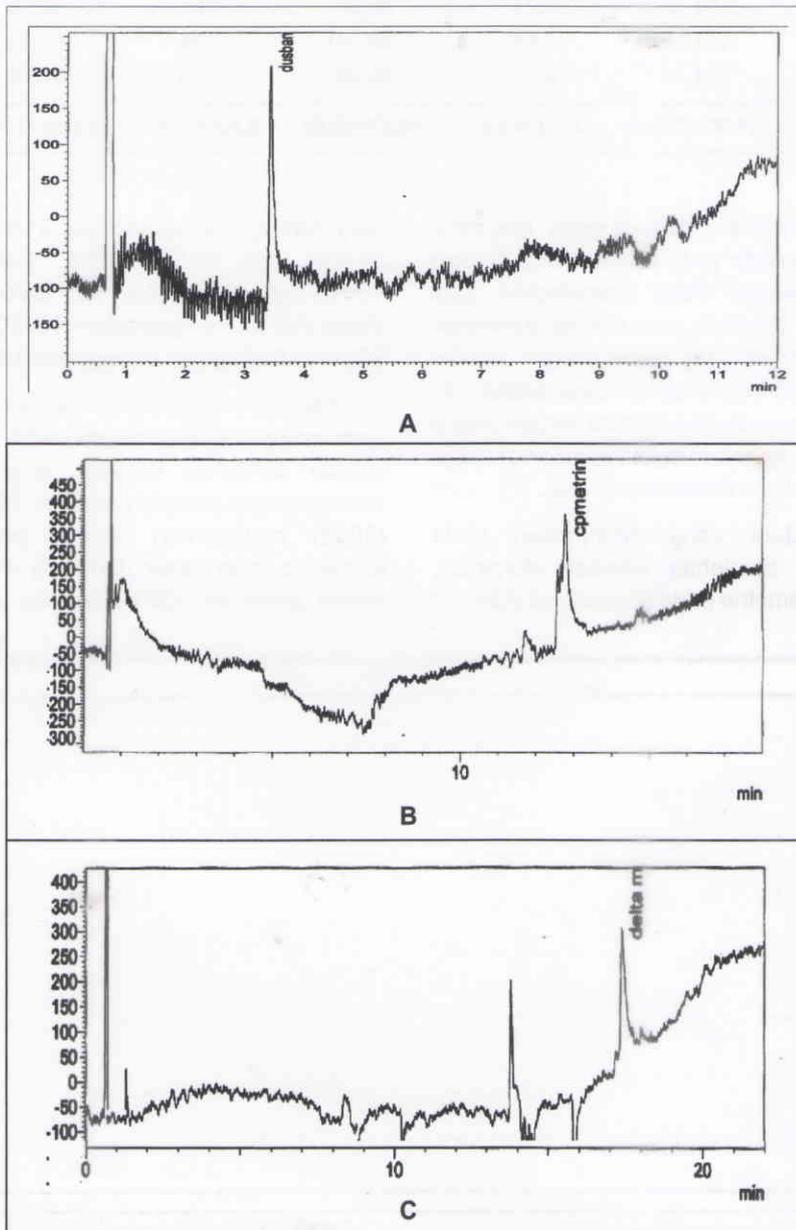


Gambar 2. Pengaruh rasio alumina : petroleum eter terhadap perolehan kembali klorpirifos, sipermetrin dan deltametrin (%) pada konsentrasi 1 ppm.

Perolehan Kembali

Pemisahan lemak dan senyawa yang memiliki berat molekul yang tinggi dari bahan aktif pestisida dilakukan dengan cara kromatografi kolom menggunakan adorbena dan pelarut yang mudah menguap (Ainie *et al.*, 2000 dan Halimah *et al.*, 2002). Pelarut yang mudah menguap dimaksudkan agar proses penguapan pelarut pada pemekatan sampel lebih mudah dan cepat. Dalam

penelitian ini digunakan petroleum eter karena pelarut ini memiliki polaritas yang rendah sehingga mampu menarik klorpirifos, sipermetrin dan deltametrin melewati fase diam alumina. Selain itu, pelarut ini dapat melarutkan ketiga jenis bahan aktif serta memiliki titik didih yang rendah 35-60°C. Untuk meningkatkan efisiensi proses *clean-up*, minyak sawit langsung dilarutkan dengan petroleum eter dan diinjeksikan ke dalam kolom kromatografi (Rubio *et al.*, 2006).



Gambar 3. Kromatogram standar chlorpyrifos (A), cypermethrin (B) dan deltamethrin (C) kadar 0,04 µg/g setelah perolehan kembali.

Tabel 2. Perolehan kembali klorpirifos, sipermethrin dan deltametrin dalam minyak sawit.

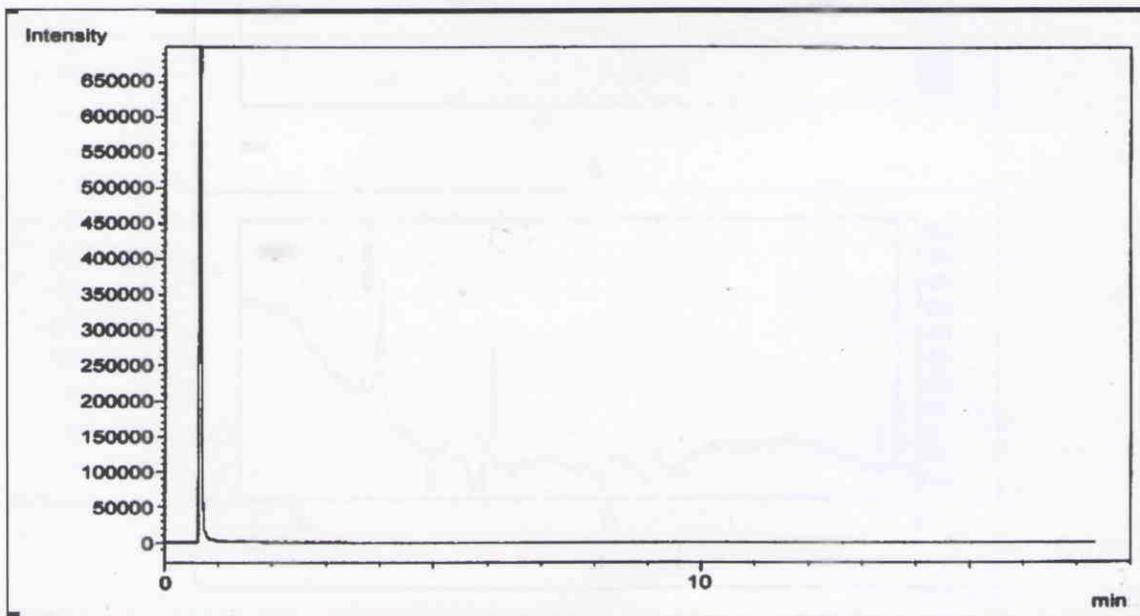
Konsentrasi, $\mu\text{g/mL}$	Klorpirifos		Cypermethrin		Deltametrin	
	Luas Area*	Koefisien Variasi, %	Luas Area*	Koefisien Variasi, %	Luas Area*	Koefisien Variasi, %
0,04	91,04	8,42	93,50	10,23	113,8	4,88
0,06	108,85	5,52	89,15	6,50	108,7	5,83
0,10	109,04	6,07	98,51	1,27	119,2	1,45
0,20	81,97	4,46	98,63	12,00	118,4	1,46
0,40	94,15	0,71	80,87	11,89	92,48	0,95
0,60	109,49	6,65	96,01	1,34	83,56	0,68
1,00	106,33	4,23	85,50	0,52	94,13	1,58
Range	81,97-109,49	0,71-8,42	80,87-98,63	0,52-12,00	83,56 -119,2	0,68 -5,83

Gambar 3 menunjukkan kromatogram klorpirifos, sipermethrin dan deltametrin pada konsentrasi 0,04 $\mu\text{g/g}$ setelah proses *clean-up*. Pada kromatogram juga menunjukkan adanya 2 puncak pada standar deltametrin dan ini menunjukkan hal yang sama dengan standar (Gambar 1C). Tidak adanya puncak lain dalam analisis GC mengindikasikan bahwa adsorben alumina dengan pelarut petroleum eter dapat digunakan dalam pemisahan ketiga bahan aktif tersebut dalam matriks minyak sawit.

Berdasarkan data yang ditunjukkan pada Tabel 2 diperoleh perolehan kembali klorpirifos, sipermethrin dan deltametrin pada konsentrasi 0,04-1,0

$\mu\text{g/g}$ masing-masing sebesar 81,97-109,49%; 80,87-98,63% dan 83,53-119,2%. Sedangkan koefisien variasi dari ketiga bahan aktif lebih rendah dari 12%. Batas deteksi menggunakan GC-ECD masing-masing adalah 0,036 $\mu\text{g/g}$; 0,07 $\mu\text{g/g}$ dan 0,05 $\mu\text{g/g}$.

Penggunaan alumina sebagai adsorben untuk memurnikan ketiga bahan aktif dapat digunakan karena perolehan kembali yang diperoleh masih sesuai dengan standar (Harmita, 2004). Halimah *et al.* (2002) melaporkan bahwa perolehan kembali klorpirifos lebih besar dari 90% menggunakan *solid phase extraction* (SPE) dengan silika dan pelarut



Gambar 4. Kromatogram minyak sawit dari TBS segar setelah proses *clean-up*.

Tabel 3. Hasil analisis klorpirifos, sipermetrin dan deltametrin pada sampel.

Pestisida	Sampel											
	A1	A2	A3	B1	B2	B3	C1	C2	C3	D1	D2	D3
Klorpirifos	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
Sipermetrin	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
Deltametrin	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND

Keterangan: ND = tidak terdeteksi, A1,A2,A3 = minyak sawit dari TBS segar dari PT. 1,2,3;

B1,B2,B3 = minyak sawit dari 3 TB rebus dari PT. 1,2,3; C1,C2,C3 = minyak sawit produksi dari PT. 1,2,3;

D1,D2,D3 = minyak goreng komersil berbeda merek

petroleum eter dan asetonitril. Halimah *et al.* (2009) juga melakukan perolehan kembali sipermetrin menggunakan SPE dan hasilnya hampir sama dengan penelitian ini yaitu perolehan kembali 87-98%. Selain itu, Halimah (2008) melakukan perolehan kembali deltametrin menggunakan SPE dengan perolehan kembali sebesar 78,1 - 100,9%.

Analisis kontaminan klorpirifos, sipermetrin dan deltametrin pada sampel

Kromatogram (Gambar 4) dari sampel tandan buah segar dan rebus yang dipress serta minyak goreng komersial tidak memperlihatkan adanya puncak yang menunjukkan klorpirifos, sipermetrin dan deltametrin dengan membandingkannya pada Gambar 1. Sehingga dapat disimpulkan sampel yang diuji bebas dari cemaran residu klorpirifos, sipermetrin dan deltametrin (Tabel 3).

Kontaminasi pestisida dapat terjadi pada saat di kebun. Buah kelapa sawit dipress untuk menghasilkan minyak sawit memungkinkan terbawanya residu pestisida pada minyak (Haryati *et al.*, 2000). Penurunan residu pestisida pada minyak dapat dilakukan dengan suhu tinggi. Fukuzawa *et al.*, (2005) dan Fukuzawa *et al.*, (2007) telah melakukan penelitian tentang pengaruh proses rafinasi terhadap kadar residu pestisida. Selain itu, Fukuzawa *et al.* (2002) melihat pengaruh hidrogenasi terhadap kadar residu pestisida. Hasilnya menunjukkan bahwa proses rafinasi dan hidrogenasi dapat menghilangkan residu pestisida bahkan hingga tidak terdeteksi. Hal ini disebabkan oleh proses rafinasi dan hidrogenasi menggunakan suhu tinggi masing-masing 240-260°C dan 160-200°C sehingga bahan aktif pestisida akan menguap.

KESIMPULAN

Alumina dapat digunakan sebagai adsorben pada proses pemurnian (*clean-up*) residu pestisida klorpirifos, sipermetrin dan deltametrin dalam matriks minyak sawit. Batas deteksi minimum dari ketiga bahan aktif menggunakan GC-ECD adalah 0,04; 0,07 dan 0,05 µg/mL. Persen perolehan kembali pada konsentrasi 0,04 - 1,00 µg/g dari bahan aktif klorpirifos, sipermetrin dan deltametrin masing-masing adalah 81,97 - 109,49%; 80,87 - 98,63% dan 83,53 - 119,2%. Dalam penelitian ini, sampel minyak sawit yang diperoleh dari TBS, tangki timbun dan minyak goreng komersial tidak mengandung ketiga bahan aktif tersebut. Meskipun demikian, teknik ini tentunya dapat digunakan untuk menentukan bahan aktif pestisida jika terjadi kontaminasi pada minyak sawit.

UCAPAN TERIMAKASIH

Ucapan terima kasih ditujukan kepada Warnoto dan Alida Lubis yang memungkinkan kegiatan penelitian ini dapat berjalan.

DAFTAR PUSTAKA

- Ainie, K., K. Hamirin, and A.Y. Tan. 2000. Gel permeation chromatographic clean-up of organophosphorus pesticide in oil matrix. *Journal of Oil Palm Research*; 12(1): 95-101
- Andresima dan E. L. Dhyana. 2008. Validasi metode analisis residu pestisida kaptan dan profenofos dalam kedelai Jepang (*Glycine max* (L) Merr. Var. Ryokkoh) secara

- kromatografi gas. <http://peternakan.litbang.deptan.go.id>. Diakses pada 6 Februari 2010.
- Anonim. 2002. Chlorpyrifos. Queensland Government. www.health.qld.gov.au/phs/ehu/. Diakses tanggal 12 April 2009.
- Djojosumarto, P. 2008. Pestisida dan aplikasinya. Cetakan Pertama. Jakarta Selatan. Penerbit PT. Agromedia Pustaka. Hal. 3. 89-90. 204.
- Engbolom, J. 2003. Degradation of cypermethrin by indigenus bacteria in local industrial, beech and spruceforest oil. Master thesis in applied ecology. School of Bussines Engineering. 45-78.
- Fukuzawa, T., M. Aoyama, T. Tsutsumi, S. Tokairin, H. Ehara, T. Maruyama, and I. Niiya. 2002. Behaviours of pyriethroid and organophosphorus pesticides in edible oils during hydrogenation. *J. Oleo Science*. Vol. 51. No.1. 29-34.
- Fukuzawa, T., T. Y. Suzuki, S. Tokairin, K. Chimi, T. Maruyama, and T. Yanagita. 2005. Behaviour of 11 organonitrogen pesticides during the refinement of edible oils. *Journal of Oleo Science*. Vol. 54. No.4: 431-435.
- Fukuzawa, T., T. Kobayashi, S. Tokairin, K. Chimi, T. Maruyama, and T. Yanagita. 2007. Behaviour of n-methylcarbamate pesticides during refinement processing of edible oils. *Journal of Oleo Science*. Vol. 56. No. 2: 65-71.
- Halimah, M. 1999. Determination of chlorpyrifos in refined palm olein by GC-FPD and GC-ECD. *Journal of Oil Palm Research*. 2: 89-97.
- Halimah, M., O. Hassan, M.P. Abdullah, T.Y. Ai, and A. Kuntom. 2002. Optimization. Of extraction and clean-up procedures for chlorpyrifos residue determination in oil matrix. *Malaysian Journal of Chemistry*. Vol.4. No.1. 21-27.
- Halimah, M. 2008. Determination of deltamethrin in crude palm oil (CPO) and crude palm kernel oil (CPKO) by solid phase extraction and gas chromatography electron capture detection (GC-ECD). *Malaysian Palm Oil Board TT*: 410(385).
- Halimah, M., B.H. Zainuddin, T.Y. Ai, and N.K.A. Bakar. 2009. Determination of cypermethrin in crude palm oil (CPO) and crude palm kernel oil (CPKO) by solid phase extraction and gas chromatography electron capture detection (GC-ECD). *Malaysian Palm Oil Board TS No*. 6: 495.
- Handojo, D. 2009. Sedikit tentang pestisida. <http://www.dinkesjatengprov.go.id>. Diakses pada 25 Februari 2009.
- Harmita. 2004. Petunjuk pelaksanaan validasi metode dan cara perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian*. Vol 1: 117-135.
- Haryati, T., D. Siahaan, dan J. Elisabeth. 2000. Deteksi kontaminan solar dan kontaminan lain pada minyak sawit. *Warta PPKS*. Vol.8. No.1: 1-8
- Hasibuan, A.H., D. Siahaan, dan F.R. Panjaitan. 2008. Penentuan bahan aktif pestisida chlorpyrifos, cypermethrin, cyhalofop, triclopyr, cyhalothrin dan oxyfluorpen dengan kromatografi gas menggunakan kolom Rtx-1. *Warta PPKS*. Vol. 16. NO. 2: 1-13.
- Manuaba, P. 2008. Cemaran pestisida fosfat-organik di air Danau Buyan Buleleng Bali. *Jurnal Kimia* 2 (1): 7-14.
- Rubio, M.G., M.L.F. DeCordova, M.J.A. Canada, and A.R. Medina. 2006. Simplified pesticide multiresidue analysis in virgin olive oil by gas chromatography with thermoionic specific, elctron capture and mass spectrometric detection. *Journal of Chromatography A*. 1108. 231 - 239.
- Ueno. E., H. Oshima, I. Saito, H. Matsumoto, and H. Nakazawa. 2003. Determination of organofosfat pesticide residue in onion and welsh onion by gas chromatography with pulsed flame photometric detector. *Journal Pesticide Science*. 28. 422-428.



INDEKS SUBYEK

Agroekosystem	108
Ambang kritis	1
Amoniak	73
<i>Anaerobic Fixed Bed Reactor</i>	114
Arahan Pengembangan	98
Asam dekanat	66
Asam humat	37
Biogas	114
Biomassa	45
Cadangan Karbon	98
Cendawan Mikoriza Arbuskula (CMA)	45
Deklamina	73
Deltametrin	120
Distilasi	10
Distilat Asam Oleat (DOA)	10
Feromon agregat	23
Hidrogen	73
Kadar air	59, 108
Karoten	30
Karotenoid Metil ester	30
Katalis nikel	73
Kesesuaian Lahan	87
Klorpirifus	119
Komunitas	87
Kromatografi Gas	120
Lauril Dietanolamida	77
Limbah Cair	108
Lipase	73
Logam berat	1
Mencit	37
Optimasi	30
<i>Oryctes rhinoceros</i>	23
Penguasaan Bahan	77
Penjarangan	59
Rasio Molar Substratic	77
Residu Pestisida	120
<i>Response Surface Methodology</i>	77
<i>Rhynchophorus</i> spp.	23
Sinergisme	23
Sipermetrin	120
<i>Solvolytic micellization</i>	30
Struktur Sosial	87
Temperatur	77
Toksisitas akut	37
Varietas	66

INDEKS PENGARANG

Alfian, Z.	77
Asinomo, D.	45
Bangun, N.	73
Erwinsyah	59
Fadjar, U.	87
Harahap, I.Y.	66
Hasibuan, H.A.	30, 37, 120
Herawan, T.	23, 30, 77, 114
Hidayat, T.C.	66
Hutauruk, A.	73
Karti, P.D.M.H.	45
Lelyana, V.D.	114
Listia, E.	66
Mardatin, N.F.	45
Masyithah, Z.	77
Murtlaksono, K.	108
Nasution, M.A.	114
Panjaitan, F.R.	30
Prasetyo, A.E.	23
Rahim, G.A.	45
Ritonga, M.Y.	10
Rivani, M.	30
Santoso, H.	98
Sembiring, S.B.	73, 77
Siahaan, D.	30, 37, 73, 120
Sugianto, Y.	120
Sumantri, I.B.	37
Susanto, A.	23
Sutarta, E.S.	1
Utomo, C.	23
Widiastuti, H.	45
Winarna	1, 98, 108
Yulianti, N.	108