



**KROMATOGRAFI LAPIS TIPIS - DENSITOMETRI UNTUK ANALISIS
RESIDU INSEKTISIDA DIAZINON DALAM BUAH TOMAT**
(Lycopersicum esculentum Mill.)

SKRIPSI

Oleh

Maulida Eka Rista
NIM 091810301031

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2014



**KROMATOGRAFI LAPIS TIPIS - DENSITOMETRI UNTUK ANALISIS
RESIDU INSEKTISIDA DIAZINON DALAM BUAH TOMAT
(*Lycopersicum esculentum* Mill.)**

SKRIPSI

diajukan guna melengkapi dan memenuhi salah satu syarat
untuk menyelesaikan Program Studi Kimia (S1)
dan mencapai gelar Sarjana Sains

Oleh

**Maulida Eka Rista
NIM 091810301031**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2014**

PERSEMBAHAN

Skripsi yang berjudul “Kromatografi Lapis Tipis - Densitometri untuk Analisis Residu Insektisida Diazinon dalam Buah Tomat (*Lycopersicum esculentum* Mill.)” saya persembahkan kepada:

1. Ibunda Muhayaroh dan Ayahanda M. Khoirul Hadi tercinta, terima kasih atas doa, kasing sayang, dan motivasi yang tiada henti;
2. guru-guruku di RA Hidayatun Nasyiin, SDN Pasrepan 2, SMPN 1 Gondang Wetan, SMAN 4 Pasuruan, dan dosen-dosen di Jurusan Kimia FMIPA Universitas Jember yang telah memberikan ilmu serta bimbingan dengan penuh kesabaran;
3. Almamater tercinta Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

MOTTO

Kami melebihkan sebagian tanaman-tanaman itu di atas sebagian yang lain tentang rasanya. Sesungguhnya yang demikian itu terdapat tanda-tanda (kebesaran Allah) bagi kaum yang berfikir.
(terjemahan Surat Ar-Ra'd ayat 4)*)

Yakinlah hanya pada yang terbaik, berfikir sebaik-baiknya, belajar sebaik-baiknya, miliki tujuan terbaik yang mungkin bagi Anda, jangan pernah puas kecuali oleh hasil terbaik, berusaha sebaik-baiknya, dan pada akhirnya segalanya akan memberikan hasil terbaik, selalu bermakna terbaik.
(Henry Ford)**)

*) Bakar, A.A. 2011. *Zabarjad Al Qur'an dan Terjemahannya*. Bandung: Sinar Baru Algesindo

***) Asyirint, G. 2010. *Langkah Cerdas Menjadi Guru Sejati Berprestasi*. Yogyakarta: Bahtera Buku

PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

nama : Maulida Eka Rista

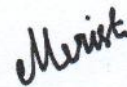
NIM : 091810301031

menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya ilmiah yang berjudul “Kromatografi Lapis Tipis - Densitometri untuk Analisis Residu Insektisida Diazinon dalam Buah Tomat (*Lycopersicum esculentum* Mill.)” adalah benar-benar hasil karya sendiri, kecuali jika dalam pengutipan substansi disebutkan sumbernya, dan belum pernah diajukan pada institusi mana pun, serta bukan karya jiplakan. Saya bertanggung jawab atas keabsahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya, tanpa adanya tekanan dan paksaan dari pihak mana pun serta bersedia mendapat sanksi akademik jika ternyata dikemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, 10 Juli 2014

Yang menyatakan,



Maulida Eka Rista

NIM 091810301031

SKRIPSI

KROMATOGRAFI LAPIS TIPIS – DENSITOMETRI UNTUK ANALISIS RESIDU INSEKTISIDA DIAZINON DALAM BUAH TOMAT (*Lycopersicum esculentum* MILL.)

Oleh

Maulida Eka Rista
NIM 091810301031

Pembimbing

Dosen Pembimbing Utama : Dwi Indarti, S.Si., M.Si.

Dosen Pembimbing Anggota : Yeni Maulidah Muflihah, S.Si., M.Si.

PENGESAHAN

Skripsi yang berjudul “Kromatografi Lapis Tipis – Densitometri untuk Analisis Residu Insektisida Diazinon dalam Buah Tomat (*Lycopersicum esculentum* Mill.)” telah diuji dan disahkan oleh Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember pada:

Hari, tanggal : **SELASA 08 JUL 2014**

tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember

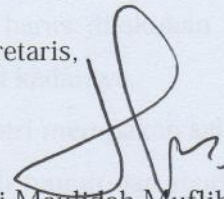
Tim Penguji:

Ketua,



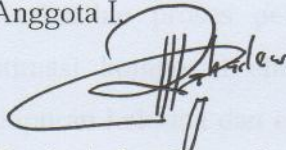
Dwi Indarti, S.Si., M.Si.
NIP. 197409012000032004

Sekretaris,



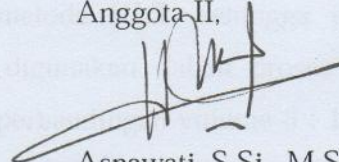
Yeni Maulidah Muflihah, S.Si., M.Si.
NIP. 198008302006042002

Anggota I,



Dr. A. A. Istri Katnadewi, S.Si., M.Si.
NIP. 197012251997022001

Anggota II,



Asnawati, S.Si., M.Si.
NIP. 196808141999032001

Mengesahkan

Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Jember,



Prof. Kusno, DEA., Ph.D.
NIP. 196101081986021001

RINGKASAN

Kromatografi Lapis Tipis – Densitometri untuk Analisis Residu Insektisida Diazinon dalam Buah Tomat (*Lycopersicon esculentum* Mill.); Maulida Eka Rista, 091810301031; 2014; 46 halaman; Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Diazinon merupakan ester asam tiofosfat yang digunakan sebagai bahan aktif insektisida golongan organofosfat “Diazinon 600 EC”. Penyemprotan insektisida tersebut pada buah tomat dapat meninggalkan residu insektisida diazinon yang dapat menyebabkan keracunan apabila dikonsumsi manusia melebihi batas maksimum residu yaitu sebesar 0,5 mg/kg. Oleh karena itu, harus dilakukan analisis residu insektisida diazinon dalam buah tomat agar diketahui kadarnya.

Metode Kromatografi Lapis Tipis – Densitometri merupakan salah satu metode analisis kadar residu insektisida diazinon yang lebih murah dan mudah serta bahan yang digunakan mudah didapatkan dibandingkan metode GC, HPLC dan biosensor berbasis enzim. Komposisi eluen merupakan salah satu faktor yang mempengaruhi keberhasilan proses pemisahan dalam metode KLT, sehingga perlu dilakukan optimasi komposisi eluen. Eluen yang digunakan dalam proses optimasi yaitu campuran heksana dan etil asetat dengan perbandingan volume 8 : 1; 10 : 1; 12 : 1; 14 : 1; 16 : 1; 18 : 1; 20 : 1; dan 22 : 1. Eluen heksana : etil asetat (18 : 1) merupakan eluen yang menghasilkan pemisahan paling baik karena memiliki nilai R_f 0,298 serta nilai standar deviasi yang paling kecil yaitu 0,0035.

Validitas metode KLT – Densitometri perlu diuji untuk memastikan atau mengkonfirmasi bahwa metode tersebut sesuai untuk diterapkan sebagai metode analisis kadar residu insektisida diazinon dalam buah tomat. Berdasarkan hasil pengujian terhadap parameter-parameter validasi yang meliputi linearitas, batas deteksi (LOD), batas kuantitasi (LOQ), keseksamaan (*precision*), dan kecermatan

(*accuracy*), metode KLT - Densitometri untuk analisis residu insektisida diazinon dalam buah tomat dinyatakan valid.

Linieritas metode KLT - Densitometri dapat dilihat dari koefisien korelasi kurva kalibrasi yang menghubungkan antara massa analit (x) dengan respon/ luas area (y). Kurva kalibrasi daerah linier larutan standar diazinon memiliki nilai koefisien korelasi sebesar 0,998. Nilai batas deteksi dan batas kuantitasi yang dihasilkan dari perhitungan yaitu sebesar 8×10^{-3} ppm dan $22,7 \times 10^{-3}$ ppm. Metode KLT – Densitometri dikatakan sensitif untuk analisis residu insektisida diazinon dalam buah tomat karena nilai batas deteksi dan batas kuantitasi di bawah massa terendah kurva kalibrasi dan massa diazinon dalam sampel. Kecermatan (*accuracy*) ditentukan dengan menghitung nilai % perolehan kembali. Nilai % perolehan kembali hasil analisis yaitu 75 % – 100 % dan masuk dalam kisaran kriteria uji validasi analisis residu pestisida yang diterima. Keseksamaan (*precision*) ditentukan dengan menghitung nilai simpangan baku dan simpangan baku relatif. Nilai SBR hasil analisis yaitu sebesar 2,0 – 4,1 dan memenuhi syarat penerimaan untuk uji presisi.

Kadar diazinon dalam buah tomat pada hari pertama sampai hari kelima setelah penyemprotan insektisida terakhir semakin berkurang dan semuanya masih di bawah Batas Maksimum Residu (BMR) insektisida diazinon dalam tomat yaitu 0,5 mg/kg.

PRAKATA

Puji syukur dipanjatkan kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan segala rahmat dan hidayah-Nya berupa kemampuan berpikir dan analisis sehingga dapat terselesaikan skripsi yang berjudul “Kromatografi Lapis Tipis – Densitometri untuk Analisis Residu Insektisida Diazinon dalam Buah Tomat (*Lycopersicum esculentum* Mill.)”. Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat menyelesaikan Program Studi Kimia (S1) dan mencapai gelar Sarjana Sains di Jurusan Kimia FMIPA Universitas Jember.

Skripsi ini tidak mungkin terselesaikan dengan baik tanpa adanya komitmen dan kerjasama yang harmonis antara berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis menyampaikan ucapan terima kasih kepada:

1. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
2. Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si., selaku ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
3. Ibu Dwi Indarti, S.Si., M.Si., selaku Dosen Pembimbing Utama serta Dosen Pembimbing Akademik, dan Ibu Yeni Maulidah Muflihah, S.Si., M.Si., selaku Dosen Pembimbing Anggota yang telah memberikan bimbingan, motivasi, dan perhatian dalam penyelesaian studi di Jurusan Kimia serta penyelesaian skripsi;
4. Ibu Dr. Anak Agung Istri Ratnadewi, S.Si., M.Si., selaku Dosen Penguji I, dan Ibu Asnawati, S.Si., M.Si., selaku Dosen Penguji II yang telah memberikan masukan dan perbaikan dalam penyusunan skripsi;
5. Kepala Laboratorium Kimia Organik dan Laboratorium Biokimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember yang telah memberikan kesempatan untuk menggunakan fasilitas laboratorium;
6. para teknisi laboratorium dan staf Jurusan Kimia atas segala pelayanannya;
7. *Vegetable Team* yang telah membagi ilmu, perhatian, serta motivasi selama penyusunan skripsi;

8. Rekan kerja penelitian: *Soil Team*, Rega Wahyu A., Ferisa W.N., Lia Afrianti, Eka Prasetya N., Nirka Ardila, dan Jaka Hendari yang telah menemani, membantu, serta memberikan semangat dan motivasi sehingga penelitian dapat terselesaikan dengan baik;
9. teman-teman Boarkim 2009 tanpa terkecuali yang telah menjadi teman berbagi ilmu, serta banyak memberikan motivasi dan perhatian sehingga skripsi dan studi di Jurusan Kimia terselesaikan dengan baik;
10. Adik-adikku Mimi Rohazal Yaumi dan Tria Azizah yang selalu memberikan motivasi dan perhatian dalam penyusunan skripsi;
11. Teman-teman kos Jalan Nias 3 Nomor 21: Sakinah J., Mulia Dila A., Desi P.S., Anita Kurnia, dan Diar Iswardani yang selalu memberikan motivasi, perhatian dan sebagai teman curhat yang baik selama penyusunan skripsi ini;
12. semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu per satu.

Tiada usaha yang besar akan berhasil tanpa dimulai dari usaha yang kecil. Penulis mengharapkan kritik dan saran untuk perbaikan dan penyempunaaan skripsi ini. Semoga skripsi ini bermanfaat bagi penyusunan skripsi selanjutnya.

Jember, Juli 2014

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSEMBAHAN	ii
HALAMAN MOTTO	iii
HALAMAN PERNYATAAN.....	iv
HALAMAN PEMBIMBING	v
HALAMAN PENGESAHAN.....	vi
RINGKASAN	vii
PRAKATA	ix
DAFTAR ISI.....	xi
DAFTAR TABEL	xiv
DAFTAR GAMBAR.....	xv
DAFTAR LAMPIRAN.....	xvi
BAB 1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Tujuan Penelitian.....	3
1.4 Manfaat Penelitian.....	3
1.5 Batasan Masalah	3
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 Tanaman Tomat.....	5
2.2 Pestisida	7
2.3 Diazinon	8
2.4 Residu Pestisida dalam Tanaman	9
2.5 Ekstraksi Residu Pestisida	10

2.6 Kromatografi Lapis Tipis	11
2.7 Optimasi Komposisi Eluen	13
2.8 Densitometri	15
2.9 Validasi Metode	16
2.9.1 Linearitas.....	16
2.9.2 Batas Deteksi (<i>Limit of Detection/ LOD</i>)	17
2.9.3 Batas Kuantitasi (<i>Limit of Quantitation/ LOQ</i>)	18
2.9.4 Kecermatan (<i>Accuracy</i>)	18
2.9.5 Keseksamaan (<i>Precision</i>).....	18
BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN	20
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	20
3.2 Alat dan Bahan	20
3.2.1 Alat.....	20
3.2.2 Bahan	20
3.3 Prosedur Penelitian	21
3.3.1 Sampel	21
3.3.1.1 Penanaman Tanaman Tomat	21
3.3.1.2 Preparasi Sampel	22
3.3.2 Pengukuran Panjang Gelombang Maksimum (<i>Scanning</i>) ...	22
3.3.3 Aktivasi Plat KLT Silika Gel F ₂₅₄	22
3.3.4 Optimasi Komposisi Eluen	23
3.3.5 Validasi Metode.....	23
3.3.5.1 Linearitas	23
3.3.5.2 Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantitasi (LOQ)	24
3.3.5.3 Kecermatan (<i>Accuracy</i>).....	24
3.3.5.4 Keseksamaan (<i>Precision</i>).....	25
3.3.6 Analisis Residu Insektisida Diazinon.....	26

BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN	27
4.1 Ekstrak Diazinon dari Buah Tomat	27
4.2 Panjang Gelombang Maksimum Diazinon	29
4.3 Komposisi Eluen yang Menghasilkan Pemisahan Paling Baik ...	30
4.4 Validitas Metode KLT - Densitometri	31
4.4.1 Linearitas.....	32
4.4.2 Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantitasi (LOQ).....	34
4.4.3 Kecermatan (<i>Accuracy</i>)	35
4.4.4 Keseksamaan (<i>Precision</i>).....	36
4.5 Kadar Residu Insektisida Diazinon dalam Buah Tomat	37
BAB 5. PENUTUP	42
5.1 Kesimpulan	42
5.2 Saran	42
DAFTAR PUSTAKA	43
LAMPIRAN	47

DAFTAR TABEL

	Halaman
2.1 Urutan kepolaran eluen, elusi senyawa, dan kekuatan adsorben	14
4.1 Data hasil optimasi eluen KLT untuk larutan standar diazinon	30
4.2 Data hasil perhitungan batas deteksi dan batas kuantitasi	34
4.3 Hasil perhitungan % perolehan kembali	35
4.4 Hasil perhitungan presisi larutan standar diazinon	36
4.5 Hasil penetapan kadar residu insektisida diazinon	40

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
2.1 Tomat varietas tomat buah dibelah vertikal.....	6
2.2 Rumus bangun diazinon	8
2.3 Skema diagram <i>TLC Scanner</i>	16
4.1 Grafik <i>scanning</i> panjang gelombang maksimum	29
4.2 Kurva penentuan daerah linier (<i>linier range</i>).....	32
4.3 Kurva kalibrasi daerah linier.....	33
4.4 Densitogram larutan standar 0,4 ppm	38
4.5 Densitogram S_1 pengulangan pertama	39
4.6 Hubungan jarak waktu penyemprotan insektisida terakhir dan pemanenan terhadap kadar diazinon	40

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
A. Prosedur Pembuatan Larutan Standar Diazinon.....	47
B. Data Penentuan Panjang Gelombang Maksimum (<i>Scanning</i>).....	50
C. Data Optimasi Komposisi Eluen	51
C.1 Kromatogram Hasil Analisis Menggunakan KLT	51
C.2 Hasil Perhitungan Rf dan Standar Deviasi Noda pada KLT	52
D. Data Validasi Metode.....	53
D.1 Linieritas.....	53
D.2 Batas Deteksi (<i>LOD</i>) dan Batas Kuantitasi (<i>LOQ</i>)	54
D.3 Kecermatan (<i>Accuracy</i>).....	56
D.4 Keseksamaan (<i>Precision</i>).....	63
E. Data Penentuan Kadar Residu Insektisida Diazinon dalam Buah Tomat	67
E.1 Data dan Desitogram Hasil Pemindaian dengan <i>TLC Scanner</i>	67
E.2 Data Perhitungan Kadar Diazinon	78
F. Gambar Proses Penanaman Tomat	81