



1

Prosiding Seminar Nasional dan Call for Papers*"Pengembangan Sumber Daya Perdesaan dan Kearifan Lokal Berkelanjutan X"*

6-7 Oktober 2020

Purwokerto

ISBN 978-602-1643-65-5

"Bidang 7: Ilmu-ilmu Murni (Matematika, Fisika, Kimia, dan Biologi)"**ANALISIS SENYAWA TRIADIMEFON DALAM SAMPEL AIR SUNGAI
SECARA *ULTRA HIGH PERFORMANCE LIQUID CHROMATOGRAPHY*
(UHPLC)**

Dadan Hermawan*, Cacu, Ikfran Yudha, Hartiwi Diastuti, Suwandri, dan Amin Fatoni

8

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Jenderal Soedirman

*Pusat Unggulan Ipteks (PUI) CAS-PAH UNSOED, Purwokerto

Email: dadan.hermawan@unsoed.ac.id

ABSTRAK

Triadimefon merupakan salah satu jenis fungisida yang sangat penting dan banyak digunakan oleh para petani untuk mencegah dan mengobati penyakit pada tanaman. Penggunaan fungisida triadimefon dapat menghasilkan residu yang akan bergerak menuju ke badan perairan dan menyebabkan pencemaran lingkungan. Metode analisis triadimefon dalam sampel air sungai telah dikembangkan dengan metode *ultra high performance liquid chromatography* (UHPLC) dengan komposisi fase gerak asetonitril:air (70:30 v/v), panjang gelombang 220 nm dan laju alir 1,0 mL/menit. Kurva kalibrasi dengan nilai $r^2 = 0,9995$ diperoleh pada rentang konsentrasi triadimefon 10 - 100 mg/L. Nilai perolehan kembali triadimefon dalam sampel air sungai diperoleh sebesar 80,02 %. Metode tersebut memberikan waktu analisis yang singkat dan sensitivitas tinggi.

Kata kunci: Triadimefon, *Ultra High Performance Liquid Chromatography* (UHPLC), Air sungai

ABSTRACT

Triadimefon is one of the fungicide that is very important and widely used by farmers to prevent and treat diseases in plants. The use of the triadimefon fungicide could produce residues that will move towards water bodies and cause environmental pollution. Development of triadimefon analysis on the river water sample has been studied by the ultra high performance liquid chromatography (UHPLC) method using acetonitrile:water (70:30, v/v) as mobile phase, wavelength of 220 nm and flow rate of 1.0 mL/minute. The calibration curve with $r^2 = 0.9995$ was obtained at 10 - 100 mg/L triadimefon standar. The percentage recovery of triadimefon in the river water sample is 80.02%. The proposed UHPLC method provides a short analysis time and high sensitivity.

Keywords: Triadimefon, Ultra High Performance Liquid Chromatography (UHPLC), River Water



1

Prosiding Seminar Nasional dan Call for Papers

"Pengembangan Sumber Daya Perdesaan dan Kearifan Lokal Berkelanjutan X"

6-7 Oktober 2020

Purwokerto

ISBN 978-602-1643-65-5

PENDAHULUAN

Pestisida telah banyak digunakan dalam bidang pertanian untuk mencegah dan mengendalikan hama pertanian serta perlindungan pascapanen pada komoditas hasil pertanian dan perkebunan. Pestisida merupakan suatu substansi kimia yang dapat digunakan untuk membunuh atau mengendalikan hama. Hama yang mengganggu petani sebagian besar disebabkan oleh fungi (jamur), bakteri/virus, nematoda dan tikus. Melihat peranan pestisida yang sangat besar maka perdagangan pestisida dewasa ini sangat pesat. Pada tahun 2006 tercatat sebanyak 1.557 jenis pestisida beredar di pasaran dan pada tahun 2010 meningkat hingga mencapai 2.628 jenis pestisida (Susilowati, Primaharinastiti, and Soerjono, 2010).

Beberapa jenis pestisida dapat terakumulasi pada lingkungan sehingga mengakibatkan rusaknya ekosistem hayati serta pada dosis tertentu dapat mengakibatkan efek yang fatal terhadap kesehatan manusia apabila sampai terakumulasi ke dalam tubuh. Pestisida jenis organoklorin dan organofosfat merupakan salah satu jenis pestisida yang banyak ditemukan pada badan perairan (Prihatiningtyas and Primaharinastiti 2014). Berdasarkan sasarannya, pestisida dikelompokkan menjadi beberapa jenis yaitu insektisida, akarisisida, moluskisida, nematodisida, bakterisida, herbisida, algisida, avisisida dan fungisida (Sudarmo 1991). Fungisida merupakan bahan kimia yang digunakan untuk membunuh atau menghentikan perkembangan dari jamur. Fungisida biasanya disemprotkan ke tanaman buah atau sayuran untuk membasmi jamur pengganggu. Penggunaan fungisida tersebut akan meninggalkan residu yang bergerak menuju ke badan perairan dan terakumulasi di perairan sehingga menimbulkan rusaknya ekosistem hayati berupa pencemaran lingkungan.

Pengawasan terhadap residu fungisida di badan perairan merupakan hal yang sangat penting. Melihat kenyataan di atas maka kebutuhan terhadap tersedianya metode analisis terhadap residu fungisida merupakan hal yang sangat mendesak. Pada kenyataannya, tidaklah mudah melakukan analisis residu fungisida di badan perairan karena jumlah yang terkandung pada badan perairan sangat kecil/renik serta adanya matriks yang bervariasi dan kompleks. Sehingga diperlukan metode analisis yang bersifat sensitif, selektif, efisien dan memiliki ketelitian yang tinggi. Senyawa aktif dalam fungisida yang sering sering mencemari ekosistem perairan diantaranya adalah triadimefon, triadimefon, difenokonazol dan trakonazol.

Triadimefon merupakan salah satu jenis fungisida sistemik golongan triazol yang memiliki spektrum luas yang dapat digunakan untuk mengatasi jamur karat atau powdery mildew pada sereal, buah, rumput, semak dan pohon. Triadimefon memiliki nama ilmiah 1-(4-chlorophenoxy)-3,3-dimethyl-1-(1,2,4-triazol-1-yl)butan-2-one. Struktur kimia dari senyawa triadimefon dapat dilihat pada Gambar 1. Triadimefon memiliki tingkat toksisitas akut maupun kronis pada manusia misalnya adalah berupa iritasi mata, iritasi kulit, dan sensitivitas pada kulit. Triadimefon memiliki gugus klorofenoksi yang dapat menyebabkan iritasi pada saluran cerna dengan efek yang ditimbulkan berupa mual, muntah, nyeri dada, serta diare. Triadimefon juga memiliki sifat teratogenik, neurotoksik, dan karsinogenik (Susilowati et al. 2010). Triadimefon memiliki batas maksimum residual yang terakumulasi ke dalam tubuh manusia adalah sebesar 1 mg/kg. Selain itu di lingkungan triadimefon ini mengganggu keseimbangan ekosistem karena merusak keanekaragaman hayati yang ada di perairan. Hal tersebut menjadi dasar perlunya analisis residu triadimefon di perairan selain karena efek toksisitasnya (Devi Ratnasari, dan Riesta Primaharinastiti, 2017).

Analisis triadimefon telah banyak dilakukan diantaranya dengan menggunakan instrumen gas



1

Prosiding Seminar Nasional dan Call for Papers

"Pengembangan Sumber Daya Perdesaan dan Kearifan Lokal Berkelanjutan X"

6-7 Oktober 2020

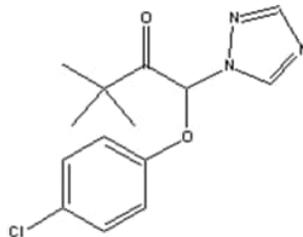
Purwokerto

ISBN 978-602-1643-65-5

kromatografi (Song et al. 2019), *capillary electrophoresis* (Lee and Li 2000), kromatografi permeasi gel (Wu et al. 2011), kromatografi fluida superkritikal (Mai et al. 2019) serta *High Performance Liquid Chromatography* (HPLC) (Irina Timofeeva, Andrey Shishov, Daria Kanashina, dan Daria Dzema 2017) dan *Ultra High Performace Liquid Chromatoraphy* (UHPLC) (Carneiro et al. 2013) dengan detektor spektroskopi massa. Pada penelitian sebelumnya sampel yang digunakan berasal dari buah mentimun, kubis, pisang dan wortel. Pengembangan metode ini dilakukan dengan sampel Air Sungai Kalipelus yang mengandung banyak matriks untuk mengidentifikasi adanya senyawa triadimefon.

Salah satu metode yang memiliki akurasi tinggi serta dapat digunakan dalam menganalisis triadimefon adalah *Ultra High Performace Liquid Chromatography* (UHPLC). UHPLC memiliki tingkat selektivitas yang tinggi, sensitivitas sampai tingkat bpj (bagian per juta) serta gangguan yang sedikit mungkin dari zat-zat pengganggu. Selain itu, kelebihan dari metode UHPLC adalah analisisnya sangat cepat, tingkat akurasinya sangat tinggi, volume sampel yang dibutuhkan sangat sedikit, kolom pemisahan dapat digunakan berkali-kali, dan memiliki kepekaan yang sangat tinggi (De Lux 2004). Pada penelitian ini akan dilakukan analisis senyawa triadimefon yang terdapat dalam sampel Air Sungai Kalipelus dengan metode UHPLC.

Tujuan dari penelitian ini adalah menganalisis residu fungisida jenis triadimefon dalam sampel Air Sungai Kalipelus dengan menggunakan UHPLC. Metode analisis yang dikembangkan dapat digunakan untuk keperluan analisis secara rutin dari fungisida triadimefon di lingkungan. Metode tersebut diharapkan mampu digunakan untuk *memonitoring* adanya fungisida di lingkungan. Sehingga keberadaan fungisida ini dapat terkontrol dan mengurangi dampak pencemaran di lingkungan.



Gambar 1. Struktur kimia dari triadimefon

12

METODE PENELITIAN

Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilaksanakan di Laboratorium Terpadu Universitas Jenderal Soedirman pada bulan September 2020.

Pembuatan Larutan Standar Triadimefon

Larutan induk 1000 ppm dibuat dengan cara menimbang sebanyak 10 mg serbuk triadimefon kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL. Lalu dilarutkan dengan metanol hingga tanda batas. Larutan standar triadimefon 10, 25, 50, dan 100 ppm dibuat dari larutan stok 1000 ppm dengan mengambil 0,1; 0,25; 0,5; 1,0 mL kemudian diencerkan menggunakan metanol dalam labu ukur 10 mL hingga tanda batas.



1

Prosiding Seminar Nasional dan Call for Papers

"Pengembangan Sumber Daya Perdesaan dan Kearifan Lokal Berkelanjutan X"

6-7 Oktober 2020

Purwokerto

ISBN 978-602-1643-65-5

Pembuatan Kurva Kalibrasi Standar Triadimefon

3

Uji ini dilakukan dengan cara membuat kurva kalibrasi dari larutan standar triadimefon dengan konsentrasi 10; 25; 50; dan 100 ppm yang dianalisis menggunakan metode UHPLC pada kondisi yang optimum. Kondisi optimum yang digunakan yaitu laju alir 1,0 mL/menit, komposisi fase gerak asetonitril : aquabides 70 : 30 (v/v), panjang gelombang 220 nm dan volume injeksi 10 μ L. Masing-masing konsentrasi diinjeksikan dengan cara tiga kali pengulangan kemudian dicari nilai rata-rata dari setiap konsentrasi. Hasil yang diperoleh kemudian dimasukkan ke dalam *microsoft excel* lalu dicari nilai regresi. Setelah itu akan didapatkan nilai berupa persamaan $y = bx + a$. Nilai koefisien korelasi (r) dapat dihitung dari persamaan $y = bx + a$. Syarat linearitas harus memiliki nilai $r \sim 1$. Perhitungan secara matematik dapat dinyatakan sebagai berikut :

$$Y = bx + a$$

Keterangan :

- y = variabel yang terukur oleh instrumen KCKT
- a = *intercept*
- b = *slope* / kemiringan
- x = konsentrasi

Analisis Sampel Air Sungai dengan UHPLC

Larutan sampel air sungai yang sudah dipreparasi kemudian di *spike* dengan standar triadimefon 100 ppm. Sebanyak 1 mL sampel air sungai dimasukkan ke dalam vial kemudian di tambahkan 1 mL standar triadimefon 100 ppm. Sehingga didapatkan larutan sampel air sungai yang mengandung standar triadimefon 50 ppm. Kemudian larutan di analisis dengan UHPLC pada kondisi yang optimum.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Optimasi Ultra High Performance Liquid Chromatography (UHPLC)

Optimasi dalam sistem UHPLC bertujuan untuk mendapatkan kondisi yang optimum guna menghasilkan pemisahan yang baik pada suatu kondisi tertentu. Optimasi UHPLC dapat dilakukan dengan menggunakan hasil optimasi senyawa triadimenol yaitu optimasi laju alir 1 mL/menit, komposisi fase gerak asetonitril : aquabides 70 : 30 (v/v) dan panjang gelombang 220 nm. Pada optimasi ini menggunakan metode *reversed phase* atau fase terbalik yaitu fase gerak berupa aquabides dan acetonitril yang bersifat polar serta fase diam berupa kolom C₁₈ Perkin Elmer C₁₈ 5 μ m 150 x 4,6 mm yang bersifat non polar (D Hermawan et al, 2020).

Linearitas

Linearitas dilakukan untuk mengetahui kemampuan dari suatu metode dalam memberikan respon terhadap berbagai macam konsentrasi analit pada suatu kurva kalibrasi guna menghasilkan kurva yang lurus. Hubungan linear antara konsentrasi larutan standar triadimefon dengan luas area dapat diketahui dengan cara pembuatan kurva kalibrasi. Kurva kalibrasi merupakan kurva yang menunjukkan hubungan yang linear antara respon instrumen dengan konsentrasi analit dalam bentuk larutan baku standar. Uji ini dilakukan dengan cara membuat kurva kalibrasi standar triadimefon dengan konsentrasi masing-masing 10; 25; 50; dan 100 ppm. Larutan standar triadimefon tersebut dianalisis dengan menggunakan UHPLC pada kondisi yang optimum. Kemudian masing-masing konsentrasi diinjeksikan dengan cara tiga kali pengulangan.

Hasil yang didapatkan berupa puncak kromatogram dari standar triadimefon dengan berbagai



1

Prosiding Seminar Nasional dan Call for Papers

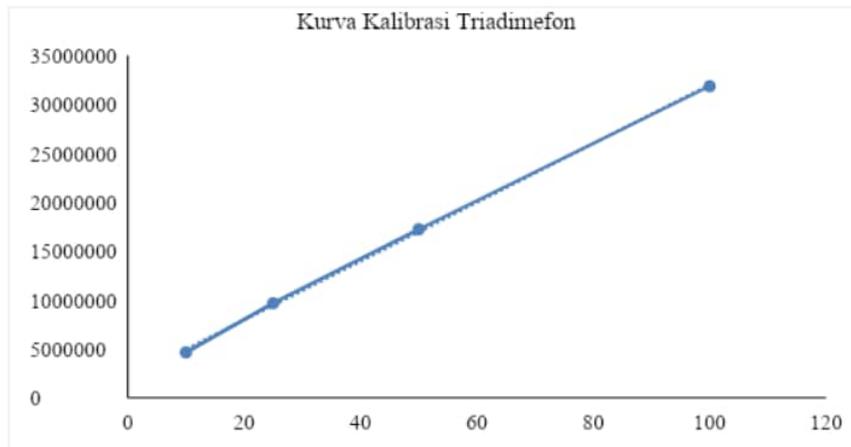
"Pengembangan Sumber Daya Perdesaan dan Kearifan Lokal Berkelanjutan X"

6-7 Oktober 2020

Purwokerto

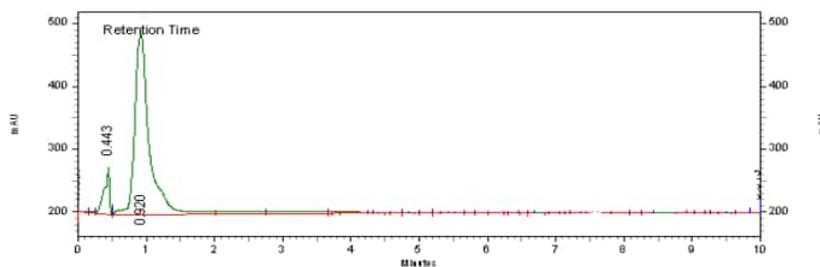
ISBN 978-602-1643-65-5

konsentrasi. Kemudian setelah itu dapat dilihat nilai luas area dan tinggi puncak dari masing-masing kromatogram. Luas area yang didapatkan dari masing-masing konsentrasi kemudian dicari nilai rata-ratanya dan dibuat kurva kalibrasi standar triadimefon pada *microsoft excel*. Grafik hubungan konsentrasi standar triadimefon dengan luas area dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Grafik hubungan antara konsentrasi standar triadimefon dengan luas area

Berdasarkan Gambar 2 diperoleh persamaan garis $y = 300458x + 2E + 06$ dengan nilai koefisien determinasi (r^2) sebesar 0,9995 dan nilai koefisien korelasi (r) sebesar 0,9997. Koefisien korelasi digunakan untuk menunjukkan hubungan yang linear antara luas area dengan konsentrasi standar triadimefon yang dapat dihitung dengan persamaan $y = bx + a$. Koefisien determinasi digunakan untuk memprediksi dan melihat seberapa besar pengaruh yang diakibatkan oleh variabel x . Metode analisis dapat dikatakan baik apabila menghasilkan koefisien korelasi $> 0,999$ dan koefisien determinasi $> 0,997$ (Riyanto 2014). Selain itu syarat dari linearitas adalah memiliki nilai r mendekati 1. Berdasarkan data koefisien korelasi dan koefisien determinasi di atas maka dapat disimpulkan bahwa metode analisis senyawa triadimefon dapat dikatakan baik karena telah memenuhi batas korelasi dan batas determinasi sehingga metode tersebut dapat digunakan untuk keperluan analisis secara rutin. Kromatogram dari standar triadimefon 50 ppm dapat dilihat pada gambar 3.



Gambar 3. Kromatogram dari standar triadimefon 50 ppm



1

Prosiding Seminar Nasional dan Call for Papers

"Pengembangan Sumber Daya Perdesaan dan Kearifan Lokal Berkelanjutan X"

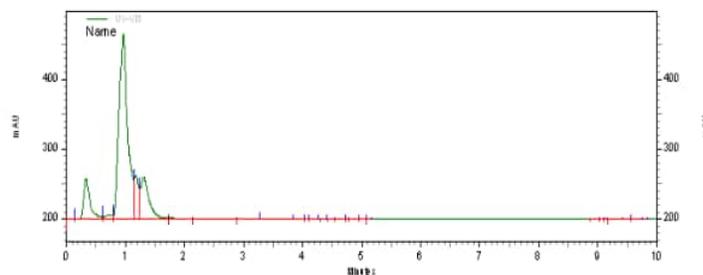
6-7 Oktober 2020

Purwokerto

ISBN 978-602-1643-65-5

Analisis Sampel Air Sungai dengan UHPLC

Analisis kadar triadimefon dapat dilakukan pada sampel air sungai karena mengandung banyak matriks. Tahap awal yang dilakukan adalah air sungai dipreparasi sebelum dilakukan proses *spike*. Preparasi dilakukan dengan cara menghilangkan zat-zat yang mungkin mengapung di permukaan air. Langkah berikutnya eluat yang diperoleh dari proses *spike* dianalisis dengan menggunakan UHPLC pada kondisi yang optimum. Hasilnya adalah puncak triadimefon muncul pada waktu 1 menit. Berdasarkan perhitungan, didapatkan kadar triadimefon dalam sampel air sungai yang mengandung standar triadimefon 50 ppm adalah sebanyak 40,01 ppm dengan nilai perolehan kembali atau % *recovery* sebesar 80,02 %. Bentuk kromatogram uji sampel air sungai dapat dilihat pada Gambar 4.



Gambar 4. Kromatogram dari senyawa triadimefon dalam sampel air sungai

KESIMPULAN

Dari hasil penelitian diatas maka dapat diambil kesimpulan bahwa analisis senyawa triadimefon telah berhasil dilakukan dengan menggunakan metode *ultra high performance liquid chromatography* (UHPLC) dalam sampel air sungai dengan persen perolehan kembali (% *recovery*) sebesar 80,02 %. Metode tersebut sangat efisien karena membutuhkan waktu analisis yang cepat yaitu 1 menit.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Laboratorium Riset UNSOED atas izin penggunaan alat UHPLC.

DAFTAR PUSTAKA

- Carneiro, Raphaella P., Fabiano A. S. Oliveira, Fernando D. Madureira, Gilsara S, Wesley R. De Souza, and Renata P. 2013. Development and method validation for determination of 128 pesticides in bananas by modified QuEChERS and UHPLC e MS / MS Analysis. *Food Control* 33(2):413–23.
- D Hermawan, Cacu, Suwandri, A Fatoni, Mudasir, H. Y. Aboul-Enein. 2020. Application of high performance liquid chromatography method for triadimenol analysis in water sample application of high performance liquid chromatography method for triadimenol analysis in water sample. *Journal of Physics: Conference Series* 1494(012032):1–5.
- Devi R, Riesta P, dan Noor Erma N. S. 2017. Validasi metode kromatografi gas-spektrometri massa



Prosiding Seminar Nasional dan Call for Papers

"Pengembangan Sumber Daya Perdesaan dan Kearifan Lokal Berkelanjutan X"

6-7 Oktober 2020

Purwokerto

ISBN 978-602-1643-65-5

- untuk analisis residu pestisida triadimefon dalam kubis. *Departemen Kimia Farmasi, Fakultas Farmasi, Universitas Airlangga*. 1–6.
- Irina T, Andrey S, Daria K, Daria D, and Andrey B. 2017. On-Line in-Syringe sugaring-out liquid-liquid extraction coupled with HPLC-MS/MS for the determination of pesticides in fruit and berry juices. *Talanta* 1–20.
- Lee, Hian K. and Sam F. Y. Li. 2000. "Simultaneous chiral separation of triadimefon and triadimenol by sulfated β -cyclodextrin-mediated capillary electrophoresis CE and CEC. *Electrophoresis* 21:1611–19.
- De Lux, P. E. 2004. Kromatografi cair kinerja tinggi dalam bidang farmasi. *Medan: USU Digital Library* 4:122–34.
- Mai, Binliang, Jun F, Ying J, Rujian H, Yecai L, and Weiguang Z. 2019. Fast enantioselective determination of triadimefon in different matrices by supercritical fluid chromatography. *Journal of Chromatography B* 1126–1127(June):121740.
- Prihatiningtyas, Setyo dan Riesta P. 2014. Validasi metode headspace-gas chromatography-mass spectrometry untuk analisis multiresidu pestisida organofosfat pada sayuran. *Berkala Ilmiah Kimia Farmasi* 3(1):6–14.
- Riyanto. 2014. *Validasi Dan Verifikasi Metode Uji Sesuai Dengan ISO/IEC 17025 Laboratorium Penguji Dan Kalibrasi Edisi Pertama*. Graha Ilmu. Yogyakarta.
- Song, Nho-eul, Jun Young L, Ahmad Rois M, Hae Won J, Min-cheol L, and Yunyeol L. 2019. Determination of 60 pesticides in hen eggs using the QuEChERS procedure followed by LC-MS / MS and GC-MS / MS. *Food Chemistry* 298(June):125050.
- Sudarmo, dan Subiyakto. 1991. *Pestisida*. Kanisius. Yogyakarta.
- Susilowati, Adistia L, Riesta P, dan Juniar S. 2010. Optimasi metode ekstraksi untuk analisis triadimefon pada kubis secara kromatografi gas-spektroskopi massa. 1–14.
- Wu, Gang, Xiaoxia B, Shanhong Z, Jianjian W, Ailiang H, and Qingfu Y. 2011. Analysis of multi-pesticide residues in the foods of animal origin by GC–MS coupled with accelerated solvent extraction and gel permeation chromatography cleanup. *Food Chemistry* 126(2):646–54.

Jurnal 4

ORIGINALITY REPORT

16%

SIMILARITY INDEX

13%

INTERNET SOURCES

7%

PUBLICATIONS

3%

STUDENT PAPERS

PRIMARY SOURCES

- | | | |
|---|--|----|
| 1 | Dewi Kristiya Nugra Heny, Kurnia Ritma Dhanti, Dita Pratiwi Kusuma Wardani. "Analisi Kandungan Timbal (Pb) Pada Air Sumur Di Sekitar Tempat Pembuangan Akhir Kalipancur Kabupaten Purbalingga", Jurnal Analisis Medika Biosains (JAMBS), 2022
Publication | 2% |
| 2 | vdocument.in
Internet Source | 2% |
| 3 | dspace.uii.ac.id
Internet Source | 2% |
| 4 | Harmita Harmita, Umar Mansur, Firnando Firnando. "METODE PENETAPAN KADAR MELOXICAM DALAM DARAH MANUSIA IN VITRO SECARA KROMATOGRafi CAIR KINERJA TINGGI", Majalah Ilmu Kefarmasian, 2004
Publication | 1% |
| 5 | pt.scribd.com
Internet Source | 1% |
| 6 | text-id.123dok.com
Internet Source | 1% |

7	repository.poltekkes-denpasar.ac.id Internet Source	1 %
8	idoc.pub Internet Source	1 %
9	www.freepatentsonline.com Internet Source	1 %
10	Kartika Mutiara Ningtyas. Jurnal Riset Kesehatan Poltekkes Depkes Bandung, 2018 Publication	1 %
11	Submitted to Universitas Islam Indonesia Student Paper	1 %
12	core.ac.uk Internet Source	1 %
13	e-repository.perpus.iainsalatiga.ac.id Internet Source	1 %
14	Submitted to Universitas Muhammadiyah Surakarta Student Paper	1 %
15	ejournal.unp.ac.id Internet Source	1 %
16	123dok.com Internet Source	1 %
17	www.druglib.com Internet Source	1 %

Exclude quotes On

Exclude matches < 1%

Exclude bibliography On