

PENELITIAN RESIDU PESTISIDA DALAM SUSU SAPI PERAH DENGAN CARA KROMATOGRAFI GAS

Jasmains Iljas,¹ Koesmijati Widodo², Itawati Pranaya², Kiswarini Suparmo².

ABSTRACT.

Pesticides are used nowadays for the control of insects and vector diseases. Chlorinated pesticides are chemically stable and not easily decomposed in nature. They are lipophylic, so if they enter the ecosystem through the food chain, they will accumulate in fat tissues and liver. Chronic poisoning of the chlorinated pesticides could lead to diminished liver function, necrosis of liver and adrenals or could even be teratogenic or carcinogenic.

The object of this study is to compare the concentration of pesticide residues found in cow's milk with the Acceptable Daily Intake established by WHO and compare the Maximum Residues Level established by WHO, USA and West Germany.

Sample were taken from farms selected at random from Malang area in East Java.

Identification and quantitation were carried out by Gas Chromatography with an Electron Capture Detector, SE 30 — OV 210 coulumn and Nitrogen carrier gas.

In this study it was apparent that the pesticide residues found in the cow's milk samples were Dieldrin, Lindane and DDT. The concentration of pesticide residues were higher than the Acceptable Daily Intake established by WHO. However, the milk samples were still safe for consumption because the calculated Maximum Residue Level for the general population is higher than the Maximum Residue Level established by WHO, USA and West Germany.

In order to prevent long term effect of pesticide residues, control on the use of pesticides should be intensified, especially on DDT, so pesticides residues in the environment and agricultural product will decrease.

PENDAHULUAN

Pestisida banyak digunakan untuk pemberantasan hama di sektor pertanian dan pemberantasan vektor penyakit di sektor kesehatan. Di satu pihak penggunaan pestisida menguntungkan, di segi lain residu pestisida dapat menimbulkan pencemaran lingkungan, kontaminasi hasil pertanian dan bila masuk ke dalam daur ekosistem akan terakumulasi pada jaringan lemak dan hati, khususnya pestisida golongan organoklorin.

Keracunan yang timbul akibat penggunaan pestisida ada dua macam, yaitu keracunan akut dan keracunan kronis. Keracunan akut disebabkan oleh pestisida golongan organofosfat dan karbamat, karena kecelakaan kerja atau karena tidak mengikuti *Good Agricultural Practice* (GAP) (4). Keracunan kronis disebabkan oleh pestisida golongan organoklorin. Hal ini disebabkan akibat pemakaian pestisida dalam jangka waktu lama yang menimbulkan pencemaran

¹ Pusat Penelitian dan Pengembangan Farmasi

² Badan Penelitian dan Pengembangan Kesehatan

pada lingkungan atau meninggalkan residu pada hasil pertanian yang akhirnya sampai pada manusia. Keracunan kronis oleh pestisida organoklorin dapat menimbulkan gangguan pada fungsi hati, nekrosis pada hati dan adrenal, serta menimbulkan efek karsinogenik atau teratogenik (9,5).

Mengingat bahwa sifat kimiawi dari pestisida golongan organoklorin adalah stabil dan lipofilik (larut dalam lemak), maka residu pestisida akan terakumulasi di alam maupun dalam tubuh yang tersimpan dalam jaringan lemak dan hati, kemudian akan keluar melalui air susu terbuang oleh lemak.

Menurut *The Joint Meeting of WHO/FAO*, susu adalah salah satu hasil pertanian yang dikonsumsi paling sedikit, tetapi menimbulkan bahaya cukup besar dan ditetapkan bahwa sebaiknya susu bebas dari residu pestisida, terutama susu untuk bayi, anak balita dan orang sakit atau cacat (7, 8, 9).

Mengingat pentingnya permasalahan tersebut di atas, maka perlu dilakukan penelitian residu pestisida dalam susu sapi perah. Penelitian ini bertujuan untuk melihat ada tidaknya residu pestisida dalam susu sapi perah dan membandingkannya dengan *Acceptable Daily Intake (ADI)* yang ditetapkan oleh WHO, kemudian menghitung *Maximum Residue Level (MRL)* untuk bayi 3 bulan, orang dewasa dan penduduk dan membandingkannya dengan MRL yang ditetapkan WHO, USA dan Jerman Barat, untuk mengetahui apakah susu aman untuk dikonsumsi.

BAHAN dan CARA

Penelitian dilakukan di Pusat Penelitian dan Pengembangan Farmasi di Jakarta.

Sampling dilakukan di Kabupaten Malang, Propinsi Jawa Timur. Sampel

diambil dari 3 perusahaan susu sapi perah yang dipilih secara acak berdasarkan jumlah sapi yang dimiliki oleh perusahaan tersebut. Pengambilan sampel dilakukan sebulan sekali selama sepuluh bulan, sehingga keseluruhan sampel berjumlah 30, dan tiap sampel diambil satu liter.

Pengujian di laboratorium dilakukan menurut Noren Koidu dan Gunnel Westoo (3, 6) dengan modifikasi sebagai berikut :

- Pemurnian menggunakan kolom kromatografi dengan adsorben Aluminium Oksida (Al_2O_3) netral yang dideaktivasi 4% dengan air.
- Identifikasi dan kuantitasi dilakukan dengan gas kromatografi, yang menggunakan kolom, campuran SE 30 — OV 210 dan gas pembawa Nitrogen (N_2).

Pengujian dilakukan 2 tahap yaitu pengujian *Recovery* yang menggunakan bahan pembanding Lindane, Dieldrin, Endrin, Aldrin, DDE dan DDT yang sudah diketahui konsentrasinya, yang dimasukkan ke dalam sampel dengan ulangan 5 kali. Tahap berikutnya adalah penetapan kadar residu pestisida dalam susu sapi perah.

Untuk DDT dan metabolitnya DDE, bila ditemukan dalam sampel dihitung sebagai total DDT, karena mempunyai pengaruh toksisitas setara dengan DDT (1).

Maximum Residue Level (MRL) dihitung berdasarkan WHO (9,2) dengan asumsi sebagai berikut :

- a. Bayi 3 bulan dengan berat badan rata-rata 3 kg dan jumlah susu yang dikonsumsi 1000 ml per orang per hari.
- b. Orang dewasa dengan berat badan rata-rata 50 kg dengan jumlah susu yang dikonsumsi 250 ml per orang per hari.
- c. Penduduk dengan berat badan rata-rata 30 kg dan jumlah susu yang dikonsumsi 2 ml per orang per hari (menurut Biro Pusat Statistik).

$$\text{MRL} = \frac{\text{ADI} \times \text{B}}{\text{M}} \times 1000 \text{ mg/kg}$$

ADI = Acceptable Daily Intake

B = Berat badan rata-rata

M = Jumlah makanan (gram) yang dikonsumsi (food intake)

Alat-Alat.

Erlenmeyer 250-ml bertutup asah,
Erlenmeyer 150-ml

Corong pemisah 1000-ml, 500-ml dan
250-ml

Kolom kromatografi diameter dalam
1 cm, panjang 30 cm

Gas kromatografi Varian Aerograph
Model 1400 dengan Electron Capture
Detector (ECD) dengan kolom logam
1/8 inchi x 5 feet dengan isi campuran
4% SE 30 dan 6% OV 210 dalam
Chromosorb P.

Kondisi gas kromatografi adalah se-
bagai berikut :

Suhu injektor 220°C

Suhu detektor 240°C

Suhu kolom 200°C

Flow rate gas pembawa 30 ml/menit.

Reagensia.

Semua reagensia yang digunakan ada-
lah pro analisa, khusus untuk analisa
residu (produk E. Merck).

Heksana, Etanol, Eter, Eter minyak
tanah, Kalium oksalat,

N,N, Dimetil Formamid;
campur 92 ml N,N Dimetil Formamid
dengan 8 ml akuades.

Natrium sulfat 2% (b/v);
timbang 20 g Natrium sulfat dalam
1000 ml akuades.

Natrium Sulfat anhidrous;
panaskan semalam dalam oven pada
temperatur 200°C, kemudian dingin-
kan dalam desikator.

Aluminium Oksida (Al₂ O₃)
netral untuk kolom kromatografi;
panaskan selama 4 jam pada tempe-
ratur 800°C dalam Muffle Furnace,

dinginkan dalam desikator, kemudian
timbang dan tambahkan 4% akuades
(b/v), kocok dengan homogenizer se-
lama 1 jam, simpan dalam desikator,
dapat digunakan selama 7 hari.

Bahan baku pembanding (Reference
Standard) lindann, Aldrin, Dieldrin,
Endrin, DDE dan DDT dari Environ-
mental Protection Agency (EPA)
dari Amerika Serikat.

Cara Kerja

Timbang 50 g sampel susu sapi perah
dalam Erlenmeyer 500-ml bertutup asah,
tambahkan 0,5 g Kalium oksalat, tambah-
kan 50 ml etanol kocok 10 menit dengan
shaker. Kemudian tambahkan 25 ml
eter kocok 2 menit, tambahkan 25 ml eter
minyak tanah kocok 5 menit. Biarkan
sampai terjadi pemisahan. Pindahkan la-
pisan eter - eter minyak tanah ke dalam

corong pemisah 1000-ml yang sudah diisi
dengan 400 ml larutan Natrium sulfat
2%, Ulangi ekstraksi dengan 25 ml cam-
puran eter-eter minyak tanah (1:1), kocok
5 menit, biarkan sampai terjadi pemisah-
an. Gabungkan lapisan eter-eter minyak
tanah ke dalam corong pemisah (A).
Ulangi ekstraksi 1 kali lagi dengan 25 ml
eter-eter minyak tanah (1:1), kocok 5
menit dan biarkan sampai terjadi pemi-
sahan, kemudian gabungkan lapisan eter-
eter minyak tanah ke dalam corong pe-
misah (A). Kocok gabungan ekstrak da-
lam corong pemisah 2 menit, kemudian
biarkan terjadi pemisahan. Buang lapisan
air dan pindahkan lapisan eter-eter mi-
nyak tanah ke dalam Erlenmeyer 250-ml
yang sudah ditimbang terlebih dahulu.
Bilas corong pemisah dengan 10 ml cam-
puran eter-eter minyak tanah (1:1) dan
gabungkan ke dalam Erlenmeyer 250-ml.
Uapkan sampai semua pelarut menguap
pada temperatur 35°C dengan evapora-
tor. Timbang lemak yang didapat.

Tambahkan 25 ml heksana Erlenme-
yer 250-ml untuk melarutkan lemak dan

pindahkan ke dalam corong pemisah 250-ml yang sudah diisi dengan 25 ml campuran N,N, Dimetil formamid-akuades (92:8), kocok kuat-kuat selama 5 menit, biarkan sampai terjadi pemisahan. Pindahkan lapisan N,N, dimetil formamid (B) ke dalam corong pemisah (C) yang sudah diisi dengan larutan 2% b/v Natrium sulfat 200 ml. Lapisan heksana diekstrak 2 kali lagi dengan 25 ml campuran N,N, dimetil formamid - akuades (92:8) dan gabungkan lapisan N,N dimetil formamid ke dalam corong pemisah (C).

Ke dalam corong pemisah (C), tambahkan 25 ml heksana, kocok kuat-kuat selama 2 menit, biarkan terjadi pemisahan. Buang lapisan air. Ulangi pencucian dengan larutan 2% b/v Natrium sulfat 100 ml, 2 kali lagi, buang lapisan air tiap kali pencucian. Pindahkan lapisan heksan secara kuantitatif ke dalam Erlenmeyer 250 ml. Bilas 3 kali corong pemisah dengan 10 ml heksana dan gabungkan heksana pembilas ke dalam Erlenmeyer. Uapkan sampai volume 1 ml pada temperatur 35°C dan sampel siap untuk dimurnikan dengan kolom kromatografi.

Pemurnian

Timbang 12 gram Aluminium Oksida (Al₂O₃) yang sudah dideaktifasi 4% dengan akuades, masukkan ke dalam kolom kromatografi yang sudah diisi dengan 25 ml heksana (pengisian basah). Di atas lapisan Aluminium Oksida tambahkan setebal 1 cm Natrium sulfat anhidrous yang sudah diaktifkan. Turunkan eluen heksan setinggi 1 cm di atas permukaan Natrium sulfat. Masukkan sampel yang akan dimurnikan (secara kuantitatif) ke dalam kolom, kemudian dielus dengan 50 ml heksan (fraksi I).

Setelah eluen fraksi I mencapai 1 cm di atas permukaan Natrium sulfat, tambahkan 50 ml heksana (fraksi II). Kemudian fraksi I dan II diuapkan pada temperatur 35°C sampai volume 1 cm, sampel siap diidentifikasi dan kuantitasi dengan Gas kromatografi.

HASIL PENELITIAN.

Hasil pengujian Rekaveri terhadap beberapa jenis pestisida yang ditambahkan ke dalam sampel dapat dilihat pada tabel 1 berikut :

Tabel 1
Rekaveri pestisida yang ditambahkan dalam sampel

No.	Jenis Pestisida	Pestisida yang ditambahkan (ppm)	Rekaveri (%)	Rata-rata Rekaveri (%)
1.	Lindane	0,16	79 - 102	94
2.	Aldrin	0,16	83 - 103	91
3.	Dieldrin	0,04	73 - 103	93
4.	Endrin	0,20	84 - 103	92
5.	DDE	0,04	85 - 105	93
6.	DDT	0,10	70 - 102	94

Pada tabel 1 di atas dapat dilihat bahwa rata-rata rekaveri untuk Lindane, Al-

drin, Dieldrin, Endrin, DDE dan DDT berkisar antara 91%—94%.

Tabel 2
Kadar residu pestisida yang ditemukan menurut besar perusahaan dibandingkan dengan ADI yang ditetapkan WHO

	Lindane (ppm)			Dieldrin (ppm)			DDT (ppm)		
	Perusahaan			Perusahaan			Perusahaan		
	Kecil	Sedang	Besar	Kecil	Sedang	Besar	Kecil	Sedang	Besar
1.	—	0,002	—	—	—	—	—	0,049	0,039
2.	—	—	—	0,001	—	0,004	0,0045	0,045	0,039
3.	—	0,030	—	—	0,003	—	—	0,040	0,087
4.	—	—	—	—	—	—	0,043	—	0,041
5.	—	—	—	—	—	0,001	—	—	0,020
6.	—	—	—	—	0,002	—	0,045	0,012	0,098
7.	—	—	—	—	—	—	0,020	0,051	0,034
8.	—	—	—	—	—	—	—	0,033	0,029
9.	—	—	—	—	—	—	—	0,059	0,075
10.	—	—	—	—	—	—	—	0,034	0,027

ppm = bagian per sejuta
 ADI = Acceptable Daily Intake — Lindane — 0,01000 ppm
 — Dieldrin — 0,00050 ppm
 — DDT — 0,00500 ppm

Penetapan kadar residu pestisida dalam susu sapi perah.

Hasil penetapan kadar residu pestisida yang ditemukan dalam susu sapi perah pada perusahaan kecil, sedang dan besar dapat dilihat pada tabel 2.

Pada tabel 2 dapat dilihat kadar residu pestisida yang ditemukan dalam semua sampel yang positif lebih tinggi dari *Acceptable Daily Intake* yang ditetapkan oleh WHO. Pada perusahaan kecil, Lindane, ditemukan dalam 2 sampel, Dieldrin ditemukan dalam 1 sampel dan DDT ditemukan dalam 4 sampel.

Pada perusahaan sedang Dieldrin ditemukan dalam 2 sampel dan DDT dalam 8 sampel. Pada perusahaan besar Dieldrin ditemukan dalam 2 sampel dan DDT dalam 10 sampel.

Penilaian susu ditinjau dari segi keamanan berdasarkan Maximum Residue Level (MRL).

Hasil perbandingan kadar residu rata-rata, *Maximum Residue Level* untuk Bayi 3 bulan, Orang dewasa dan Penduduk dibandingkan dengan *Maximum Residue Level* yang ditetapkan oleh WHO, USA dan Jerman Barat dapat dilihat pada tabel 3;

untuk bayi 3 bulan. Tetapi Kadar residu rata-rata Lindane, Dieldrin dan DDT lebih rendah dari *Maximum Residue Level* untuk orang dewasa dan penduduk. *Maximum Residue Level* bayi 3 bulan lebih rendah dari *Maximum Residue Level* yang ditetapkan WHO, USA dan Jerman Barat, untuk Lindane, Dieldrin dan DDT. *Maximum Residue level* orang dewasa untuk Dieldrin lebih rendah dari *Maximum Residue Level* yang ditetapkan WHO, USA dan Jerman Barat, *Maximum Residue Level* penduduk lebih tinggi dari *Maximum Residue Level* yang ditetapkan WHO, USA dan Jerman Barat.

DISKUSI.

Rekaveri rata-rata untuk Lindane, Dieldrin, Endrin, DDE dan DDT berkisar antara 91% — 94% (lihat tabel 1). Hal ini berarti bahwa prosedur yang digunakan cukup reproduibel dan mempunyai ketelitian cukup baik untuk analisa residu.

Mengingat penggunaan pestisida di masa lampau yaitu untuk pemberantasan hama di sektor pertanian, selain pemberantasan vektor penyakit di sektor

Tabel 3
Kadar residu rata-rata, MPL bayi 3 bulan, Orang dewasa dan Penduduk dibandingkan dengan MPL yang ditetapkan WHO, USA dan Jerman Barat

No.	Jenis Pestisida	Kadar residu Rata-rata	MRL (ppm)					
			Bayi 3 bln	Orang dewasa	Penduduk	WHO	USA	Jerman Barat
1.	Lindane	0,0016	0,0500	1,0000	150,0000	0,1000	0,3000	0,2000
2.	Dieldrin	0,0032	0,0005	0,0200	1,5000	0,15000	0,3000	0,1000
3.	DDT	0,0316	0,0250	1,0000	75,0000	1,2500	1,5000	1,0000

Pada tabel 3 dapat dilihat bahwa kadar residu rata-rata Dieldrin dan DDT lebih tinggi dari *Maximum Residue Level*

kehatan, maka diperkirakan bahwa residu pestisida masih terdapat di alam yang bila masuk ke dalam daur ekosistem

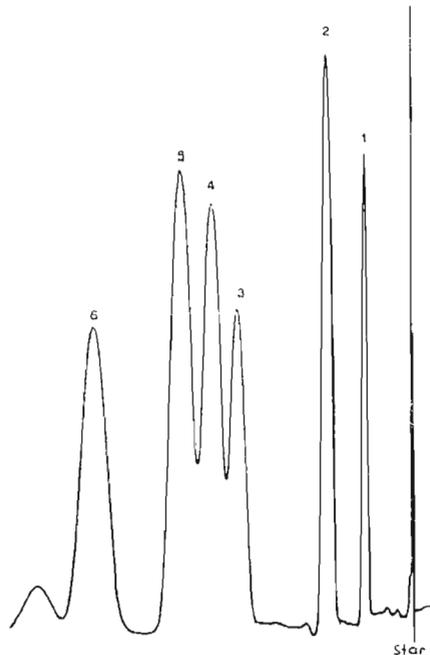
akan terakumulasi pada jaringan lemak dan hati, kemudian keluar melalui air susu terbawa oleh lemak.

Pada penelitian ini ternyata ditemukan residu pestisida dalam susu sapi perah dari daerah Kabupaten Malang, Propinsi Jawa Timur, yaitu Lindane, Dieldrin dan DDT. Kadar residu pestisida yang ditemukan dalam semua sampel yang positif di tiap perusahaan lebih tinggi dari *Acceptable Daily Intake* yang ditetapkan WHO. (lihat tabel 2).

Maximum Residue Level untuk bayi 3 bulan untuk Lidane, Dieldrin dan DDT lebih rendah dari *Maximum Residue Level* yang ditetapkan oleh WHO, USA dan Jerman Barat (lihat tabel 3). Hal ini berarti bahwa bila susu dikonsumsi dalam jumlah relatif banyak dapat menimbulkan resiko lebih besar. Karena bayi-bayi di Indonesia pada umumnya minum air susu ibu (ASI), maka bahaya yang ditimbulkan akibat residu pestisida dapat dihindarkan.

Maximum Residue Level untuk orang dewasa ternyata ada yang lebih rendah dari *Maximum Residue Level* yang ditetapkan WHO, USA dan Jerman Barat. Hal ini disebabkan karena di alam Aldrin berubah menjadi Dieldrin sehingga residu Dieldrin di alam akan lebih banyak. Tetapi kadar residu rata-rata Dieldrin lebih rendah dari *Maximum Residue Level* untuk orang dewasa (lihat tabel 3). Hal ini berarti bahwa residu pestisida dalam susu sapi perah belum menimbulkan resiko.

Maximum Residue Level untuk penduduk bila dibandingkan dengan *Maximum Residue Level* yang ditetapkan WHO, USA dan Jerman Barat ternyata lebih tinggi (lihat tabel 3). Hal ini disebabkan karena konsumsi susu oleh penduduk sedikit sekali yaitu 2 ml per orang per hari (menurut Biro Pusat Statistik), sehingga kadar residu pestisida yang ditemukan dalam susu sapi perah tidak menimbulkan resiko.



Gambar Kromatogram residu pestisida organoklorin dengan Gaskromatografi
 1. Lindane, 2. Aldrin, 3. DDE, 4. Dieldrin, 5. Endrin, 6. DDT.

KESIMPULAN DAN SARAN

Pada penelitian ini ternyata ditemukan residu pestisida Lindane, Dieldrin dan DDT dalam susu sapi perah yang berasal dari Kabupaten Malang, Propinsi Jawa Timur. Pada perusahaan kecil ditemukan 10% sampel mengandung Dieldrin 0,001 ppm dan 25% sampel mengandung DDT antara 0,002 ppm — 0,030 ppm. Pada perusahaan sedang 20% sampel mengandung Dieldrin antara 0,002 ppm — 0,003 ppm dan 80% sampel mengandung DDT antara 0,012 ppm — 0,059 ppm.

Pada perusahaan besar 20% sampel mengandung Dieldrin antara 0,001 ppm — 0,004 ppm dan 100% sampel mengandung DDT antara 0,020 ppm — 0,098 ppm.

Kadar semua residu pestisida yang ditemukan dalam susu sapi perah lebih tinggi dari *Acceptable Daily Intake* yang ditetapkan WHO.

Tetapi susu tersebut pada umumnya masih aman untuk dikonsumsi karena *Maximum Residue Level* Lindane, Dieldrin dan DDT yang dihitung untuk penduduk lebih tinggi dari *Maximum Residue Level* yang ditetapkan oleh WHO, USA dan Jerman Barat.

Untuk menghindarkan bahaya jangka panjang akibat residu pestisida maka perlu ditingkatkan pengawasan penggunaan pestisida oleh masyarakat terutama penggunaan DDT, sehingga residu DDT di alam, maupun pada hasil pertanian akan berkurang.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih ditujukan kepada Dra. Sri Sugati Syamsuhidayat, Kepala Pusat Penelitian dan Pengembangan Farmasi, kepada Drh. Muljono Notorahardjo, Kepala Dinas Peternakan Daerah Tk II Kabupaten Malang, kepada Ni'mah Bawahab dan Dady Suhaedy analis pada Pusat

Penelitian dan Pengembangan Farmasi atas berhasilnya penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

1. Menzie Dalvin M, (1969) "Metabolism of Pesticides" Bureau of Sport Fisheries and Wildlife, Special Scientific Report — Wildlife no. 127, Washington.
2. Mollence H.P. (1967) "The Acceptable Daily Intake Value a base for legislative measure regarding food additives" *Residue Reviews* vol. 19 Springer - Verlag, New York : 1-10
3. Noren Koidu and Günnel Westöö, (1968), "Determination of some Chlorinated Pesticides in Vegetable oils, Margarine, Butter, Milk, Eggs Meat and Fish by Gas Chromatography" *Acta Chemica Scandinavica* 22, 2280 — 2293.
4. Report of a Joint Meeting of WHO Expert Committee on Pesticide Residues and FAO Committee on Pesticide Residues in Food 1 — 12. (1963).
5. Vettorzie G , " State of the Oncological evaluation carried out by the Joint FAO/WHO Expert Committee on Pesticide Residues I, Organohalogenated Pesticides use in Public ,Health and Agricultural", *Residue Reviews*, 45, 81-90 (1973).
6. Wells D.E. and Jonstone S.J. (1977) *Journal of Chromatography* 140, 17 — 28.
7. WHO Technical Report Series no. 417, (1969), Pesticide Residues in Food, Geneva, 23 — 29.
8. WHO Pesticide Residues Series no. 5 (1976). "Evaluation of some Pesticide Residues in Food, Geneva, 399 — 402.
9. WHO Technical Report Series, 240 (1962), Principles Governing Consumer safety in relation to Pesticide Residues, Geneva, 1 — 18.