

Validasi dan Perbandingan Metode QuEChERS EN 15662:2008 dan AOAC 2007.01 untuk Analisis Residu Pestisida pada Kentang (*Solanum tuberosum* L.) Menggunakan LC-MS/MS

Cantikha Fortuna Yesan¹, Andi Nuraliyah², Lisa Adhani^{3*}

¹Universitas Bhayangkara Jakarta Raya, Kota Bekasi, Indonesia

²Universitas Bhayangkara Jakarta Raya, Kota Bekasi, Indonesia

³Universitas Bhayangkara Jakarta Raya, Kota Bekasi, Indonesia

Email: cantikha111@gmail.com¹, andi.nuraliyah@dsn.ubharajaya.ac.id²,
lisa.adhani@dsn.ubharajaya.ac.id^{3*}

Received 15 Januari 2025/ Revised 25 Januari 2025/ Accepted 2 Februari 2025

ABSTRAK

Residu pestisida pada kentang dapat membahayakan kesehatan jika melebihi batas aman, sehingga diperlukan metode analisis yang akurat. Penelitian ini bertujuan untuk memvalidasi metode QuEChERS EN 15662:2008 dan QuEChERS AOAC 2007.01 untuk analisis residu dimethoate dan methidathion. Hasil menunjukkan metode QuEChERS EN 15662:2008 memiliki koefisien determinasi (R^2) sebesar 1 dan 0,9966, menunjukkan linearitas yang sangat baik dengan LoD dan LoQ masing-masing 0,000003 $\mu\text{g}/\text{kg}$ dan 0,000009 $\mu\text{g}/\text{kg}$ untuk dimethoate, serta 0,000003 $\mu\text{g}/\text{kg}$ dan 0,000008 $\mu\text{g}/\text{kg}$ untuk methidathion, menunjukkan sensitivitas tinggi. Metode QuEChERS AOAC 2007.01 memiliki R^2 sebesar 0,9888 dan 0,9858, menunjukkan linearitas yang sangat baik dengan LoD dan LoQ 0,0028 $\mu\text{g}/\text{kg}$ dan 0,0094 $\mu\text{g}/\text{kg}$ untuk dimethoate, serta 0,1221 $\mu\text{g}/\text{kg}$ dan 0,4069 $\mu\text{g}/\text{kg}$ untuk methidathion, menunjukkan sensitivitas lebih rendah. Hasil validasi menunjukkan metode QuEChERS EN 15662:2008 lebih optimal untuk analisis dimethoate dan methidathion, sementara QuEChERS AOAC 2007.01 lebih baik untuk dimethoate tetapi kurang sensitif terhadap methidathion.

Kata kunci: Kentang, LC-MS/MS, QuEChERS, Residu Pestisida, Validasi Metode

ABSTRACT

Pesticide residues in potatoes can be harmful to health if they exceed safe limits, so an accurate analysis method is needed. This study aims to validate the QuEChERS EN 15662:2008 and QuEChERS AOAC 2007.01 methods for dimethoate and methidathion residue analysis. Results showed the QuEChERS EN 15662:2008 method had a coefficient of determination (R^2) of 1 and 0.9966, showing excellent linearity with LoD and LoQ of 0.000003 $\mu\text{g}/\text{kg}$ and 0.000009 $\mu\text{g}/\text{kg}$ for dimethoate, respectively, and 0.000003 $\mu\text{g}/\text{kg}$ and 0.000008 $\mu\text{g}/\text{kg}$ for methidathion, indicating high sensitivity. The QuEChERS AOAC 2007.01 method had R^2 of 0.9888 and 0.9858, showing excellent linearity with LoD and LoQ of 0.0028 $\mu\text{g}/\text{kg}$ and 0.0094 $\mu\text{g}/\text{kg}$ for dimethoate, and 0.1221 $\mu\text{g}/\text{kg}$ and 0.4069 $\mu\text{g}/\text{kg}$ for methidathion, showing lower sensitivity. Validation results showed that the QuEChERS EN 15662:2008 method was optimal for dimethoate and methidathion analysis, while QuEChERS AOAC 2007.01 was better for dimethoate but less sensitive for methidathion.

Keywords: Potato, LC-MS/MS, QuEChERS, Pesticide Residues, Method Validation

1. PENDAHULUAN

Peningkatan kebutuhan pangan di dunia menjadikan produksi hasil pertanian semakin penting untuk memenuhi kebutuhan konsumsi masyarakat, salah satunya adalah kentang. Indonesia dikenal sebagai salah satu negara di Asia Tenggara yang memiliki produksi kentang dalam jumlah besar, menjadikannya salah satu penghasil utama komoditas tersebut di kawasan ini. Akan tetapi, kapasitas produksi kentang di Indonesia semakin menurun [6]. Menurut data BPS, produksi kentang tahun 2023 mencapai 1,25 juta ton, turun sebesar 16,99% (2,55 juta ton) dari tahun 2022 [4].

Permintaan kentang yang tinggi menyebabkan intensifikasi budidaya kentang semakin tinggi. Hal ini menyebabkan penggunaan pestisida tak terelakkan, untuk mengendalikan hama dan penyakit tanaman, sehingga menjamin pasokan kentang. Penggunaan pestisida yang tepat dapat meningkatkan hasil panen dan kualitas produk. Namun, penggunaan yang berlebihan atau tidak sesuai aturan dapat menyebabkan akumulasi residu pestisida pada kentang yang menyebabkan kentang bersifat karsinogen. Sehingga sangat diperlukan adanya uji pestisida dalam setiap *batch* produksi kentang. Pengujian pestisida pada tanaman kentang telah dilakukan secara berkelanjutan untuk memastikan keamanan dan efektivitas dalam pengendalian hama seperti yang dilakukan pada kentang yang dijual di Swalayan LOTTEMART dan pasar Terong Kota Makassar [15]. Kentang diketahui mengandung berbagai jenis residu pestisida, namun penelitian ini berfokus pada analisis residu dimethoate dan methidathion.

Penentuan kadar residu pestisida pada kentang dapat dilakukan dengan metode QuEChERS. Perbandingan dua metode QuEChERS, yaitu EN 15662:2008 dan AOAC 2007.01, dalam analisis residu pestisida pada kentang sangat penting untuk menentukan metode yang paling akurat, presisi, dan sensitivitas dalam mendeteksi residu pestisida dimethoate dan methidathion. Dengan membandingkan kedua metode ini, dapat ditentukan teknik yang paling efektif dalam analisis rutin residu pestisida, sehingga mendukung pengawasan keamanan pangan serta kesesuaian terhadap regulasi batas maksimum residu yang telah ditetapkan.

QuEChERS merupakan singkatan dari *Quick* (cepat), *Easy* (Mudah), *Cheap* (Murah), *Effective* (Efektif), *Rugged* (Stabil) dan *Safe* (Aman). Metode ini awalnya digunakan untuk menyiapkan sampel buah dan sayuran untuk analisis residu pestisida, tetapi sekarang digunakan untuk menganalisis kelas kimia lainnya, seperti PAH (*polycyclic aromatic hydrocarbon*), PCB (*polychlorinated biphenyls*), PBDE (*polybrominated diphenyl ethers*) [10]. Metode QuEChERS dikenal saat ini adalah metode QuEChERS EN 15662:2008 yang biasa digunakan untuk analisis bahan yang polar dan QuEChERS AOAC 2007.01 untuk non polar [11]. Pada penelitian ini, melakukan validasi terhadap kedua metode ini, untuk mengetahui dan memastikan metode yang tepat untuk digunakan sebagai prosedur analisis rutin uji pestisida dimethoate dan methidathion pada kentang.

Validasi metode sangat diperlukan baik untuk metode yang dikembangkan maupun yang optimasi karena metode yang diusulkan harus bersifat linear, akurat, dan *repeatable* sehingga dapat digunakan secara luas di laboratorium komersial untuk menganalisis residu pestisida untuk keperluan domestik maupun ekspor [5][8]. Boneva et.al 2021, telah berhasil melakukan validasi pengembangan metode residu organofosfat [3].

Parameter utama yang menjadi acuan dalam validasi metode menurut dokumen SANTE/11312/2021 adalah sensitivitas/linearitas, efek matriks, rasio ion, waktu retensi, *limit of detection* (LOD), *limit of quantification* (LOQ), spesifisitas, akurasi, presisi, dan *trueness*, yang dapat digunakan minimal tiga parameter [13]. Parameter validasi pada penelitian ini adalah sensitivitas/linearitas, akurasi dan LOD, LOQ.

2. METODOLOGI

Metode yang digunakan dalam penelitian ini mengacu pada SANTE/11312/2021, sebagai parameter dalam validasi terhadap metode QUECHERS EN 15662:2008 dan QUECHERS AOAC 2007.01 menggunakan instrumen LC-MS/MS.

2.1 Alat dan Bahan

Metode QuEChERS EN 15662:2018

Alat-alat yang digunakan yaitu untuk mencencang, blender Panasonic, mikropipet Eppendorf 10 µL, 100 µL, 200 µL, 1000 µL, dan 10 mL, tabung sentrifuse propilen Agilent Technologies volume 50 ml dan 15 ml, Sentrifuse Eppendorf 5804 R, vial autosampler, vortek, peralatan gelas, sudip, neraca analitik Mettler Tolendo XS20S, ultrasonic Branson 2510, LC-MS/MS Thermo Scientific Quantiva Dionex Ultimate 3000 yang dilengkapi dengan high elektronspray ionisasi (HESI).

Bahan-bahan yang digunakan yaitu sampel kentang, aquabides, asetonitril, metanol, amonium format 0,1576 g, asam format 98-100%, buffer QuEChERS EN (Serbuk MgSO₄.H₂O, NaCl, trisodium citrate dehydrate, disodium hydrogen citrate sesquihydrate,), dispersive clean up (Primary Secondary Amine (PSA) sebanyak 0,1489 gram, Endcapped C18 (C18) dan MgSO₄ sebanyak 0,9001 gram).

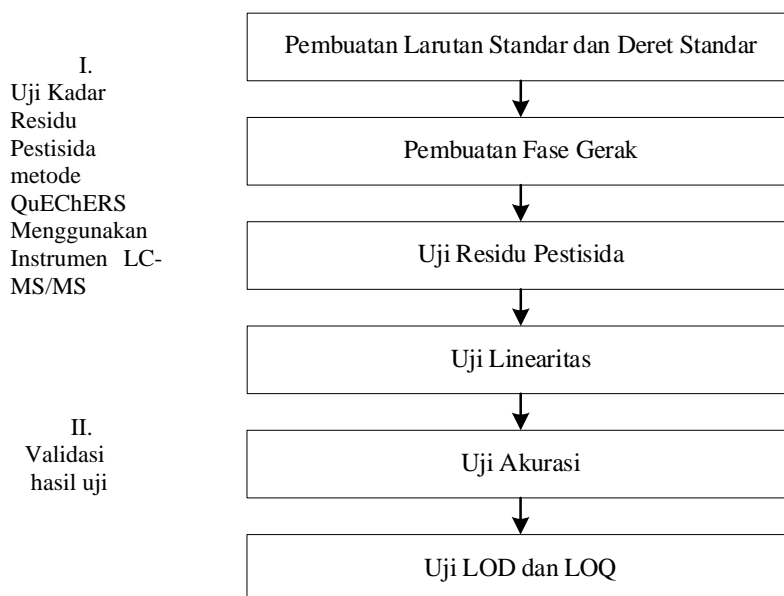
Metode QuEChERS AOAC 2007.01

Alat-alat yang digunakan yaitu untuk mencencang, blender Panasonic, mikropipet Eppendorf 10 µL - 100 µL, 200 µL – 1000 µL, dan 1 mL – 10 mL, tabung sentrifuse propilen Agilent Technologies volume 50 ml dan 15 ml, Sentrifuse Eppendorf 5804 R, vial autosampler, vortek, peralatan gelas, sudip, neraca analitik Mettler Tolendo XS20S, ultrasonic Branson 2510, LC-MS/MS Thermo Scientific uantiva Dionex Ultimate 3000 yang dilengkapin dengan high elektronspray ionisasi (HESI).

Bahan-bahan yang digunakan yaitu sampel kentang, aquabides, asetonitril, asam asetat 10% dalam asetonitril, metanol, amonium format 0,1576 g, asam format 98-100%, buffer QuEChERS AOAC (MgSO₄, NaOAc), QuEChERS EN pouch yang berisi MgSO₄, NaCl, trisodium citrate dehydrate, disodium hydrogen citrate sesquihydrate dispersive clean up (Primary Secondary Amine (PSA) sebanyak 0,1489 gram, dan MgSO₄ sebanyak 0,9001 gram).

2.2 Diagram Alir Penelitian

Diagram alir pada penelitian ini digambarkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Diagram alir Penelitian

2.3 Prosedur Penelitian

Metode QuEChERS EN 15662:2018

Pembuatan Larutan Standar dan Deret Standar

Masing-masing standar masih dalam konsentrasi 1000 ppm. Larutan yang dibuat mempunyai konsentrasi sebesar 10 µg/mL yang diberi label dengan standard mix kerja. Konsentrasi deret standar yang dibuat sebesar 0,10; 0,20; 0,50; 1,00; 1,50 ppm. Setelah itu dilakukan pengenceran lagi dengan penambahan asetonitril dan 10 µL TPP dengan konsentrasi 10 µg/mL sebagai ISTD, dan ditera sebanyak masing-masing 980; 970; 940; 890; 840 µL.

Fase Gerak

Pengujian residu pestisida menggunakan dua fase gerak: fase A (5 mM amonium format dalam air:metanol 98:2) dan fase B (5 mM amonium format dalam air:metanol 2:98). Fase A dibuat dengan melarutkan 0,1576 gram amonium format dalam aquabides, menambahkan 500 µL asam format 98-100% dan 10 mL metanol ke labu ukur 500 mL, lalu diencerkan dengan aquabides dan diisonikasi 10 menit. Fase B dibuat dengan melarutkan 0,1576 gram amonium format dalam aquabides, menambahkan 500 µL asam format 98-100% dan 10 mL aquabides ke labu ukur 500 mL, lalu diencerkan dengan metanol dan diisonikasi 10 menit.

Uji Residu Pestisida

Sampel kentang ditimbang sebanyak 10 gram di dalam botol ekstraksi sentifuse. Setelah itu ditambahkan ditambahkan 10 mL asetonitril dan dikocok dengan kuat. Dimasukkan ke QuEChERS *pouch*, lalu dikocok kuat selama 1 menit. Semua sampel disentrifuse selama 10 menit dengan kecepatan 4500 rpm, Kemudian diambil sebanyak 6 ml ekstrak dan dimasukkan dalam tabung *clean up* dan divorteks selama 30 detik. Larutan disentrifuse selama 5 menit dengan kecepatan 4500 rpm. Ekstrak dipipet sebanyak 990 µl dan TPP sebanyak 10 µl ke dalam vial kemudian campuran divorteks selama 30 detik.

Tahapan uji residu pestisida dengan metode QuEChERS EN 15662:2008 dan validasi hasil ditunjukkan dalam diagram alir berikut:

Metode QuEChERS AOAC 2007.01

Pembuatan Larutan Standar dan Deret Standar

Masing-masing standar masih dalam konsentrasi 1000 ppm. Larutan yang dibuat mempunyai konsentrasi sebesar 10 µg/mL yang diberi label dengan *standard mix* 1. Selanjutnya dari standar mix 1 ditera dengan asetonitril sampai batas tera. Larutan tersebut disebut standar mix 2 dengan konsentrasi 1 µg/mL. Deret *standard* dibuat dengan larutan standard mix 2. Konsentrasi yang dibuat sebesar 0,01; 0,02; 0,05; 0,10; 0,15; 0,30 ppm. Setelah itu dilakukan pengenceran lagi dengan penambahan asetonitril dan 10 µL TPP dengan konsentrasi 1 µg/mL sebagai ISTD, dan ditera sebanyak masing-masing 980; 970; 940; 890; 840; 690 µL

Fase Gerak

Pengujian residu pestisida menggunakan dua fase gerak: fase A (5 mM amonium format dalam air: 98:2) dan fase B (5 mM amonium format dalam air:metanol 2:98). Fase A dibuat dengan melarutkan 0,1576 gram amonium format dalam aquabides, menambahkan 500 µL asam format 98-100% dan 10 mL metanol ke labu ukur 500 mL, lalu diencerkan dengan aquabides dan disonikasi 10 menit. Fase B dibuat dengan melarutkan 0,1576 gram amonium format dalam aquabides, menambahkan 500 µL asam format 98-100% dan 10 mL aquabides ke labu ukur 500 mL, lalu diencerkan dengan metanol dan disonikasi 10 menit.

Uji Residu Pestisida

Sampel kentang ditimbang sebanyak 15 gram di dalam botol ekstraksi sentifuse. Kemudian ditambahkan 15 mL asam asetat 10% dalam asetonitril dan dikocok dengan kiuat. Dimasukkan ke QuEChERS *pouch* lalu dikocok kuat selama 1 menit. Semua sampel disentrifuse selama 10 menit dengan kecepatan 4500 rpm, Kemudian diambil sebanyak 6 ml ekstrak dan dimasukkan dalam tabung *clean up* dan divorteks

selama 30 detik. Larutan disentrifuse selama 5 menit dengan kecepatan 4500 rpm. Ekstrak dipipet sebanyak 990 μl dan TPP sebanyak 10 μl ke dalam vial kemudian campuran divorteks selama 30 detik. Tahapan uji residu pestisida dengan metode QuEChERS AOAC 2007.01 dan validasi hasil ditunjukkan dalam diagram alir berikut:

2.4 Metode Validasi

Uji Linearitas

Linearitas dibuat berdasarkan injeksi standar pestisida dengan konsentrasi 0,10; 0,20; 0,50; 1,00; 1,50 ppm untuk dimethoate dan methidathion dengan metode QuEChERS EN 15662:2008 sehingga didapatkan nilai R^2 .

Linearitas pada metode QuEChERS AOAC 2007.01 dengan konsentrasi 0,01; 0,02; 0,05; 0,10; 0,15; 0,30 ppm untuk dimethoate dan methidathion didapatkan nilai R^2 secara berturut-turut sebesar 0,9888 dan 0,9858.

Uji akurasi

Uji Akurasi untuk analisis residu pestisida dilakukan dengan mengekstraksi sampel kemudian dilakukan teknik *spiking* standar pestisida pada sampel kentang masing-masing dengan sebanyak 1 kali ulangan, sehingga didapatkan nilai %*Recovery*.

Uji Batas Deteksi (LoD) dan Uji Batas Kuantitasi (LoQ)

Penetapan nilai LoD dan LoQ diperoleh dengan mengukur sampel pestisida yang telah diekstraksi menggunakan instrumen LC-MS/MS sebanyak 1 kali ulangan.

2.5 Perhitungan

Nilai konsentrasi *spike* diperoleh menggunakan persamaan (1) dan nilai konsentrasi sampel diperoleh menggunakan persamaan (2).

$$\text{Konsentrasi spike} = \frac{\text{Rasio area spike}-a}{b} \quad (1)$$

$$\text{Konsentrasi sampel} = \frac{\text{Rasio area sampel}-a}{b} \quad (2)$$

Selanjutnya, menghitung nilai perolehan kembali (%*recovery*) sebagai nilai akurasi dengan persamaan (3).

$$\% \text{ Recovery} = \frac{\text{Konsentrasi spike}-\text{Konsentrasi sampel}}{\text{Konsentrasi standar}} \quad (3)$$

Penentuan kadar residu pestisida dilakukan dengan menggunakan persamaan (4) untuk metode QuEChERS EN 15662:2018 dan persamaan (5) untuk metode QuEChERS AOAC 2007.01.

$$\text{Kadar residu pestisida} = \frac{\text{Konsentrasi sampel} \times 10}{\text{bobot sampel}} \quad (4)$$

$$\text{Kadar residu pestisida} = \frac{\text{Konsentrasi sampel} \times 15}{\text{bobot sampel}} \quad (5)$$

Penentuan batas minimal suatu zat yang dapat dideteksi dan diukur dengan akurat dilakukan dengan menggunakan persamaan (6) untuk limit deteksi dan persamaan (7) untuk limit kuantifikasi.

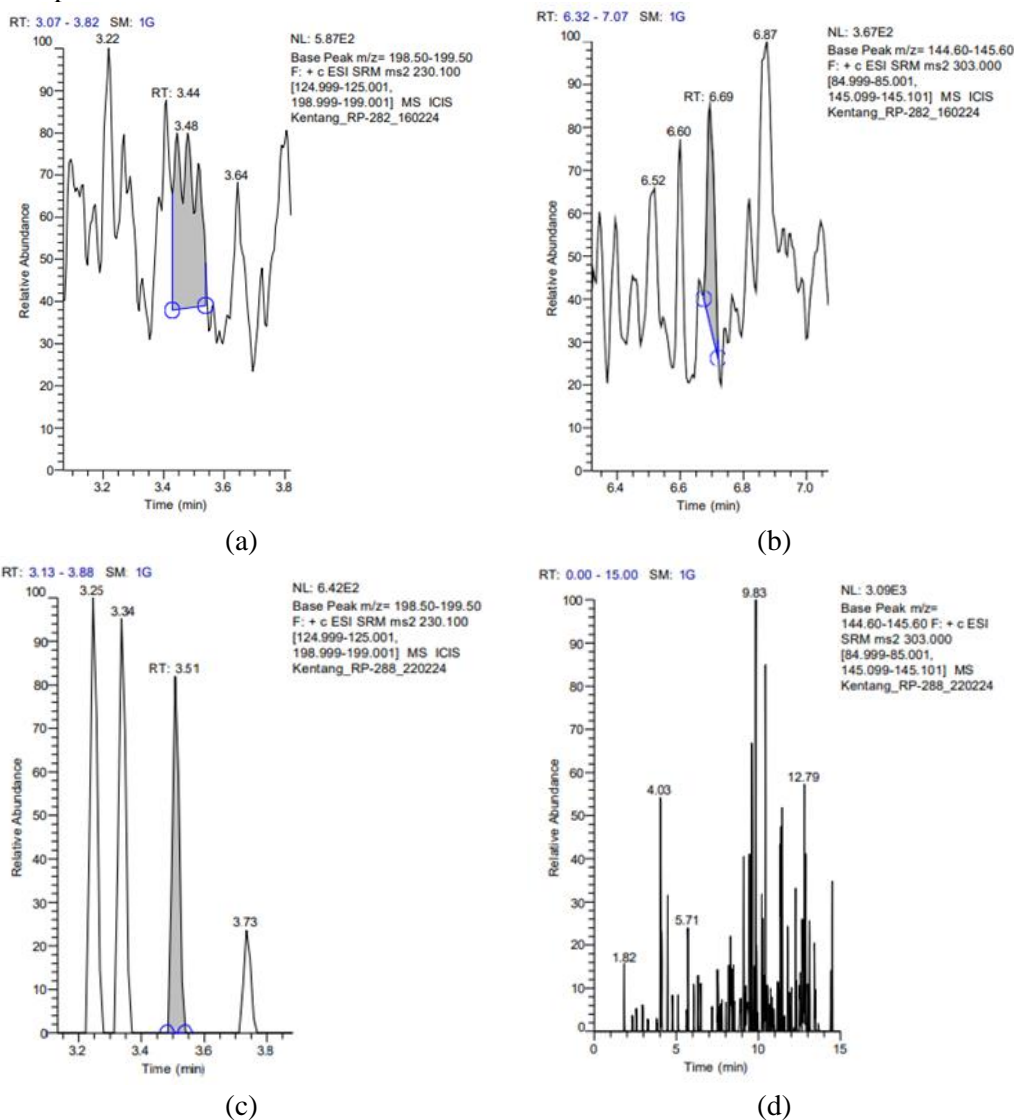
$$\text{LOD} = \frac{3 \times \text{standar deviasi}}{\text{slope}} \quad (6)$$

$$\text{LOQ} = \frac{10 \times \text{standar deviasi}}{\text{slope}} \quad (7)$$

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

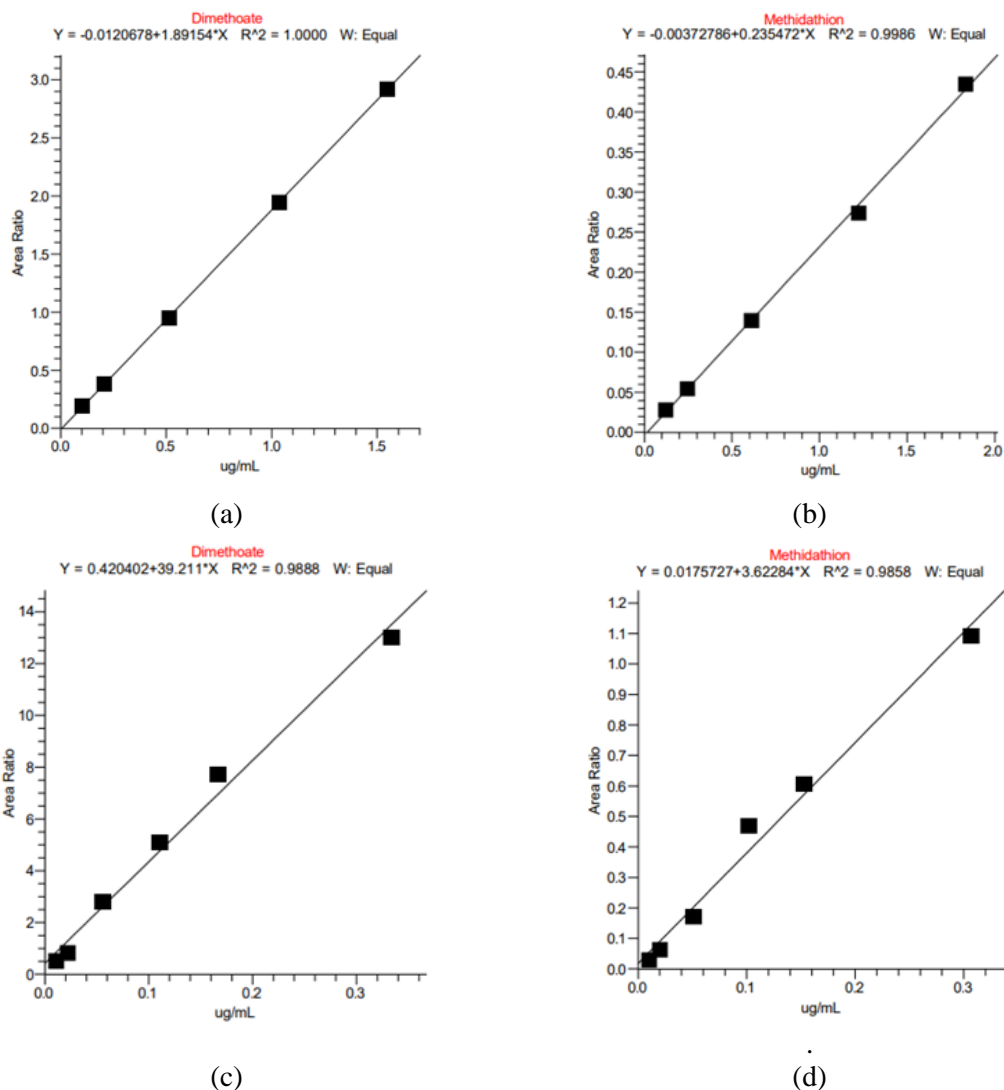
Pada penelitian ini penentuan batas deteksi ditentukan dengan melakukan pengolahan data secara statistik pada kurva kalibrasi yang didapatkan dari analisis dengan LC-MS/MS. Data yang diperoleh melalui analisis LC-MS/MS berupa kromatogram, di mana ion *quantifier* menunjukkan intensitas yang lebih tinggi, mencapai atau melebihi 100%. Tingginya intensitas ini memengaruhi stabilitas ion *quantifier* dalam proses analisis.

Hal ini dapat diperkuat dengan bentuk kromatogram bahan aktif dimethoate dan methidathion yang dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Kromatogram (a) Dimethoate QuEChERS EN 15662:2008 (b) Methidathion QuEChERS EN 15662:2008 (c) Dimethoate QuEChERS AOAC 2007.01 (d) Methidathion QuEChERS AOAC 2007.01

Kemudian, teridentifikasi adanya hubungan linier antara konsentrasi pestisida dan rasio area. Respon dari setiap konsentrasi diplot dalam kurva kalibrasi, dengan sumbu X merepresentasikan konsentrasi standar, sedangkan sumbu Y menunjukkan respon yang dihasilkan oleh instrumen pengujian [2]. Linearitas bahan aktif tersebut dapat dilihat Gambar 3.



Gambar 3. Linearitas (a) Dimethoate QuEChERS EN 15662:2008 (b) Methidathion QuEChERS EN 15662:2008 (c) Dimethoate QuEChERS AOAC 2007.01 (d) Methidathion QuEChERS AOAC 2007.01

Linearitas untuk dimethoate dan methidathion dengan metode QuEChERS EN 15662:2008 didapatkan nilai R^2 secara berturut-turut sebesar 1 dan 0,9966. Linearitas pada metode QuEChERS AOAC 2007.01 untuk dimethoate dan methidathion didapatkan nilai R^2 secara berturut-turut sebesar 0,9888 dan 0,9858. Suatu metode dianggap valid apabila nilai R^2 memenuhi kriteria $\geq 0,99$ [7][1].

Tabel 1 dan Tabel 2 menunjukkan kadar residu pestisida yang terdeteksi dalam sampel kentang berdasarkan metode QuEChERS EN 15662:2008 dan QuEChERS AOAC 2007.01. Hasil analisis ini digunakan untuk menghitung keberadaan residu pestisida dalam sampel kentang.

Tabel 1. Kadar Residu Pestisida pada Kentang dengan Metode QuEChERS EN 15662:2008

Residu Pestisida	Konsentrasi Spike	Konsentrasi Sampel	Konsentrasi Standar	Kadar Residu (mg/kg)
Dimethoate	0,1902	0,0066	0,207	0,0066
Methidathion	0,2288	0,0163	0,245	0,0163

Tabel 2. Kadar Residu Pestisida pada Kentang dengan Metode QuEChERS AOAC 2007.01

Residu Pestisida	Konsentrasi Spike	Konsentrasi Sampel	Konsentrasi Standar	Kadar Residu (mg/kg)
Dimethoate	0,0204	0,0006	0,022	0,0006
Methidathion	0,0223	ttd	0,02	ttd

Nilai *recovery* menunjukkan efisiensi metode ekstraksi, sementara LOD dan LOQ menggambarkan batas deteksi dan kuantifikasi yang dapat dicapai oleh instrumen analisis [9].

Tabel 3. Data LOD, LOQ, Recovery, Kandungan Residu Pestisida dengan Metode QuEChERS EN 15662:2008

Residu Pestisida	Kadar dalam Sampel (mg/kg)	Nilai Batas (mg/kg)			Recovery
		Batas Maksimum Residu	LOD	LOQ	
Dimethoate	0,0066 (ttd)	0,05	0,000003	0,000009	92%
Methidathion	0,0163 (ttd)	0,02	0,000003	0,000008	87%

Tabel 4. Data LOD, LOQ, Recovery, Kandungan Residu Pestisida dengan Metode QuEChERS AOAC 2007.01

Residu Pestisida	Kadar dalam Sampel (mg/kg)	Nilai Batas (mg/kg)			Recovery
		Batas Maksimum Residu	LOD	LOQ	
Dimethoate	0,0006 (ttd)	0,05	0,0028	0,0094	93%
Methidathion	ttd	0,02	0,1221	0,4069	111%

Hasil nilai *Limit of Detection* (LoD) pada metode ini menunjukkan bahwa analisis residu pestisida dimethoate dan methidathion dalam kentang dapat dilakukan dengan baik apabila nilai LoD berada di bawah batas maksimum residu (BMR) pestisida dalam kentang. Persentase *recovery* untuk dimethoate dan methidathion menggunakan metode QuEChERS EN 15662:2008 masing-masing sebesar 92% dan 87%. Sementara itu, metode QuEChERS AOAC 2007.01 menghasilkan persentase *recovery* untuk dimethoate dan methidathion berturut-turut sebesar 93% dan 111%. Persentase *recovery* yang dapat diterima untuk analisis residu pestisida ini berada dalam rentang 70–120% [14].

Sampel dikategorikan sebagai tidak terdeteksi (TTD) apabila kandungan residu pestisida berada di bawah batas deteksi yang telah ditetapkan dan masih berada di bawah batas maksimum residu (BMR). Namun, kondisi ini tidak secara langsung mengindikasikan bahwa sampel sepenuhnya bebas dari residu pestisida, melainkan kadar residu yang terdapat dalam sampel berada di bawah ambang deteksi metode yang digunakan. Kandungan dimethoate dan methidathion dalam sampel kentang teridentifikasi berada di bawah batas maksimum residu (BMR) yang ditetapkan dalam Peraturan Menteri Pertanian (PERMENTAN) Nomor 53 Tahun 2018 [12], sehingga sampel tersebut aman untuk dikonsumsi.

Hasil validasi menunjukkan bahwa untuk metode QuEChERS EN 15662:2008 dapat digunakan untuk uji pestisida dimethoate dan methidathion pada sampel kentang pada uji rutin. Sedangkan pada metode QuEChERS AOAC 2007.01 hanya cocok untuk dimethoate saja. Hal ini disebabkan karena metode AOAC terdapat penambahan asam asetat yang menyebabkan lebih mudah bereaksi pada senyawa yang bersifat lipofilik, sedangkan methidathion bersifat hidrofilik [16].

4. KESIMPULAN

Hasil penelitian menunjukkan bahwa metode QuEChERS EN 15662:2008 dan AOAC 2007.01 memiliki nilai koefisien determinasi (R^2) yang baik untuk analisis dimethoate dan methidathion, mengindikasikan linearitas yang tinggi. Nilai LoD dan LoQ pada metode QuEChERS EN 15662:2008 yang lebih rendah (0,000003–0,000009 $\mu\text{g}/\text{kg}$) dibandingkan metode AOAC 2007.01 (0,0028–0,4069 $\mu\text{g}/\text{kg}$) menunjukkan bahwa metode ini lebih sensitif dalam mendeteksi residu pada kadar yang sangat rendah. Kedua metode memiliki akurasi yang baik, namun QuEChERS EN 15662:2008 lebih unggul dalam analisis methidathion. Dimethoate dan methidathion dalam sampel kentang berada di bawah Batas Maksimum Residu (BMR) sesuai dengan PERMENTAN Nomor 53 Tahun 2018 [12], sehingga aman untuk dikonsumsi. Hasil validasi menunjukkan bahwa metode QuEChERS EN 15662:2008 memiliki kinerja optimal untuk analisis dimethoate dan methidathion, sementara QuEChERS AOAC 2007.01 hanya memberikan hasil baik untuk dimethoate, namun kurang sensitif terhadap methidathion.

UCAPAN TERIMA KASIH

Kami mengucapkan terima kasih kepada Fakultas Teknik Universitas Bhayangkara Jakarta Raya, laboratorium Teknik Kimia Universitas Bhayangkara, atas dukungannya pada penelitian ini atas segala bentuk dukungan, baik fasilitas maupun bimbingan yang telah diberikan dalam pelaksanaan penelitian ini, sehingga penelitian ini dapat berjalan dengan lancar.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] AOAC. (2012). *Official Methods of Analysis of The Association Agricultural Chemists* (10th Ed).
- [2] Beg, S., Kohli, K., Swain, S., & Hasnain, M. S. (2019). Development and validation of a stability-indicating RP-HPLC method of cholecalciferol in bulk and pharmaceutical formulations: Analytical quality by design approach. *Journal of Applied Pharmaceutical Science*, 9(6), 21–32. <https://doi.org/10.7324/JAPS.2019.90604>
- [3] Boneva, I., Yaneva, S., & Danalev, D. (2021). Development and validation of method for determination of organophosphorus pesticides traces in liver sample by GC-MS/MS-ion trap. *Acta Chromatographica*, 33(2), 188–194.
- [4] BPS. (2024). *Statistik Hortikultura* (Vol. 5). Badan Pusat Statistik.
- [5] Das, S., & et.al. (2020). Validation of a Multiresidue Method for the Analysis of 86 Multiclass Pesticides in Litchi Fruit by Gas Chromatography–Tandem Mass Spectrometry. *Journal of AOAC International*, 103(1), 46–54.
- [6] Erlangga, K. A. (2023). Analisis Daya Saing Ekspor Produk Kentang Indonesia Terhadap Pasar Asean. *Jurnal Multidisiplin Indonesia*, 2. <https://jmi.rivierapublishing.id/index.php/rp>
- [7] Huber, L. (2007). *Validation of Analytical Methods: Validation and Qualification in Analytical Laboratories* (2nd Edition). Informa Healthcare.
- [8] Koçyiğit, H., & Sinanoğlu, F. (2020). Method validation for the analysis of pesticide residue in aqueous environment. *Environ Monit Assess*, 192(567), 1–13.
- [9] Krueve, A., Rebane, R., Kipper, K., Oldekop, M. L., & Evard, H. (2015). Tutorial Review on Validation of Liquid Chromatography–Mass Spectrometry Methods: Part I. *Analytica Chimica Acta*, 870, 29–44.
- [10] Merck. (2021). *QuEChERS Sample Preparation Method*. <https://www.sigmaaldrich.com/ID/en/applications/analytical-chemistry/sample-preparation/quechers>
- [11] Musarurwa, Chimuka, H., Pakade, L., Tavengwa Vusumzi Emmanuel, & Tawanda Nikita. (2019). Recent developments and applications of QuEChERS based techniques on food samples during pesticide analysis. *Journal of Food Composition and Analysis*, 84.

- [12] Peraturan Menteri Pertanian. (2018). *Menteri Pertanian Republik Indonesia No.53/PERMENTAN/KR.040/12/2018 tentang Pengawasan Keamanan Pangan Terhadap Pemasukan Pangan Segar Asal Tumbuhan.*
- [13] Pihlström, T., Fernández-Alba, A. R., Ferrer, C. A., Ercius, M. P., Lippold, R., Carrasco, L. C., Pelosi, P., Valverde, A., Unterluggauer, H., Mol, H., Jezussek, M., Malato, O., Štěpán, R., & Lambert, M. (2021). *Analytical Quality Control And Method Validation Procedures For Pesticide Residues Analysis In Food And Feed Sante 11312/2021 v2.*
- [14] SANCO. (2011). Method Validation and Quality Control Procedures for Pesticide Residue Analysis in Food and Feed. *Document N°SANCO/12495/2011.*
- [15] Yusnani. (2013). *Identifikasi Residu Pestisida Golongan Organofosfat Pada Sayuran Kentang Di Swalayan Lottemart Dan Pasar Terong Kota Makassar.*
- [16] Zhang, Y., Li, Z., Jiao, B., Zhao, Q., Wang, C., Cui, Y., He, Y., & Li, J. (2023). Determination, Quality, and Health Assessment of Pesticide Residues in Kumquat in China. *Foods, 12(18), 3423.* <https://doi.org/10.3390/foods12183423>