

Validasi Metode Penetapan Kadar Deltametrin dalam Kubis (*Brassica oleracea* var. *capitata*) Menggunakan Kromatografi Gas dengan Detektor Ionisasi Nyala

Eva PUSPITA VANI*, Asri DARMAWATI, Juniar MOECHTAR

Departemen Kimia Farmasi, Fakultas Farmasi, Universitas Airlangga

Email : evapuspitavani@yahoo.com

Method validation for the determination of deltamethrin in cabbage using gas chromatography-Flame Ionization Detector (GC-FID) has been performed. The GC method for multiresidue synthetic pyrethroids pesticide analysis of AOAC was used as standard procedure. But, FID was employed instead of ECD. The extraction solvents were hexane, acetone and acetonitrile. The Deltamethrin extract was not purified with column chromatography prior to injection into GC-FID. Using GC-FID modified condition (i.e. inlet temperature, carrier gas flow rate, and programmed column temperature), obtained deltamethrin's retention time (t_R) of 26.56 minutes. Deltamethrin was separated from other components that existed before and after deltamethrin peak with α of 1.08 and 1.11, respectively. Selectivity of the modified condition was fulfilled the validation requirement (Resolutions >1.5). Deltamethrine respons have linear correlation with the concentrations at the range of 9.94 to 99.4 ppm (correlation coefficient, r , was 0.9991). Detection and quantitation limits were 2.185 ppm and 6.625 ppm, respectively. Accuracy of the method was 64.35 % with variation coefficient of 7.41%. Precision of instrument was 3.76%..

Keywords : *deltamethrin, gas chromatography, FID, method validation*

PENDAHULUAN

Deltametrin termasuk dalam insektisida piretroid sintetik spektrum luas yang digunakan karena terbukti letal bagi serangga, baik melalui pencernaan maupun hanya sekedar kontak tubuh. Deltametrin dikenal toksik bagi cacing, hewan akuatik, hewan terestrial, termasuk manusia (National Pesticide Information Center, 2010). Kubis (*Brassica oleracea* var. *capitata*) merupakan jenis sayuran yang mudah dijumpai di Indonesia karena tidak

mengenal musim. Menurut Keputusan Bersama Menteri Kesehatan dan Menteri Pertanian tentang Batas Maksimum Residu Pestisida pada hasil pertanian tahun 1996, batas maksimum residu deltametrin untuk sayuran brassica adalah 0,2 mg/kg. Sedangkan ADI (*Acceptable Daily Intake*) deltametrin adalah 0,1 mg/kg berat badan. Oleh karena itu diperlukan pengawasan terhadap sayuran, khususnya kubis, agar kadar residu pestisida ini terjamin tidak

melampaui batas keamanan pemakaian yang telah ditetapkan.

Rachdi, Khadija dan Djamila (2006) telah melakukan penetapan kadar residu deltametrin dalam terigu dan kentang dengan HPLC dan diperoleh rekovery masing-masing 85,80 % dan 76,40 %. Sedangkan Alvin Chai dan Lau Seng (2003) melaporkan hasil penetapan kadar pestisida piretroid pada sayur menggunakan kromatografi gas dengan *electrone capture detector* (ECD) sebagai detektor. Penelitian tersebut menghasilkan recovery 91,0% untuk sampel wortel, 90,0 % untuk sampel mentimun dan 93,0 % untuk sampel *green mustard*.

Penetapan kadar deltametrin umumnya menggunakan GC-ECD, sedangkan informasi penggunaan *flame ionization detector* (FID) untuk analisis residu pestisida belum diperoleh. FID atau detektor ionisasi nyala merupakan detektor yang paling banyak digunakan. Detektor ini peka terhadap senyawa hidrokarbon. Gas H₂O atau CO₂ tidak memberi respon pada FID, sedangkan halogen dan amin memberi respon yang lemah (Skoog, 1997). Deltametrin mengandung banyak atom C, sehingga deltametrin seharusnya dapat dideteksi dengan FID.

Berdasarkan hal tersebut di atas maka dilakukan penelitian tentang analisis

deltametrin dalam sampel kubis (*Brassica oleracea* var. *capitata*) dengan kromatografi gas menggunakan detektor FID. Penelitian ini bertujuan mendapatkan kondisi optimum kromatografi gas dengan detektor FID untuk analisis residu deltametrin dalam matriks kubis (*Brassica oleracea* var. *capitata*). Sebagai pembanding adalah kondisi kromatografi gas dari AOAC (untuk analisis multi residu pestisida piretroid sintetik). Dalam penelitian ini prosedur ekstraksi deltametrin dari sampel menggunakan modifikasi prosedur standar AOAC, yaitu menggunakan pengestraksi, berturut-turut heksana, aseton, asetonitril tetapi ekstrak deltametrin yang diperoleh tidak dibersihkan melalui kromatografi kolom.

Parameter validasi untuk metode analisis deltametrin dalam sampel kubis (menggunakan kondisi optimum) yang diuji adalah selektifitas, linearitas, batas deteksi, batas kuantitasi, presisi, dan akurasi.

BAHAN DAN METODE

Bahan. Sampel kubis hasil pertanian dari desa Junggo Batu Malang yang ditanam dengan perlakuan khusus tanpa pestisida. Bagian kubis yang digunakan sebagai sampel adalah bagian yang biasa dimakan (yaitu setelah daun ke 8 kubis

dibuang). Deltametrin (Riedl-de Haen 99.8%), asetnitril (Merck, 99,9 %), n-Heksana (Merck, 99,0%), Na₂SO₄ (Riedl-de Haen, 99,0 %), NaCl (Merck, 99,5 %), Kertas saring Whatman no. 40 (90 mm) dan air suling

Alat. Kromatografi gas (Agilent 6890 series plus-G 1530 N) dengan kolom : HP-5 5 *phenyl* 95% *methyl siloxane*, model no : Agilent 19091J-413 (capillary 30,0 m x 320 µm x 0,25 µm) dilengkapi dengan FID (*Flame Ionization Detector*). Gas pembawa : helium. Injektor : Agilent 7683 series G2613A. Kromatografi gas-MS (KG Agilent Technologies 5973. *Inert Mass Selective Detector, Autosampler Injector* Agilent Technologies 7683 Series G2613A). *Mycroliter Syringes* (Hamilton), neraca Analitik (AR2140 Ohaus), neraca mikro (Shimadzu), rotavapor (Heidolph No. 517-01002-00-2), dan ultrasonic Cleaner (Brandsonic 3510E).

Penetapan kadar air sampel. Lebih kurang 10 g sampel dipotong-potong dengan ukuran kurang lebih 0,5 cm x 0,5 cm, dicuci dan ditiriskan lalu ditimbang seksama dalam wadah kering yang telah diketahui beratnya. Sampel dikeringkan pada suhu 105°C selama 5 jam kemudian ditimbang. Pengeringan diulang dan ditimbang pada jarak 1 jam sampai perbedaan antara dua penimbangan

berturut-turut tidak lebih dari 0,25%. Proses ini diulangi sebanyak tiga kali (Depkes RI, 1995).

Preparasi sampel kubis (Horwitz, 2000).

Sampel kubis yang telah dipotong-potong dengan ukuran 0,5 cm x 0,5 cm kemudian dicuci dan ditiriskan. Ditimbang 50,0 g kemudian ditambahkan 20 mL air. Dihaluskan dengan blender selama 3 menit. Kubis yang telah halus dipindahkan secara kuantitatif kedalam erlenmeyer dan ditambahkan 120 mL aseton. Erlenmeyer digetarkan dengan ultrasonik selama 5 menit. Ekstrak kubis dipindahkan ke dalam corong buchner 12 cm yang sudah dilapisi kertas saring dan ditampung dalam labu hisap 500 mL. Erlenmeyer dibilas dua kali masing-masing dengan 25 mL aseton dan bilasannya digunakan untuk mencuci sisa/ampas di buchner. Filtrat di pindahkan ke dalam corong pisah 500 mL. Masing-masing 10 mL aseton digunakan untuk mencuci labu hisap, kemudian aseton yang telah digunakan untuk mencuci labu hisap digabungkan ke dalam corong pisah. Heksana sebanyak 60 mL dimasukkan ke dalam corong pisah. Corong pisah kemudian dikocok kuat selama 5 menit. 200 mL 4% (b/v) larutan NaCl dalam air dimasukkan ke dalam corong pisah dan kocok kuat 30 detik kemudian fase air dibuang. Fase heksana dipindah ke dalam corong gelas yang dilengkapi kertas saring

dan 15 g Na_2SO_4 . Fase heksana ditampung dalam 250 mL labu alas bulat. Corong pisah dicuci dua kali dengan 20 mL heksana, fase heksana disaring dan ditampung dalam labu alas bulat. Fase heksana dikeringkan dengan *rotary evaporator* pada suhu 40°C . Residu yang diperoleh dilarutkan dalam 10 mL heksana dan dipindahkan ke dalam corong pisah 125 mL. Labu alas bulat dicuci dua kali dengan heksana 5 mL kemudian dipindahkan ke corong pisah. Ke dalam corong pisah ditambahkan 30 mL acetonitril-heksana jenuh lalu kocok kuat selama 5 menit. Fase acetonitril dipindah ke dalam labu alas bulat 250 mL. Ditambahkan 30 mL acetonitril jenuh heksana pada fase heksana di corong pisah, dikocok 5 menit lalu fase acetonitril dipindah ke dalam labu alas bulat 250 mL. Proses di atas diulangi dengan menambahkan 30 mL acetonitril, dikocok, dan ditampung dalam labu yang sama. Ekstrak yang diperoleh dikeringkan dengan *rotary evaporator* pada suhu 60°C . Residu dilarutkan dalam 10,0 mL heksana di labu ukur. Larutan ini kemudian disuntikkan kedalam kromatografi gas.

Pemilihan kondisi optimum kromatografi gas. Dilakukan optimasi terhadap kondisi instrumen untuk analisis deltametrin dengan mengatur suhu oven, suhu inlet dan kecepatan aliran gas

pembawa. Kemudian diinjeksikan larutan standar deltametrin konsentrasi tertentu sebanyak 1,0 μL dan diinjeksikan pula ekstrak kubis pada berbagai kondisi kromatografi gas. Kondisi optimum pemisahan deltametrin dari senyawa lain dalam sampel kubis diperoleh bila harga resolusi (R_s) antara deltametrin dengan senyawa lain dalam sampel ≥ 1 serta waktu analisis yang relatif lebih singkat.

Pembuatan larutan deltametrin standar 200 ppm. Ditimbang seksama deltametrin standar 5,0 mg, kemudian dilarutkan dengan heksana secukupnya dalam gelas piala. Larutan yang diperoleh dimasukkan ke dalam labu ukur 25,0 mL dan ditambahkan heksana sampai garis tanda.

Uji selektivitas. Diinjeksikan sebanyak 1,0 μL larutan hasil ekstraksi sampel kubis yang tidak mengandung deltametrin dan ekstrak kubis yang diadisi dengan deltametrin standar 53,18 ppm (konsentrasi akhir). Dari kromatogram yang diperoleh dihitung harga faktor selektivitas (α) dan derajat keterpisahan (R_s) puncak deltametrin dengan komponen lain dalam sampel.

Uji linieritas. Diinjeksikan sebanyak 1,0 μL larutan deltametrin standar dengan konsentrasi 9,94 ppm, 24,85 ppm, 49,70 ppm, 74,50 ppm dan 99,40 ppm. Dari kromatogram yang diperoleh dihitung

koefisien korelasi (r) dan koefisien variasi dari fungsi (V_{x0}) melalui persamaan garis regresi antara area puncak versus konsentrasi dari larutan standar.

Penentuan batas deteksi dan batas kuantitasi. Dibuat larutan standar deltametrin dengan konsentrasi 7,992 ppm, 8,946 ppm, 9,940 ppm, 10,93 ppm, 11,93 ppm. Kemudian diinjeksikan ke dalam kromatografi gas. Dari kromatogram yang diperoleh dihitung koefisien korelasi (r) melalui persamaan garis regresi antara area versus konsentrasi dari masing-masing larutan standar deltametrin. Kemudian dihitung harga batas deteksi dan batas kuantitasi deltametrin.

Uji Akurasi. Uji akurasi dilakukan dengan metode adisi standar. Sampel yang telah dihaluskan dan dihomogenkan, ditimbang teliti 50 gram kemudian ditambah 10,0 mL larutan deltametrin standar dengan konsentrasi 50,0 ppm yang kemudian dihomogenisasi dengan ultrasonik. Selanjutnya dilakukan preparasi sampel dengan replikasi sebanyak enam kali. Harga persen rekovery diperoleh dengan menghitung konsentrasi deltametrin adisi yang terdeteksi dari pengamatan dan dibandingkan dengan konsentrasi deltametrin adisi yang sebenarnya.

Uji Presisi. Presisi ditentukan dengan menghitung harga koefisien variasi (KV)

dari kadar deltametrin yang diperoleh pada tahap uji akurasi. Sedangkan presisi instrumen (*instrument precision*) ditentukan dengan menginjeksikan 1,0 μ L salah satu larutan standar deltametrin dengan konsentrasi tertentu sebanyak 6 kali. Dari kromatogram yang dihasilkan dihitung harga KV.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Kondisi optimum yang diperoleh dengan melakukan variasi suhu oven dan laju gas pembawa tercantum pada tabel 1 berikut ini. Sedangkan hasil analisis deltametrin dengan kondisi yang terpilih tercantum pada tabel 2 (gambar 2). Dengan kondisi terpilih tersebut deltametrin memiliki resolusi yang baik ($> 1,5$) dengan senyawa lain dari matrik sampel yang terbawa saat ekstraksi (gambar 3).

Data pada tabel 2. menunjukkan bahwa modifikasi kondisi GC-FID yang diteliti mampu menghemat waktu analisis sebesar 20 menit dan selektif untuk analisis deltametrin dalam sampel kubis. Dengan kondisi terpilih tersebut diperoleh waktu retensi (t_R) deltametrin 26,53 menit, sedangkan pelarut heksana memiliki t_R 1,370 menit (Gambar 1.).

Kromatogram ekstrak kubis tanpa adisi deltametrin (gambar 2) menunjukkan bahwa pada t_R deltametrin terdapat puncak

dengan area kecil (37,480 pAdet). Puncak ini juga muncul pada saat analisis deltametrin menggunakan kondisi standar AOAC. Analisis kualitatif menggunakan GC-MS, program AMDIS (*Automated Mass Spectral Deconvolution and Identification System*) menunjukkan bahwa analit pada waktu retensi 41,858 tersebut

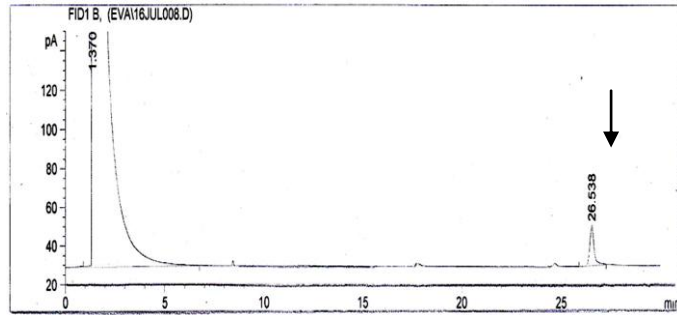
memiliki ion spesifik yakni 181 dan 253 yang juga merupakan ion spesifik untuk analisis kualitatif pada deltametrin (Ramesh dan Ravi, 2004). *Trace* deltametrin tersebut dapat berasal dari tanah disekitar tempat kubis ditanam, aliran air atau lingkungan yang mencemari sampel.

Tabel 1. Kondisi optimum analisis deltametrin dalam sampel kubis

Parameter	Kondisi terpilih	Kondisi standar AOAC
Laju alir gas pembawa	1,5 ml/menit	1,7 ml/menit
Split ratio	1 : 5	1:5
Suhu inlet	300 °C	300 °C
Suhu detector	300 °C	300 °C
Suhu oven	180° C dinaikkan 30°C/menit sampai 240 °C ditahan sampai 30 menit	50 °C selama 1 menit Dinaikkan 30 °C/menit sampai 205 °C. Dinaikkan 1 °C/menit sampai 240. Ditahan 9 menit

Tabel 2. Hasil analisis kualitatif deltametrin menggunakan kromatografi gas

Parameter	Kondisi optimum yang diperoleh	Kondisi standar AOAC
Waktu retensi deltametrin (t_R)	26,53 menit	46,27 menit
α deltametrin dengan senyawa A yang mempunyai t_R sebelum deltametrin	1,08	1,07
α deltametrin dan senyawa B yang mempunyai t_R setelah deltametrin	1,11	1,05
R_s deltametrin dan senyawa A yang mempunyai t_R sebelum deltametrin	5,27	4,86
R_s deltametrin dan senyawa B yang mempunyai t_R setelah deltametrin	5,90	6,53
Waktu Analisis	30 menit	50 menit

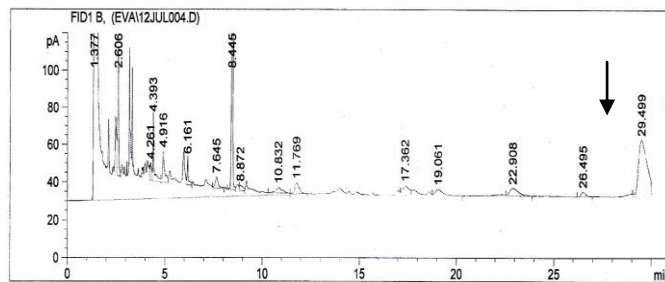


Gambar 1. Kromatogram deltametrin 50 ppm dalam n-heksana

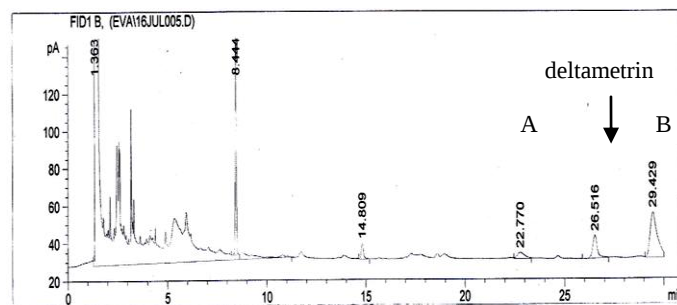
Keterangan gambar 1.

t_R deltametrin = 26,538 menit

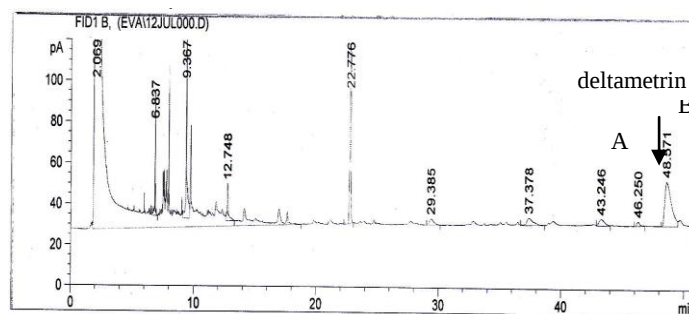
t_R heksana = 1,370 menit



Gambar 2. Kromatogram ekstrak kubis tanpa adisi deltametrin menggunakan kondisi terpilih



Gambar 3. Kromatogram ekstrak kubis dengan adisi deltametrin 53,18 ppm menggunakan kondisi terpilih



Gambar 4. Kromatogram ekstrak kubis tanpa adisi deltametrin menggunakan kondisi standar AOAC

Dengan kondisi standar AOAC, waktu retensi n-heksana yang diperoleh tidak berbeda bila dibandingkan dengan t_R n-heksana pada kondisi yang diteliti yaitu 1,3 menit. Tetapi, deltametrin pada kondisi standar memiliki t_R 46,27 menit. Waktu retensi deltametrin ini lebih lama dari yang disebutkan dalam pustaka yaitu 40,53 menit. Konfirmasi bahwa puncak tersebut adalah deltametrin dilakukan dengan GC-MS, hasilnya menunjukkan bahwa puncak tersebut merupakan deltametrin dengan indeks kemiripan (*quality*) 98% dengan standar referensi. Perbedaan waktu retensi tersebut dapat disebabkan karena Kondisi oven dan kolom yang sensitivitasnya menurun dapat mempengaruhi besarnya t_R analit.

Analisis deltametrin dalam sampel menggunakan kondisi standar menghasilkan kromatogram berikut (gambar 4). Hasil ini identik dengan hasil analisis menggunakan kondisi terpilih, yaitu pada t_R 46,254 menit terdapat signal sebesar 35,2504 pA.det yang diduga berasal dari deltametrin yang terdapat di lingkungan tempat sampel ditanam.

Hasil uji linieritas membuktikan bahwa ada hubungan linier antara kadar deltametrin standar dengan area. Dari perhitungan didapatkan koefisien korelasi (r) sebesar 0,99913, dengan persamaan garis regresi yaitu: $y = 6,5634 x - 7,5476$

dan standar deviasi fungsi (V_{x_0}) sebesar 3,46 % (memenuhi persyaratan $V_{x_0} \leq 5\%$). Hasil uji linieritas dengan kondisi standar AOAC didapatkan koefisien korelasi (r) sebesar 0,9996, dengan persamaan regresi $y = 8,4459 x - 14,4188$ dan $V_{x_0} = 2,10 \%$ Dengan demikian harga *slope* dari kedua metode tidak berbeda.

Perhitungan batas deteksi dan batas kuantitasi dilakukan berdasarkan standar deviasi residul dan slope dari kurva kalibrasi deltametrin dengan rentang kadar 7,992 ppm- 11,928 ppm. Dengan cara ini didapatkan batas deteksi 2,185 ppm dan batas kuantitasi 6,623 ppm untuk analisis deltametrin menggunakan kondisi terpilih. Sedangkan bila menggunakan kondisi standar AOAC didapatkan batas deteksi sebesar 2,189 ppm dan batas kuantitasi sebesar 6,633 ppm. Sehingga dapat disimpulkan bahwa batas deteksi dan batas kuantitasi dari masing-masing kondisi perbedaannya tidak bermakna. Batas deteksi yang diperoleh ini lebih besar dari batas deteksi analisis deltametrin bila menggunakan GC-MS, yaitu 0,05 ppm pada sampel apel dan pir (Lacassie *et al*, 1998). Hal ini menunjukkan detektor FID memang relatif kurang peka bila dibandingkan dengan MS maupun ECD.

Hasil uji akurasi dan presisi deltametrin dalam ekstrak kubis dengan kondisi terpilih tercantum pada tabel 3.

Tabel 3. Hasil uji akurasi dan presisi deltametrin dalam ekstrak kubis dengan kondisi terpilih

Replikasi	Berat kubis*	Area Sampel (pAdet)	Area Standar (pAdet)	Kadar yang diperoleh (ppm)	Kadar sebenarnya (ppm)	Akurasi (% rekovert)
1.	49,8634	276.08145	386,89252	37,94	53,40	55,31
2.	50,1159	282.29895	386,89252	38,80	53,40	57,09
3.	49,9091	325,53665	386,89252	44,74	53,40	68,14
4.	49,9560	263,67661	338,98474	41,36	53,18	64,85
5.	50,1215	257,33142	338,98474	40,36	53,18	62,98
6.	50,0098	269,83981	338,98474	43,33	53,18	68,56
Rata-rata						62,82
SD						5,56
KV						8,85 %

Catatan : Kadar air sampel kubis adalah (92,36 - 94,11) %.

Bila menggunakan kondisi standar AOAC, diperoleh rekovert rata-rata sebesar 60,78 % dan KV 18,11 %. Hal ini menunjukkan bahwa rekovert rata-rata bila menggunakan kondisi terpilih maupun kondisi standar AOAC perbedaannya tidak bermakna. Sedangkan presisi metode terpilih lebih baik dibandingkan dengan presisi kondisi standar AOAC. Perbedaan tersebut dapat disebabkan karena injeksi sampel pada penelitian ini dilakukan manual (bukan *auto sampler*) dan tanpa internal standar. Hasil uji presisi alat menunjukkan KV 3,76%. Rekovert yang rendah ini dapat disebabkan oleh karena proses ekstraksi yang panjang sehingga

memungkinkan analit tertinggal di alat maupun di pelarut.

KESIMPULAN

Dari hasil penelitian ini dapat disimpulkan bahwa kondisi optimum/terpilih untuk analisis deltametrin dalam sampel kubis menggunakan GC-FID adalah suhu inlet 300 °C, suhu oven terprogram awal 180°C kemudian dinaikkan 30 °C/menit sampai 240 °C selama 30 menit, suhu detektor 300°C dan split ratio 1:5. Dengan kondisi ini waktu analisis akan 20 menit lebih cepat, selektif, presis tetapi metode GC-

FID ini relatif kurang peka dibandingkan metode GC-ECD.

SARAN

Saran yang dapat diajukan dari penelitian ini adalah jika digunakan untuk uji batas residu perlu dilakukan pemekatan hasil ekstraksi, berat sampel kubis diperbanyak, atau dengan teknik injeksi *splitless* agar konsentrasi akhir deltametrin yang dianalisis bisa lebih dari batas kuantitasi yaitu 6,634 ppm.

UCAPAN TERIMA KASIH

Peneliti mengucapkan terima kasih kepada Fakultas Farmasi Universitas Airlangga atas bantuan biaya penelitian dari project grant Analisis Pestisida pada Sayuran dengan Metode Kromatografi Gas. Surat keputusan dekan Fakultas Farmasi Universitas Airlangga no. 1121/H315/KD/2012 (pimpinan Dr. Riesta Primaharinastiti, S.Si, M.Si., Apt.), terima kasih juga kepada Kharisma Angga dan tim atas kerja sama dalam penelitian ini

DAFTAR PUSTAKA

Boussahel, R., Moussaoui Khadija M., Harik, D., 2006. Determination of residues of deltamethrin in wheat and potato by HPLC. *African Journal of Agricultural Research*, Vol. 1, p. 182-185

Djojosumarto, P. 2008. *Pestisida dan Aplikasinya*. Jakarta: PT Agromedia Pustaka. hal. 4-6

National Pesticide Information Center. 2010. *General Fact Sheet of Deltamethrin*. Retrieved September 22, 2011, from http://npic.orst.edu/factsheets/Delta_tech.pdf

Hallenbeck, W. H., dan Cunningham, K. M. 1985. *Pesticide and Human Health*. New York : Springer-Verlag

Harmita, Departemen Farmasi FMIPA-UI. 2004. Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode Dan Cara Perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian*, Vol. I, No.3, 2004. hal 117-135

Horwitz, W. 2000. Pesticides and Industrial Chemical Residues. In *Official Methods of Analysis of AOAC International*, 17th Ed. Vol II (pp. 65-67). Gaithersburg, Marryland: AOAC International.

Kaplan, S. 2010.. *Too Little Too Late: EPA Builds List of Potentially Dangerous Chemicals*. Retrieved January 11, 2012, from <http://www.sott.net/articles/show/20322-Too-Little-Too-Late-EPA-Builds-List-of-Potentially-Dangerous-Chemicals>

- Kuet, A. C., dan Seng, L., 2003. Determination of Pyrethroid Pesticides in Vegetables by Solid-Phase Extraction Cleanup and Gas Chromatography. *Pertanika J. Sci. & Technol* , pp. 107 – 113
- Lacassie, E., Dreyfuss, M.-F., Daguet, J.L., Vignaud, M., Marquet, P., Lachatre, G., 1998. *Multiresidue Determination of Pesticides in Apples and Pears by Gas Chromatography–Mass Spectrometry* , Journal of Chromatography A. pp. 319-326.
- National Pesticide Information Center. 2010. *General Fact Sheet of Deltamethrin*. Retrieved September 22, 2011, from <http://npic.orst.edu/factsheets/Delta tech.pdf>
- Ramesh, A., dan Ravi, P. E. 2004. *Electron Ionization Gas Chromatography-Mass Spectrometric Determination of Residues of Thirteen Pyrethroid insecticides in Whole Blood* , Journal of Chromatography II. pp.373-376.
- Skoog, D. A., 1997. *Principles of Instrumental Analysis 5th ed.* Philadelphia: Saunders College Publishing. pp. 695 – 709

