

OPTIMASI PREPARASI SAMPEL UNTUK ANALISIS DELTAMETRIN DALAM KUBIS (*Brassica oleracea* var. *capitata*)

Kharisma Angga Asmoro, Setyo Prihatiningtyas, Asri Darmawati,
Departemen Kimia Farmasi, Fakultas Farmasi, Universitas Airlangga
e-mail : kharismaasmoro@yahoo.co.id

ABSTRACT

This study aimed to optimize the method of sample preparation for the analysis of deltamethrin in cabbage (*Brassica oleracea* var. *capitata*) using gas chromatography with *flame ionization detector* (GC-FID). The optimum procedure obtained for sample preparation was using a combination solvent of *n*-hexane:acetone. The modified AOAC procedure was used as procedure for sample preparation. The procedure obtained was meet to linearity test in the range of deltamethrin concentration of 9,950–99,50 mg/L. The limit of detection (LD) and limit of quantitation (LQ) were found to be 2,189 mg/L and 6,634 mg/L, respectively. Recoveries was carried out by adding deltamethrin 53,18 mg/L (as final concentration) in to matrix blank. The result showed that recovery obtained from modified procedure of AOAC using *n*-hexane:acetone:acetonitril as extraction solvent was 41,96-71,80%. Where as, the procedure obtained using *n*-hexane:acetone as extraction solvent gained 76,19-92,01%.The precisions represented by percentage KV were 18,11% and 6,61% for solvent *n*-hexane:acetone:acetonitril and solvent *n*-hexane:acetone, respectively.

Keyword: gas chromatography, *flame ionization detector*, deltamethrin, cabbage.

PENDAHULUAN

Penggunaan pestisida tidak dapat dihindarkan dalam mengendalikan hama. Pestisida digunakan berkali-kali selama waktu pertumbuhan dan kadang tetap digunakan pada saat menjelang panen untuk meningkatkan hasil panen dan meningkatkan kualitas (Randhawa, *et al.*, 2006). Berdasarkan sifat fisiko-kimianya, pestisida dibagi menjadi dua yaitu: pestisida yang boleh didaftarkan, dan pestisida yang dilarang. Contoh pestisida yang dilarang adalah golongan organoklorin (Kementerian Pertanian, 2011). Golongan organoklorin berbahaya karena dapat terakumulasi di dalam tubuh (Nollet & Rathore, 2010). Golongan piretroid merupakan salah satu golongan pestisida yang boleh didaftarkan karena tidak mempunyai efek karsinogenik, teratogenik atau mutagenik. Deltametrin merupakan

pestisida golongan piretroid (Nollet & Rathore, 2010).

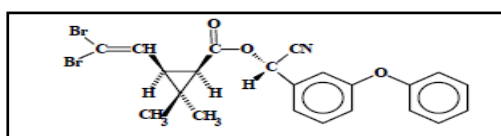
Deltametrin adalah jenis insektisida yang sering digunakan oleh petani untuk mengendalikan hama pada tanaman kubis-kubisan (Dono *et al.*, 2010), Kubis merupakan jenis sayuran unggulan yang banyak ditanam oleh petani sayuran di Indonesia. Kubis yang dimaksud disini adalah kubis (*Brassica oleracea* var. *capitata*) yang bentuknya seperti kepala (Rubatzky & Yamaguchi, 1998) (gambar 1). Oleh sebab itu adanya deltametrin dalam kubis yang ditanam oleh petani sayuran di Indonesia perlu diteliti.



Gambar 1. Kubis (*Brassica oleracea* var. *capitata*)

ADI (*acceptable daily intakes*) untuk deltametrin adalah 0.01 mg/Kg berat badan. Sedangkan batas maksimal residu MRL (*maximum residue limits*) deltametrin dalam tanaman kubis adalah 0.2 mg/Kg. Deltametrin diabsorpsi lebih cepat melalui rute oral dibanding melalui penetrasi kulit. Keracunan deltametrin ditandai dengan terjadinya vertigo dan mati rasa, gatal, dan rasa terbakar pada kulit (FAO/WHO, 2009).

. Struktur kimia deltametrin terdiri dari dua cincin benzene (gambar 2) yang mengakibatkan senyawa ini memiliki sifat nonpolar sehingga larut pada pelarut yang nonpolar seperti benzena, toluena, dan sikloheksana (FAO/WHO, 2009).



Gambar 2. Struktur Kimia Deltametrin

Sifat fisiko kimia deltametrin dan jenis matriks sampel mempengaruhi pemilihan metode ekstraksi dan analisa deltametrin. Analisis deltametrin dalam sayur dapat dilakukan dengan metode GC (*gas chromatography*) menggunakan berbagai macam detektor seperti ECD, FPD, MS, maupun ionisasi nyala. Detektor ionisasi nyala kurang selektif karena responnya didasarkan atas perubahan tahanan arus listrik karena adanya jumlah atom karbon yang melewatinya. Pada detektor ECD yang dapat terdeteksi adalah molekul yang bersifat elektronegatif seperti pestisida yang mengandung halogen. (Mulja & Suharman, 1995). Penelitian sebelum ini, analisis deltametrin di dalam sawi dilakukan setelah preparasi sampel untuk memisahkan deltametrin dari matrik dengan ekstraksi menggunakan SPE (*solid-phase extraction cleanup*) SAX/NH₂ dengan pelarut aseton dan metilen klorida. Setelah proses ekstraksi, ekstrak dianalisis menggunakan GC dengan detektor ECD dan didapatkan nilai rekovery 93.0% (Kuet & Seng, 2003). Pada hasil penelitian lain menentukan deltametrin di dalam gandum menggunakan metode standar AOAC, proses ekstraksi dilakukan dengan SPE (*solid-phase extraction cleanup*) florisil menggunakan pelarut aseton, heksana, asetonitril, dan eluen campuran etil eter dalam heksana. Setelah proses ekstraksi, ekstrak yang diperoleh dianalisis

menggunakan GC dengan detektor ECD dan didapatkan nilai rekovery 99.4% (Horwitz, 2000). Pada penelitian *Olea europaea* menggunakan metode ekstraksi *matrix solid-phase dispersion* (MSPD) dengan eluen asetonitril, kemudian di analisis menggunakan *gas chromatograph-mass spectrometry* (GC-MS), didapatkan nilai rekovery 100.1% (Ferrer, et al., 2005)

Penelitian di atas menunjukkan bahwa, perbedaan sampel, cara ekstraksi, dan pelarut pengekstraksi yang digunakan akan menentukan nilai rekovery yang didapatkan. Penelitian ini bertujuan men dapatkan proses ekstraksi yang optimal untuk deltametrin di dalam matrik kubis sebelum dianalisis menggunakan GC dengan detektor *ionisasi nyala* (FID).

METODE PENELITIAN

Instrumen Penelitian

GC Agilent 6890 series plus-G 1530 N (*capillary* 30,0 m x 320 μ m x 0,25 μ m) HP-5TM 5% *phenyl* 95% *methyl siloxane*, model no Agilent 19091J-413, detektor ionisasi nyala (FID) dengan gas pembawa helium, GC Agilent Technologies 6890 N (*capillary* 30,0 m x 0,32 mm x 0,25 μ m) Agilent 19091J-413 HP-5, MSD (*Mass Selective Detector*); *Autosampler Injector* Agilent Technologies 7683 Series G2613A dengan gas pembawa Helium.

Alat Penelitian

Corong Büchner, Neraca analitik AR2140 Ohaus, Neraca Micro LM-20 Shimadzu, *Mycroliter Syringes* Hamilton 701 N, Seperangkat alat *rotary evaporation* Heidolph Laborota 4000, Homogenizer (*blender*), Ultrasonik Brandson 3510, Corong pisah

Bahan Penelitian

Standar pestisida deltametrin (99,8%) dan Na₂SO₄ anhidrat (99,0%) dari Riedl-de Haën. Asetonitril (99,9%), aseton (99,75%), *n*-Heksana (99,0%), dan NaCl (99,5%) dari E-Merck. Kertas saring Whatman® 40. Air suling.

Sampel Penelitian

Kubis (*Brassica oleracea* var. *capitata*) hasil pertanian dari desa Junggo, Batu, Malang yang tidak disemprot pestisida. Kubis yang digunakan sebagai sampel adalah bagian yang biasa dimakan (mulai daun buah ke 8 kubis)

Kondisi kerja instrumen

Digunakan kondisi kerja GC sesuai prosedur AOAC yang telah disesuaikan yaitu suhu *injector* 280°C. Aliran gas pembawa 29 cm/detik. Gas *make up* 30 mL/min. Kondisi oven yang digunakan 50°C ditahan selama satu menit, kemudian dinaikkan sampai suhu 205°C dengan kecepatan 30°C/min, dinaikkan lagi sampai suhu 240°C dengan kecepatan 1°C/min dan ditahan selama 10 menit.

Penentuan susut pengeringan

Sampel dipotong-potong diameter 0.5 cm. Sampel dicuci dengan air suling. Kemudian ditiriskan di atas penyaring. Ditimbang seksama 10 g sampel basah dalam wadah yang telah ditara untuk penentuan susut bobot pengeringan. Dikeringkan pada suhu 105°C selama 5 jam, dan timbang. Lanjutkan pengeringan dan timbang pada jarak 1 jam sampai perbedaan antara dua penimbangan berturut-turut tidak lebih dari 0.25%. Proses ini dilakukan replikasi sebanyak tiga kali (Departemen Kesehatan Republik Indonesia, 1995).

Ekstraksi dengan Pelarut *n*-Heksana-Aseton dan Asetonitril (Horwitz, 2000)

Sampel dipotong-potong diameter 0.5 cm. Sampel dicuci dengan air suling. Kemudian ditiriskan diatas penyaring. Ditimbang 50,0 g sampel yang sudah ditiriskan pada tahap persiapan sampel. Sampel ditambah 20 mL air, dihomogenkan dengan blender selama 5 menit. Sampel halus yang diperoleh dipindah kuantitatif ke Erlenmeyer ditambah dengan 120 mL aseton, digetarkan dalam bejana ultrasonik selama 5 menit. Sampel dipindahkan secara kuantitatif ke dalam corong Buchner 12 cm yang sudah dilapisi kertas saring, dan filtrat ditampung dalam labu hisap 500 mL. Filtrat dipindahkan kuantitatif ke corong pisah 500 mL. Setelah dimasukkan 60 mL heksana ke dalam corong pisah, campuran ini dikocok kuat selama 5 menit. Ditambah 200 mL 4 % (b/v) larutan NaCl dalam air dan dikocok kuat 30 detik. Fase air dibuang, fase heksana dipindah kuantitatif melalui corong gelas yang dilengkapi 15 g Na₂SO₄ ke dalam 250 mL labu alas bulat. Filtrat dikeringkan dengan rotavapor 40 °C. Dilarutkan residu yang diperoleh dalam 10 mL heksana dan dipindah ke 125 mL corong pisah. Setelah campuran ditambah 30 mL asetonitril jenuh heksana, lalu

dikocok kuat selama 5 menit. Fase asetonitril dipindah ke 250 mL labu alas bulat. Ditambahkan 30 mL asetonitril jenuh heksana pada fase heksana di corong pisah, setelah dikocok 5 menit dan fase asetonitril dipindah ke dalam labu alas bulat 250 mL. Proses diatas diulangi dengan menambah 30 mL asetonitril. Ekstrak yang diperoleh, dikeringkan dengan rotavapor 60 °C. Residu dilarutkan dalam heksana sampai 10.0 mL di labu ukur. Kemudian filtrat disuntikkan ke dalam GC sebanyak 1µL.

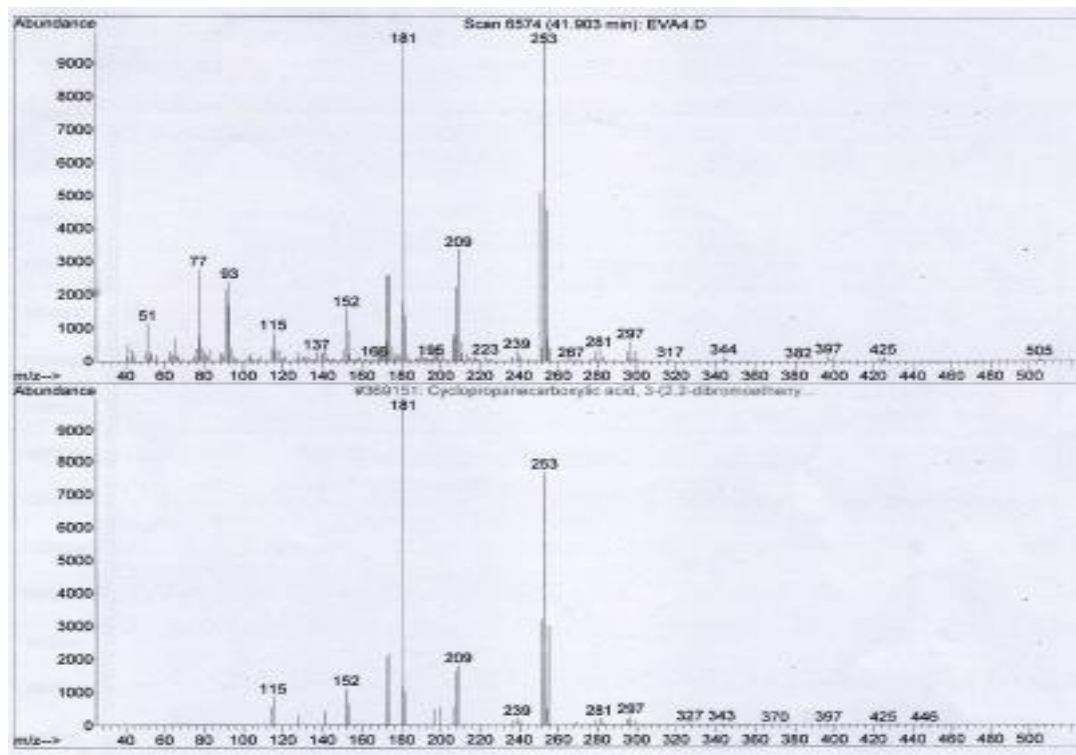
Ekstraksi dengan Pelarut *n*-Heksana (Modifikasi Horwitz, 2000)

Sampel dipotong-potong diameter 0.5 cm. Sampel dicuci dengan air suling. Kemudian ditiriskan diatas penyaring. Ditimbang 50,0 g sampel yang sudah ditiriskan pada tahap persiapan sampel. Sampel ditambah 20 mL air dihomogenkan dengan blender selama 5 menit. Sampel halus yang diperoleh ditambah dengan 120 mL aseton, digetarkan dalam bejana ultrasonik selama 5 menit. Sampel dipindahkan secara kuantitatif ke dalam corong Buchner 12 cm yang sudah dilapisi kertas saring, dan filtrat ditampung dalam labu hisap 500 mL. Filtrat dipindahkan kuantitatif ke corong pisah 500 mL. Setelah dimasukkan 60 mL heksana kedalam corong pisah, campuran ini dikocok kuat selama 5 menit. Ditambah 200 mL 4 % (b/v) larutan NaCl dalam air dan dikocok kuat 30 detik. Fase air dibuang, fase heksana dipindah kuantitatif melalui corong gelas yang dilengkapi 15 g Na₂SO₄ ke dalam 250 mL labu alas bulat. Filtrat dikeringkan dengan rotavapor 40 °C. Residu dilarutkan dalam heksana sampai 10 mL di labu ukur. Kemudian filtrat disuntikkan ke dalam GC sebanyak 1µL.

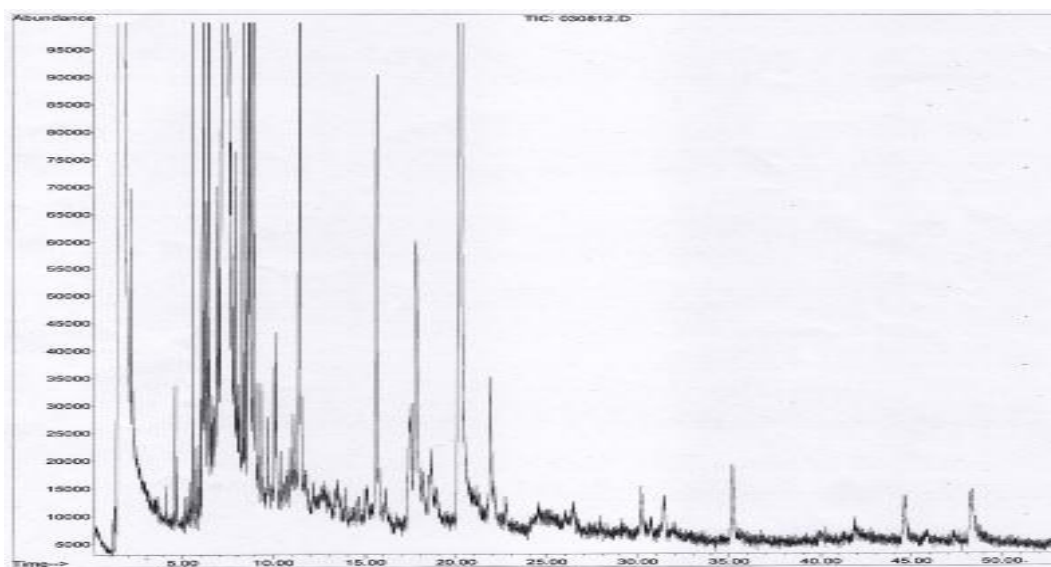
HASIL DAN PEMBAHASAN

Waktu tambat (*t_R*) deltametrin yang didapatkan (dengan kondisi GC standar AOAC, tanpa dilakukan kromatografi kolom) adalah 46,29 menit. Menurut pustaka bila menggunakan prosedur standar AOAC, setelah menggunakan kromatografi kolom untuk memisahkan lebih dari satu pestisida, akan diperoleh *t_R* deltametrin 40,591 menit (Horwitz, 2000). Oleh karena itu dilakukan analisis kualitatif menggunakan GC-MS, terbukti puncak tersebut (*t_R* = 46,29 menit) memiliki kemiripan 91% dengan fragmen deltametrin menurut *library* (gambar 3).

Perbedaan waktu tambat deltametrin antara literatur dengan penelitian ini dapat disebabkan karena kondisi kolom yang digunakan berbeda, seperti umur kolom atau panjang kolom yang digunakan atau karena suhu oven tidak terkalibrasi.



Gambar 3. Fragmentasi deltametrin



Gambar 4. Kromatogram sampel kubis

Uji selektifitas, bila ekstraksi sampel menggunakan prosedur pertama, menunjukkan adanya residu deltametrin dalam sampel kubis pada t_R 46,290 menit, sehingga dalam perhitungan prosen rekoveri dilakukan koreksi sesuai jumlah residu deltametrin yang terdapat dalam sampel tersebut (metode adisi standar). Hasil uji kualitatif terhadap puncak pada t_R 46,290 menit tersebut menggunakan GC-MS dengan program AMDIS Chromatogram (gambar 4), menunjukkan bahwa puncak tersebut terdapat m/z 181 dan 253, yang membuktikan bahwa puncak tersebut mengandung senyawa deltametrin. Residu deltametrin terdapat dalam sampel kubis dapat disebabkan oleh tanah yang tercemar deltametrin atau bisa disebabkan lingkungan sekitar yang tercemar deltametrin. Kondisi tanah yang digunakan untuk menanam sampel organik sebaiknya dikondisikan selama 20 tahun tanpa pemupukan (Aslam *et al*, 2009). Pada ekstraksi sampel dengan prosedur kedua, waktu tambat deltametrin adalah 46,303.

Perbedaan waktu tambat deltametrin tersebut tidak bermakna karena uji presisi sistem untuk waktu tambat mempunyai KV 0.01%, telah memasuki rentang presisi yang memenuhi syarat 2% (Yuwono dan Indrayanto, 2005). Variasi ini dapat terjadi karena pada penelitian ini tidak menggunakan internal standar dan dilakukan injeksi secara manual. Pada prosedur ekstraksi pertama resolusi yang didapatkan sebesar 4,86 dengan puncak sebelum analit dan 6,53 dengan puncak setelah analit, serta selektifitas yang didapatkan sebesar 1,07 dengan puncak sebelum analit dan 1,05 dengan puncak setelah analit.

Pada prosedur ekstraksi kedua resolusi yang didapatkan sebesar 5,70 dengan puncak sebelum analit dan 3,69, serta selektifitas yang didapatkan sebesar 1,04 dengan puncak sebelum analit dan 1,05 dengan puncak setelah analit. Perbedaan nilai resolusi dan selektifitas disini dapat dikarenakan pelarut yang digunakan berbeda, sehingga senyawa dari matriks kubis yang terekstraksi dapat berbeda tiap prosedur. Berdasarkan hasil tersebut, berarti prosedur ini selektif untuk analisis deltametrin sesuai persyaratan untuk selektifitas yaitu $\alpha > 1$ (Harris, 2007) dan R_s 1,5-2,0 (Yuwono dan Indrayanto, 2005). Maka baik prosedur ekstraksi pertama maupun prosedur kedua telah

memenuhi persyaratan selektifitas yang ditentukan.

Penentuan batas deteksi dan batas kuantitasi dilakukan berdasar pengukuran standar deviasi respon kemiringan (*slope*) dari kurva kalibrasi yang terdiri dari lima kadar rendah pada daerah batas deteksi dan batas kuantitasi. Sebagai standar deviasi respon adalah standar deviasi residual. Pada penelitian ini diperoleh nilai batas deteksi sebesar 2,189 ppm dan batas kuantitasi sebesar 6,634 ppm. Berdasarkan hasil tersebut, maka analisis akan memberikan hasil dengan ketelitian yang dapat diterima jika kadar analit lebih besar atau sama dengan 6,634 ppm (kadar akhir). Dibandingkan dengan nilai MRL yang ditentukan Kementerian Pertanian yaitu sebesar 0,2 ppm (b/b) maka kadar akhir dari 6,634 ppm tersebut ekuivalen dengan 1,327 ppm (b/b) jika sampel diproses dengan prosedur ini. Oleh karena itu jika akan digunakan untuk uji batas, prosedur ini perlu dilakukan beberapa modifikasi preparasi misalnya dengan pemekatan hasil ekstraksi, berat sampel kubis diperbanyak, atau dengan metode teknik injeksi *splitless* agar kadar akhir deltametrin yang dianalisis bisa lebih dari atau mencapai batas kuantitasi ini. Dibandingkan literatur (menggunakan detektor ECD) yang dapat mencapai batas kuantitasi sebesar 0,009 ppm (b/b) (Albadri *et al*, 2012) atau 0,050 ppm (b/b) bila menggunakan detektor MS (Frenich *et al*, 2005) metode yang diteliti ini memang kurang peka. Tetapi metode ini dapat dipilih untuk laboratorium yang belum memiliki GC- ECD atau GC-MS

Dari uji linearitas diperoleh koefisien korelasi (r) 0,9996 dengan persamaan regresi yaitu: $y = 8,445x - 14,418$. Koefisien variasi fungsi (V_{x_0}) yang diperoleh sebesar 2,11%. Berdasarkan hasil tersebut, dapat disimpulkan bahwa deviasi pembacaan area puncak memiliki variasi kesalahan yang kecil (persyaratan untuk analisis kuantitatif yaitu $V_{x_0} \leq 5\%$ Yuwono and Indrayanto, 2005). Dengan nilai r^2 0.999 pada $p < 0,05$.

Pada prosedur ekstraksi pertama didapatkan prosen rekoveri rata-rata 60,97% dengan rentang 43,43-71,72% dan presisi metode dengan (KV) sebesar 13,35%. Pada prosedur ekstraksi kedua didapatkan prosen rekoveri rata-rata 87,30% dengan rentang 76,19-92,01% dan presisi metode dengan (KV) sebesar

6,61%. Dari hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa prosedur kedua memenuhi rentang persyaratan rekovery 80-110% maupun presisi KV $\leq 7,3\%$ (Yuwono dan Indrayanto, 2005). Dari uji t dua sampel bebas, dapat disimpulkan bahwa nilai rata-rata rekovery dari kedua prosedur ekstraksi yang diteliti tersebut perbedaannya bermakna.

Pada prosedur ekstraksi pertama dan prosedur ekstraksi kedua dilakukan ekstraksi cair-cair sehingga deltametrin akan berpartisi ke bagian pelarut yang lebih non-polar (n-heksana). Senyawa yang non-polar akan lebih larut pada pelarut yang non-polar (*like dissolves like*), sehingga deltametrin dapat dipisahkan dari matrik kubis yang lebih bersifat polar. Proses pengocokan diperlukan untuk memaksimalkan kontak antara dua fase pelarut dan transfer massa, sehingga memungkinkan partisi yang efisien. Hal ini diperlukan untuk secara berkala memberikan tekanan berlebih yang dihasilkan selama pengocokan. (Dean, 1998). Untuk pelarut fase air digunakan aseton yang campur dengan air dan bersifat semi-polar sehingga matrik yang polar dapat dipisahkan. aseton digunakan untuk menembus membran sel pada tanaman secara difusi (Brown, 1996), sehingga deltametrin yang terdapat di dalam sel dapat terekstraksi. Setelah berpartisi, kemudian digunakan larutan NaCl 4% dalam air agar terjadi *salting out* pada fase air (Furniss *et al*, 1989). Pada prosedur pertama kemudian dilakukan ekstraksi lagi menggunakan pelarut asetonitril untuk memisahkan deltametrin dengan matrik yang lebih bersifat non-polar. Deltametrin akan berpartisi ke pelarut asetonitril secara bertahap, sehingga diperlukan tiga kali tahap ekstraksi agar didapatkan analit yang optimal.

Dari perbandingan antara dua prosedur ekstraksi di atas, prosedur ekstraksi kedua lebih baik dibanding prosedur pertama karena pada prosedur kedua didapatkan prosen rekovery yang lebih baik dengan koefisien variasi yang lebih kecil. Ini dikarenakan pada cara kerja pertama proses preparasi sampel yang dilakukan terlalu panjang sehingga memungkinkan analit yang tertinggal di alat maupun di pelarut lebih banyak.

KESIMPULAN

Dari hasil penelitian ini dapat disimpulkan bahwa prosedur preparasi sampel untuk analisis deltametrin dalam kubis yang menghasilkan rata-rata rekovery tinggi adalah menggunakan pelarut pengestraksi *n*-heksana:aseton yaitu 87,30% dengan rentang 76,19-92,01% dan presisi metode (KV) sebesar 6,61%.

Ucapan Terima Kasih

Terima kasih kepada Fakultas Farmasi Universitas Airlangga yang telah mendanai penelitian ini melalui project grant fakultas farmasi universitas airlangga analisis pestisida pada sayuran dengan metode kromatografi gas no:1121/H.3.1.5/KD/2012 dengan pimpinan Dr Riesta Primaharinastiti, S.Si., M.Si., Apt. dan terima kasih juga kepada Eva Puspita Vani dan tim yang telah bekerja sama dalam penelitian ini

DAFTAR PUSTAKA

- Albadri, A. E. A. E., Elbashir, A. A., Ahmed, H. E., Mihaina, I. A. M., Aboul-Enein, H. Y. (2012). A gas chromatographic method with electron-capture detector (GC-ECD) for simultaneous determination of fenpropathrin, l-cyhalothrin, and deltamethrin residues in tomato and its applications to kinetic studies after field treatment. **Food Anal Methods** DOI 10.1007/s12161-012-9382-x
- Aslam, T., Deurer, M., Müller, K., Clothier, B.E., Rahman, A., Northcott, G., Ghani, A. (2009). Does an increase in soil organic carbon improve the filtering capacity of aggregated soils for organic pesticides? — A case study. **Elsevier** (152), 187-193
- Brown, S. Bernard., (1996). **Biological Membranes**. London: The Biochemical Society, hal 13
- Dean, J. R. (1998). **Extraction Methods for Environmental Analysis**. Chichester: John Wiley & Sons Ltd, hal 15-27
- Dono, D., Ismayana, S., Idar, Prijono, D., dan Muslikha, I. (2010). Status dan mekanisme resistensi biokimia *Crociodolomia pavonana* (F.) (Lepidoptera: crambidae) terhadap insektisida organofosfat serta kepekaannya terhadap insektisida botani ekstrak biji *Barringtonia*

- asiatica*. **J. Entomol. Indon.** Vol. 7, No. 1, 9-27
- FAO/WHO. (2009) .**Food and Agricultural Organization of the United Nations/World Health Organization**. Retrieved September 26, 2011, from <http://www.codexalimentarius.net/mrls>
- Ferrer, C., Gomez, M. J., Garcia-Reyes, J. F., Ferrer, I., Thurman, M., and Fernandez-Alba, A. R. (2005). Determination of pesticide residues in olives and olive oil by matrix solid-phase dispersion followed by gas chromatography/mass spectrometry and liquid chromatography/tandem mass spectrometry. **Elsevier B.V.** (1069), 183-194.
- Frenich, A. G., Salvador, I. M., Vidal. J. L. M., López-López, T. (2005). Determination of multiclass pesticides in food commodities by pressurized liquid extraction using GC–MS/MS and LC–MS/MS. **Anal Bioanal Chem** 383:1106-1118
- Furniss, B. S., Hannaford, A. J., Smith, P. W. G., and Tatchell, A. R. (1989). **Vogel's : Textbook of Practical Organic Chemistry** (5th). New York: John & Sony, Inc. 158-159
- Harris, C. D. (2007). **Quantitative Chemical Analysis** (7 ed.). New York: W. H. Freeman and Company, ch(23-3), hal 509
- Horwitz, W. (2000). **Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists** (17 ed.). (W.Horwitz, Ed.) Maryland: AOAC International, ch (10), hal 65-67
- Kementrian Pertanian. (2011). **Pedoman Pembinaan Penggunaan Pestisida**. Kementrian Pertanian, hal 8-10
- 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** (11), 107-117.
- Mulja, M., dan Suharman. (1995). **Analisis Instrumental**. Surabaya: Airlangga University Press, hal 139-203
- Nollet, L. M., dan Rathore, H. (2010). **Handbook of pesticides : methods of pesticide residues analysis**. Boca Raton: CRC Press, pp 9-31
- Randhawa, A., Anjum, F., Randhawa, M., A.Ahmed, U.Farooq, M.Abrar, et al. (2006). Dissipation of deltamethrin on supervised vegetables and removal of its residue by household processing. **J. Chem. Soc. Pak.** (30), 227-231.
- Rubatzky, V. E., dan Yamaguchi, M. (1998). **Sayuran Dunia 2 Prinsip Produksi dan Gizi** (Vol. II). Bandung: ITB, hal 113-114
- Yuwono, M., dan Indrayanto, G., 2005. Validation of Chromatographic Methods of Analysis. **Profiles of Drug Substances, Exipients, and Related Methodology**. Vol. 32 p. 243 - 259