PERUBAHAN SIFAT FISIKO KIMIA FORMULASI PESTISIDA BENTUK EMULSIFIABLE CONCENTRATE (EC) DALAM PENYIMPANAN

Oleh
Dra. Nani Satiti *)

Abstract

The formulation stability during storage is an important factor in emulsifiable concentrate (EC) form of pesticide formulation. This stability including of emulsion stability and other chemical and physical characteristies of the formulation. So pesticide formulation chemical examination is necessary carried out for quality and safety guarantee during storage and transportation.

The examination carried out on three sort of EC pesticide formulation sample that is :

x formulation with active ingredient Diazinon = 600 g/l.
y formulation with active ingredient BPMC = 500 g/l.
z formulation with active ingredient Diazinon + MIPC = 200 + 100 g/l.

Those sample are store in time variation of 0,1,2, month in room temperature and followed by laboratory examination for emulsive stability, foam formulation, acidity, flash point and active ingredient.

I. PENDAHULUAN

Pestisida pada umumnya digunakan dalam bentuk formulasi. Jadi formulasi pestisida merupakan suatu teknik pencampuran antara bahan aktif, bahan penolong dan zat-zat penambah (additive) lainnya untuk mendapatkan suatu komposisi yang sesuai dalam penggunaan, efektif, stabil dalam penyimpanan, bebas dari efek samping yang tidak diinginkan serta ekonomis.

Sifat-sifat yang diharapkan dari suatu formulasi pestisida bentuk emulsifiable concentrate (EC) yaitu menyangkut kestabilan emulsi, sifat kimia dan fisika formulasi. Pemeriksaan sifat fisiko kimia ini bertujuan untuk menjamin kualitas, keamanan dalam pengangkutan dan penyimpanan. Dengan demikian kemungkinan adanya degradasi mutu, pemalsuan, juga stabilitas/ketahanan dari formulasi selama pengangkutan dan penyimpanan dapat di ketahui.

II. FORMULASI EMULSIFIABLE CONCENTRATE (EC)

Formulasi EC adalah formulasi homogen dan cair yang dipakai sebagai emulsi sesudah di larutkan dalam air. (Willdgrube W. Barth P, Grosshoff W, Reinhardt P). Secara umum formulasi EC mempunyai komposisi:

40% – 60% bahan aktif
57% – 30% pelarut
3% – 10% emulsifier

Hal-hal yang perlu diperhatikan dalam formulasi EC antara lain:

Sifat-sifat formulasi EC, mekanisme pembentukan emulsi, kestabilan emulsi, kestabilan dalam penyimpanan dan proses formulasi.

*) Staf Balai Penelitian pupuk & Petro Kimia, Balai Besar Industri Kimia.

A. SIFAT-SIFAT FORMULASI EC

Sifat-sifat yang diharapkan, agar suatu formulasi EC dapat berguna dengan baik adalah sebagai berikut:

1. Bebas dari air.
2. Membentuk emulsi yang stabil untuk waktu tertentu, bila dilarutkan dalam air sadah dan beremulsi kembali secara mudah sesudah dibiarkan beberapa waktu.
3. Bebas dari busa yang stabil.
4. Mempunyai titik didih yang setinggi mungkin.
5. Tidak mengalami kristalisasi bila disimpan dalam keadaan dingin.
6. Cukup dapat larut, walau pada suhu – 10°C.
7. Persesuaian (cocok) antara bahan aktif, pelarut dan penolong.
8. Mempunyai aktifitas biologis tertentu, yaitu bila dipakai formulasi lain tapi dengan bahan yang sama, maka akan diperoleh tingkat aktifitas biologis yang berbeda.
9. Mempunyai sifat racun yang minimum.
10. Tidak mengakibatkan pencemaran lingkungan.
11. Tidak korosif.
12. Murah harganya.

B. MEKANISME PEMBENTUKAN EMULSI

Menurut Becher, emulsi adalah suatu sistem heterogen, terdiri dari dua cairan yang tidak tercampur satu sama lain, dimana terdapat fase terdispersi yang merupakan tetesan dengan garis tengah lebih dari 0,1 mikron dalam cairan lainnya, ditambahkan suatu zat permukaan untuk memperbaiki kestabilannya.

Menurut Parrot, emulsi adalah suatu sistem polifasa dari dua cairan yang tidak tercampur, salah satu cairan terdispersi dalam cairan lainnya dengan pertolongan emulgator, dengan garis tengah partikel terdispersi antara 0,2 sampai dengan 50 mikron.

Bila kedalam dua fasa, misalnya minyak dan air diberikan suatu emulsifier (emulgator), maka akan dihasilkan dua macam emulsi yang berbeda yaitu emulsi minyak dalam air dan emulsi air dalam minyak. Sifat kimia fisika dari emulsifier tersebut sangat menentukan tipe emulsi yang terbentuk.

Emulsifier merupakan zat organik yang dapat menurunkan tegangan permukaan pelarut yang cukup berarti. Penurunan tegangan permukaan ini akan memperkecil ketidak stabilan emulsi. Dengan penambahan emulsifier maka akan terjadi tegangan antar permukaan air/emulsifier dan minyak/emulsifier (γ air/emulsifier dan γ minyak/emulsifier). Tegangan antar permukaan yang lebih tinggi dari dua fase akan menentukan bentuk bola dari fase sehingga fase ini menjadi fase yang menyebar. Bila emulsifiernya lebih hidrophilik dari pada lipophilik maka γ air/emulsifier menjadi lebih rendah dari pada γ minyak/emulsifier. Hasilnya adalah

emulsi minyak dalam air. Tapi bila harga γ air/emulsifier lebih besar dari pada minyak/emulsifier, maka hasilnya adalah emulsi air dalam minyak. Jadi struktur molekul emulsifier (surfaktan) harus terdiri dari sebagian yang mengarah ke fase yang kedua dari sistem. Bila sistemnya adalah minyak dan air, maka satu bagian adalah yang larut dalam minyak dan yang lain adalah yang larut dalam air.

C. KESTABILAN EMULSI

Pembagian fasa terdispersi menjadi tetesan mengakibatkan pertambahan luas permukaan. Penambahan luas permukaan ini secara kesetimbangan energi mengakibatkan ketidak stabilan emulsi. Pertambahan luas antara permukaan memerlukan energi bebas antar permukaan yang lebih besar, sesuai dengan rumus:

$df = \gamma\, ds.$

df = energi bebas permukaan.

γ = tegangan permukaan.

ds = perubahan luas permukaan.

Untuk mendapatkan emulsi yang stabil df harus minimum. Oleh karena itu tegangan permukaan (γ) harus diperkecil dengan penambahan suatu emulsifier. Tegangan permukaan tidak dapat dihapus sama sekali. Gejala ketidak stabilan emulsi antara lain: berupa creaming, sedimentasi, inversi, dan demulsifikasi.

1. Creaming dan sedimentasi

Pemisahan emulsi menyebabkan adanya bagian-bagian yang Pekat dari fase terdispersi dan yang kurang pekat. Fase yang pekat akan tenggelam ke dasar (sedimentasi) dan yang lain akan memisah ke atas (Creaming).

Menurut Stokes, tingkat sedimentasi dari satuan partikel yang berbentuk bola dalam cairan yang kental diberikan dalam persamaan:

$$\mu = \frac{2.g.r^2\,(d_1 - d_2)}{g.\eta.}$$

dimana : μ = tingkat sedimentasi

g = grafitasi

d_1 = kerapatan cairan terdispersi

d_2 = kerapatan cairan pendispersi

η = viskositas cairan

r = jari-jari pertikel terdispersi

Dari persamaan di atas dapat terlihat jelas bahwa tingkat sedimentasi ditentukan nilai-nilai kerapatan, viskositas dan jari-jari partikel.

2. **Inversi**

Inversi adalah peristiwa dimana emulsi berubah dengan tiba-tiba. Misalnya tipe M/A berubah menjadi emulsi tipe A/M atau sebaliknya. Hal ini terjadi bila minyaknya/airnya lebih banyak sehingga yang menjadi fasa luar adalah volume zat cair yang terbanyak.

3. **Demulsifikasi**

Demulsifikasi adalah bentuk dari pecahnya emulsi yang lengkap (breaking). Demulsifikasi sering kali kelanjutan dari proses creaming atau inversi. Pada proses demulsifikasi bila dikocok sistem fase dapat kembali seperti semula. Peristiwanya terdiri dari 2 tingkat yaitu flokulasi dan koalisi. Pada flokulasi tetesan-tetesan itu belum seluruhnya berubah menjadi bentuk lain. Kalau dikocok sistem akan kembali seperti semula. Pada tingkat koalisi (persenyawaan) tiap partikel bersama-sama membentuk suatu partikel yang lebih besar dan akhirnya akan terjadi pemisahan menjadi dua fase.

D. KESTABILAN DALAM PENYIMPANAN

Kestabilan selama penyimpanan suatu formulasi pestisida sangat penting. Hal ini disebabkan umumnya sebagian besar formulasi pestisida melewati periode waktu yang cukup lama dari mulai produksi, transportasi sampai aplikasinya. Di samping itu formulasi pestisida tersebut juga harus disimpan karena tidak habis terpakai dalam satu musim atau bila serangan hama tidak terjadi dalam waktu yang sudah diperkirakan.

Berdasarkan peraturan Internasional, stabilitas penyimpanan tidak boleh kurang dari 2 tahun. Selama penyimpanan tidak boleh terjadi perubahan fisiko kimia. Jika terjadi perubahan mungkin dapat mengurangi efektifitas "Biocidal" atau juga perubahan sifat emulsi. Kerusakan formulasi pestisida biasanya sudah cukup ditunjukkan dengan pengamatan secara fisik dengan adanya kekeruhan, terbentuknya padatan atau endapan.

Penyebab rusaknya formulasi EC sangat kompleks. Faktor-faktor penting dari luar yang mempengaruhi antara lain adalah suhu, waktu penyimpanan, kelembaban, oksidasi dan wadah. Sedangkan pengaruh dari dalam antara lain, bahan pelarut, emulsifier, keasaman, kandungan air, bahan aktif dan bahan-bahan tambahan lain yang dipakai dalam pembuatan formulasi EC, misalnya anti busa, stabilizer, sticker dan protective calloids.

Biasanya pelepasan asam (asam klorida), merupakan penyebab utama ketidak stabilan formulasi EC. Asam yang dibebaskan tersebut selanjutnya akan mempercepat degradasi emulsifier atau wadahnya. Umur penyimpanan dapat diperpanjang dengan pemakaian stabilizer, misalnya epiklorohidrin.

Frincle dan Krauss membuktikan terjadinya perusakan sifat-sifat pengemulsian dengan mengambil contoh dari suatu formulasi EC dengan bahan aktif DDT dan komponen-komponen tertentu dari Ca ABS (Kalsium Alkil Benzene Sulfonat) dan Alkil Fenoksi Poliglikol Eter. Formulasi ini bila disimpan dan terhangatkan sering menunjukkan kecenderungan cepat rusaknya sifat emulsi (emulsifiabilitas) dan stabilitas emulsi. Hal ini dapat dianggap bahwa satu dari dua komponen surfaktan itu yang mengakibatkan keadaan tersebut. Formulasi EC tersebut terdiri dari surfaktan 2,4% Ca alkil benzene sulfonat dan 1,6% (alkil fenoksi poliglikol eter) dan 25% DDT sebagai bahan aktif, serta xylene sebagai pelarut. Larutan yang dibuat dengan satu surfaktan disimpan 2 bulan pada suhu kamar kemudian ditambahkan surfaktan seperti terlihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Pengaruh pemakaian emulsifier terhadap kestabilan formulasi EC yang mengandung bahan aktif 25% DDT, setelah disimpan 2 bulan pada suhu kamar.

Komposisi	larutan A (% berat)	larutan B (% berat)
DDT	25	25
Xylene	71	71
Alkil fenoksi gliko leter	1,6	–
Ca-akil benzene sulfonat	–	2,4
Penambahan setelah disimpan dua bulan	2,4	1,6
Sifat emulsi	Creaming (keruh)	Emulsi homogen
Rusak karena penyimpanan	ya	tidak

Sumber : Formulation of Pesticides in Developing Countries, UNIDO, Vienna, 1983.

Dapat dilihat pada Tabel 1, bahwa larutan A membentuk emulsi yang tidak stabil pada penyimpanan yaitu terjadi creaming dan emulsi rusak. Sedangkan larutan B yang dibuat dengan ca-ABS mempunyai emulsi yang baik setelah penyimpanan. Percobaan larutan A dan larutan B memperlihatkan secara jelas kerusakan komponen emulsifier alkil fenoksi poliglikol eter karena pengaruh penyimpanan. Mekanisme terjadinya perubahan tersebut tidak diketahui, tetapi kemungkinan timbul suatu bahan asam yang menempel pada alkil aksonium. Tidak ditemukan ion-ion klorin. Sifat-sifat penyimpanan bertambah baik dengan menambahkan basa organik sedikit ke dalam produk.

Untuk bahan organofosfat hubungan kimia antara bahan tambahan dan perubahan sifat-sifat formulasi EC sangat penting. Hampir semua bahan organofosfat mempunyai sifat tidak stabil. Hal ini sebenarnya merupakan efek positif pada periode antara pemakaian terakhir dari masa panen, tetapi mempunyai sifat negatif dalam stabilitas penyimpanan dari produk.

Hubungan kestabilan formulasi EC dengan pemakaian emulsifier dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Pengaruh pemakaian emulsifier terhadap kestabilan formulasi EC yang mengandung 50% DDVP, setelah di simpan 11 bulan pada suhu kamar.

Emulsifier	Epichlorohydrin	Kenaikan jumlah asam
Dispergator BO 9%	–	45,3
Mg – ABS 1%	0,5%	15,6
Dispergator BO 8,5%	–	53,6
Na – ABS 1,5%	0,5%	23,2
Dispergator BO 8%	–	45,2
TM – ABS 2%	0,5%	13,1
Dispergator BO 8%	–	15,9
	1,0%	4,4

Sumber : Formulation of Pesticides in Developing Countries, UNIDO, Vienna, 1983.

Dispergator BO = alkil fenoksi poliglikol eter
ABS = alkil benzene sulfonat
TM = trietanolamin

DDVP mempunyai sifat dapat terurai dengan adanya asam, oleh karena itu degradasi bahan aktif dapat ditunjukkan dengan penentuan jumlah asam. Hal tersebut merupakan cara yang cepat dan mudah untuk dilakukan.

Tabel 2 kolom 3 menunjukkan peningkatan jumlah asam, sesudah penyimpanan 11 bulan pada suhu kamar. Dapat dilihat bahwa formulasi dengan emulsifier BO menunjukkan kenaikan jumlah asam yang lebih jelas dari pada formulasi dengan emulsifier ABS. Penambahan epichlorohydrin kemungkinan akan mengurangi kecepatan kenaikan harga asam. Tapi sampel yang disiapkan dengan emulsifier ABS menunjukkan indeks-indeks yang relatif lebih baik. Bila DDVP akan diformulasikan, maka lebih baik dipakai dengan emulsifier ABS yang cocok, dengan penambahan epichlorohydrin.

Tabel 3. Pengaruh pemakaian emulsifier terhadap kestabilan formulasi EC yang mengandung bahan aktif DDVP setelah disimpan 20 hari pada suhu 35°C

Surfaktan	Bahan aktif	Kenaikan jumlah asam
–	DDVP	4,4
Ca – ABS	DDVP	28,4
Nonil fenol–4–etoksi	DDVP	10,4
Nonil fenol–12–etoksi	DDVP	6,1
Nonil fenol–15–etoksi	DDVP	6,2
Nonil fenol–20–etoksi	DDVP	3,7

Sumber : Formulation of Pesticides in Developing Countries, UNIDO, Vienna, 1983.

Dari Tabel 3 dapat dilihat pengaruh dari ca-ABS adalah menurunnya kualitas dari senyawa selama dalam penyimpanan, sebaliknya nonil fenol etoksi, kurang agresif terhadap bahan organofosfat.

Peningkatan stabilitas komposisi dengan memperpanjang rantai Eto dari surfaktan seperti terlihat pada Tabel 3, masih membutuhkan penyelidikan lebih lanjut. Kemungkinan disebabkan adanya penurunan jumlah hidroksil per unit konsentrasi dari senyawa yang dipakai dengan rantai Eto lebih panjang.

Sampai saat ini masih secara spekulatif dianggap bahwa degradasi substansi-substansi tersebut secara alamiah berjalan lebih pasti di bawah pengaruh surfaktan.

III. BAHAN DAN METODA PERUBAHAN

Contoh formulasi EC diambil dari pasaran, terdiri dari 3 macam bahan aktif, yaitu:

- formulasi x yang mempunyai bahan aktif Diazinon : 600 g/l
- formulasi y yang mempunyai bahan aktif BPMC : 500 g/l
- formulasi z yang mempunyai bahan aktif Diazinon+MIPC : 200+100 g/l.

Contoh-contoh tersebut disimpan dengan variasi waktu 0 bulan, 1 bulan dan 2 bulan pada suhu kamar. Selanjutnya dilakukan pengujian laboratorium terhadap kestabilan emulsi, pembentukan busa, keasaman, titik nyala dan kadar bahan aktif.

A. PENGUJIAN KESTABILAN EMULSI

1. Prinsip

Pengamatan kestabilan emulsi dilakukan terhadap contoh yang dilarutkan dalam air baku D. Kestabilan emulsi dinyatakan oleh banyaknya minyak yang bebas atau krim yang terjadi setelah emulsi didiamkan selama 0,5 jam, 2 jam, 24 jam.

2. **Cara kerja**

- Isi gelas ukur 100 ml dengan 95 ml larutan air baku D.
- Tambahkan 5 ml contoh, kemudian gelas ukur ditutup. Balikan 180° sebanyak sepuluh kali, masukan gelas ukur ke dalam thermostat pada suhu 30 ± 1°C, selama 24 jam.
- Catat minyak bebas, krim yang terjadi pada bagian atas atau dasar gelas tersebut, setelah didiamkan selama 0,5 jam, 2 jam dan 24 jam.

B. PENGUJIAN PEMBENTUKAN BUSA

1. **Prinsip**

Pengamatan terbentuknya busa dilakukan terhadap contoh yang dilarutkan dalam larutan air baku D.

2. **Cara kerja**

- Isi gelas ukur 100 ml dengan 95 ml larutan air baku D.
- Tambahkan 5 ml contoh, kemudian gelas ukur ditutup dan bolak balik sebanyak 30 kali.
- Gelas ukur didirikan dan didiamkan sebentar, catat volume busa yang terbentuk.

C. PENGUJIAN KEASAMAN

1. **Prinsip**

Keasaman ditetapkan secara titrimeter, contoh dilarutkan dalam aceton, dititer dengan larutan Na OH dengan indikator merah metil.

2. **Cara kerja**

- Timbang teliti 10 gram, contoh dan larutkan dalam 25 ml aceton, tambahkan 75 ml air, lalu titar dengan larutan NaOH 0,02 N (a ml) dengan indikator merah metil. Buat larutan blanko (25 ml aceton + 75 ml air) lalu titrasi dengan NaOH 0,02 N (b ml).

3. **Perhitungan:**

- Keasaman, % b/b = $\frac{49{,}004 \times N \times (a-b)}{\text{Berat contoh}}$

dimana =

- N = Normalitas NaOH
- a = NaOH 0,02 N yang dipakai untuk menitar contoh, ml.
- b = NaOH 0,02 N yang dipakai untuk minitar blanko, ml.

49,004 = berat setara H_2SO_4

Keasaman di hitung sebagai H_2SO_4

D. PENGUJIAN TITIK NYALA

1. Prinsip

Pengamatan titik nyala contoh dilakukan pada saat timbulnya nyala sampai nyala segera mati.

2. Cara kerja

Masukkan contoh kedalam cawan flash point, panaskan dengan pemanasan yang stabil. Titik nyala dicatat pada suhu yang terendah pada saat timbul nyala yang kemudian segera akan mati kembali.

E. PENGUJIAN KADAR BAHAN AKTIF

1. Prinsip

Membandingkan puncak kromatogram dari larutan contoh dengan larutan standar.

2. Cara kerja

– Persiapan larutan bahan aktif murni

Timbang teliti 100 mg bahan aktif murni dalam botol timbang. Tambahkan 10 ml larutan standar internal, kocok hingga semua bahan aktif tersebut larut.

Larutan standar internal:

Timbang 0,8 g dimetil pitalat, masukkan kedalam labu ukur 1000 ml dan encerkan dengan metanol sampai tanda tera, simpan pada 4°C.

– Persiapan larutan contoh formulasi:
Timbang teliti 100 mg contoh dalam botol timbang dan selanjutnya dikerjakan seperti di atas.

– Injeksikan 2 ml dari setiap larutan di atas ke dalam HPLC, maka akan terjadi beberapa chromatogram. Tinggi puncak dari bahan aktif (Diazinon, BPMC, MIPC) dan dimetil pfthalat diukur.

– Perhitungan:

$$\text{Kadar bahan aktif} = \frac{R_1 \times W_1 \times P_1}{R_2 \times W_2}$$

R_1 = Tinggi puncak dari larutan contoh.
R_2 = Tinggi puncak dari larutan bahan aktif murni.
W_1 = Berat contoh (mg)
W_2 = Berat bahan aktif murni (mg)
P_1 = Kemurnian bahan aktif (%)

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. KESTABILAN EMULSI

Terbentuknya krim atau minyak bebas (ml), setelah emulsi didiamkan selama 0,5 jam, 2 jam, 24 jam dengan variasi waktunya penyimpanan contoh formulasi 0 bulan, 1 bulan, dan 2 bulan dapat dilihat pada Tabel 4.

Kestabilan emulsi berguna untuk mengevaluasi ketahanan stabilitas formulasi pestisida bentuk Emulsifiable Concentrate (EC). Dengan kestabilan yang tinggi, maka akan diperoleh dosis penyemprotan yang tepat, efisien dan efektif.

Batasan normal untuk stabilitas emulsi adalah: maksimal 4 ml untuk krim, dan minyak bebas = nol, setelah 2 jam ("Report" dari Expert Group Meeting on Quality Control of Pesticides yang diselenggarakan di Dhaka, Bangladesh 13 – 17 Mei 1984).

Tabel 4. Pengaruh penyimpanan terhadap kestabilan emulsi formulasi X, Y, Z.

Contoh Formulasi kode X, Y, Z	Bulan 0			Bulan I			Bulan II		
	0,5 jam	2 jam	24 jam	0,5 jam	2 jam	24 jam	0,5 jam	2 jam	24 jam
X Krim	–	–	5	–	–	6	–	–	5
Minyak bebas	–	–	2	–	–	2	–	–	2
Y Krim	–	–	3	–	–	3	–	–	3
Minyak bebas	–	–	5	–	–	5	–	–	5
Z Krim	–	–	–	–	–	–	–	–	–
Minyak bebas	–	–	2	–	–	2,5	–	–	2

Tabel 5. Batasan normal untuk kestabilan emulsi menurut CIPAC.

Waktu	Batas Stabilitas
0 jam	Pengemulsian awal : sempurna
0,5 jam	Krim max : 4 ml
2 jam	Krim max : 8 ml
	Minyak bebas max : 1 ml
24 jam	Pengemulsian kembali : sempurna
24,5 jam	Krim max : 12 ml
	Minyak bebas max : 1 ml

Pada Tabel 4 dapat dilihat bahwa stabilitas emulsi untuk formulasi X, Y, Z adalah baik untuk sampai waktu 2 jam, karena pembentukan krim dan minyak bebas adalah negatif. Setelah 24 jam ternyata formulasi X dan Y masih membentuk krim dan minyak bebas tetapi krim yang terbentuk masih di bawah standar (12 ml), sedangkan untuk minyak bebas sudah melebihi standar. Untuk formulasi Z pembentukan krim negatif, sedangkan minyak bebas melebihi standar.

Ketiga formulasi tersebut (X, Y, Z) masih stabil sampai waktu 2 jam. Dan setelah 24 jam ke tiga formulasi tersebut tidak stabil lagi karena terbentuknya minyak bebas yang melebihi batas normal (1 ml). Kondisi untuk variasi waktu penyimpanan (1 dan 2 bulan), tidak mengalami perbedaan nyata. Hal ini menyatakan bahwa formulasi tersebut masih stabil selama penyimpanan (1 bulan dan 2 bulan).

B. PEMBENTUKAN BUSA

Busa (ml) yang terbentuk setelah emulsi di kocok kemudian didiamkan selama 1 menit, 15 menit dan 60 menit dengan variasi waktu penyimpanan contoh formulasi selama 0 bulan, 1 bulan dan 2 bulan dapat di lihat pada Tabel 6.

Tabel 6. Pengaruh penyimpanan terhadap pembentukan busa pada formulasi X, Y, Z

Contoh formulasi	Bulan 0			Bulan I			Bulan II		
Kode ; X, Y, Z	1'	15'	60'	1'	15'	60'	1'	15'	60'
X	–	–	–	–	–	–	–	–	–
Y	5	4	3	5	4	2,5	5	4	3
Z	12	11	5	11,5	11	4	12	11	5

Uji pembentukan busa dimaksudkan untuk mengetahui kemungkinan terjadinya busa yang berlebihan bila diisikan ke tangki semprotan. Batasan normal yang diperbolehkan adalah maximum 25 ml sesudah 1 menit, dan yang paling baik adalah sesedikit mungkin. Jika dilihat dari Tabel 6, formulasi X adalah paling baik karena pembentukan busa negatif, sedangkan untuk formulasi Y dan Z meskipun terbentuk busa tapi masih di bawah syarat yang tidak diperbolehkan. Uji pembentukan busa dengan variasi waktu penyimpanan (1 dan 2 bulan) memperlihatkan hasil yang relatif tidak berbeda dan ini dapat dinyatakan stabil.

C. KEASAMAN

Pada Tabel 7 dapat dilihat jumlah asam (kadar keasaman) yang dihitung setara dengan % H_2SO_4, setelah contoh formulasi di simpan selama 0 bulan, 1 bulan, 2 bulan.

Tabel 7. Pengaruh penyimpanan terhadap kadar asam yang dihitung sebagai H_2SO_4 (%) pada formulasi X, Y, Z.

Contoh formulasi	Bulan 0	Bulan I	Bulan II
X	0,63 %	0,65 %	0,64 %
Y	0,01 %	0,015%	0,01 %
Z	0,003%	0,003%	0,003%

Keasaman berpengaruh terhadap penguraian bahan aktif, kerusakan sifat-sifat fisik dan beberapa bahaya korosi. Dari Tabel 7 dapat dilihat bahwa kadar asam formulasi X relatif tinggi dan terhadap variasi waktu penyimpanan (1 dan 2 bulan) relatif stabil. Keadaan ini memungkinkan berpengaruh terhadap degradasi bahan aktif formulasi X tersebut. Untuk formulasi Y dan Z, keasamannya relatif rendah dan dapat dikatakan relatif stabil terhadap penyimpanan waktu 1 bulan dan 2 bulan.

D. TITIK NYALA

Tabel 8 menunjukkan titik nyala dari contoh formulasi yang dinyatakan dalam derajat Fahrenheit, setelah contoh di simpan dengan variasi waktu penyimpanan = 0 bulan, 1 bulan, dan 2 bulan.

Tabel 8. Pengaruh penyimpanan terhadap titik nyala pada formulasi X, Y, Z dalam derajad fahrenheit (°F)

Contoh Formulasi	Bulan 0	Bulan I	Bulan II
X	110°F	110°F	110°F
Y	117°F	115°F	110°F
Z	145°F	146°F	146°F

Titik nyala merupakan faktor penyebab timbulnya bahaya terbakar dan batasannya tergantung kepada peraturan Nasional atau Internasional. Secara umum yang paling baik adalah formulasi dengan titik nyala yang tinggi.

Dalam pemilihan pelarut untuk formulasi pestisida, maka salah satu kriteria yang diambil adalah titik nyala (flash point). Tinggi titik nyala untuk formulasi cair seharusnya minimal adalah 27°C. Untuk formulasi dengan titik nyala di bawah 27°C, harus dikemas dalam wadah dengan label peringatan. Bila pelarut mempunyai titik nyala lebih rendah lagi, maka tindakan pencegahan harus ditingkatkan untuk menghindari bahaya api selama formulasi dan pengepakan. Di Amerika cairan-cairan yang mudah terbakar ini diatur dalam United States Department of Transportation (USDT).

Pada Tabel 8 dapat dilihat bahwa ke tiga formulasi X, Y, Z mempunyai titik nyala yang relatif tinggi dan dalam kondisi penyimpanan dalam variasi waktu 0 bulan, 1 bulan, 2 bulan, memperlihatkan keadaan yang stabil.

E. KADAR BAHAN AKTIF

Tabel 9 menyatakan kadar bahan aktif (%), setelah contoh formulasi

Keasaman berpengaruh terhadap penguraian bahan aktif, kerusakan sifat-sifat fisik dan beberapa bahaya korosi. Dari Tabel 7 dapat dilihat bahwa kadar asam formulasi X relatif tinggi dan terhadap variasi waktu penyimpanan (1 dan 2 bulan) relatif stabil. Keadaan ini memungkinkan berpengaruh terhadap degradasi bahan aktif formulasi X tersebut. Untuk formulasi Y dan Z, keasamannya relatif rendah dan dapat dikatakan relatif stabil terhadap penyimpanan waktu 1 bulan dan 2 bulan.

D. TITIK NYALA

Tabel 8 menunjukkan titik nyala dari contoh formulasi yang dinyatakan dalam derajat Fahrenheit, setelah contoh di simpan dengan variasi waktu penyimpanan = 0 bulan, 1 bulan, dan 2 bulan.

Tabel 8. Pengaruh penyimpanan terhadap titik nyala pada formulasi X, Y, Z dalam derajad fahrenheit (°F)

Contoh Formulasi	Bulan 0	Bulan I	Bulan II
X	110°F	110°F	110°F
Y	117°F	115°F	110°F
Z	145°F	146°F	146°F

Titik nyala merupakan faktor penyebab timbulnya bahaya terbakar dan batasannya tergantung kepada peraturan Nasional atau Internasional. Secara umum yang paling baik adalah formulasi dengan titik nyala yang tinggi.

Dalam pemilihan pelarut untuk formulasi pestisida, maka salah satu kriteria yang diambil adalah titik nyala (flash point). Tinggi titik nyala untuk formulasi cair seharusnya minimal adalah 27°C. Untuk formulasi dengan titik nyala di bawah 27°C, harus dikemas dalam wadah dengan label peringatan. Bila pelarut mempunyai titik nyala lebih rendah lagi, maka tindakan pencegahan harus ditingkatkan untuk menghindari bahaya api selama formulasi dan pengepakan. Di Amerika cairan-cairan yang mudah terbakar ini diatur dalam United States Department of Transportation (USDT).

Pada Tabel 8 dapat dilihat bahwa ke tiga formulasi X, Y, Z mempunyai titik nyala yang relatif tinggi dan dalam kondisi penyimpanan dalam variasi waktu 0 bulan, 1 bulan, 2 bulan, memperlihatkan keadaan yang stabil.

E. KADAR BAHAN AKTIF

Tabel 9 menyatakan kadar bahan aktif (%), setelah contoh formulasi disimpan dengan variasi waktu penyimpanan 0 bulan, 1 bulan, dan 2 bulan.

Tabel 9. **Pengaruh penyimpanan terhadap kadar bahan aktif (%) pada formulasi X, Y, Z.**

Contoh formulasi	Bulan 0	Bulan I	Bulan II
X (60%)	59,59%	54,09%	50,26%
Y (50%)	49,78%	46,83%	44,80%
Z (10%)	9,93%	9,85%	9,66%

Dari Tabel 9 dapat dilihat kadar bahan aktif dari formulasi X, Y, Z selama penyimpanan 1 bulan dan 2 bulan. Perubahan-perubahan kadar bahan aktif untuk masing-masing formulasi adalah sebagai berikut:

- Formulasi X sekitar ± 5% (Penyimpanan 1 bulan) dan ± 9% (penyimpanan 2 bulan).
- Formulasi Y sekitar ± 2,45% (Penyimpanan 1 bulan) dan ± 4,98% (Penyimpanan 2 bulan).
- Formulasi Z sekitar ± 0,81% (Penyimpanan 1 bulan) dan ± 2,71% (Penyimpanan 2 bulan)

Dari hasil tersebut dapat dikatakan bahwa formulasi X adalah yang paling tidak stabil bila dibandingkan dengan formulasi Y dan formulasi Z. Sedangkan yang relatif lebih stabil dari ke tiga formulasi di atas adalah formulasi Z. Kemungkinan-kemungkinan yang terjadi adalah bahwa formulasi X mempunyai keasaman yang relatif tinggi dibandingkan formulasi Y dan Z, sehingga dimungkinkan pelepasan asam ini akan menguraikan bahan aktif dari formulasi tersebut.

V. KESIMPULAN

Dari hasil percobaan yang telah dilakukan, dapat diambil kesimpulan bahwa formulasi X relatif lebih baik, dibandingkan formulasi Y dan Z, bila ditinjau dari stabilitas emulsi dan terbentuknya busa. Sedangkan untuk stabilitas bahan aktif, formulasi Z relatif lebih baik dari formulasi X dan Y.

Pengaruh penyimpanan terhadap stabilitas formulasi, dari hasil percobaan tidak menunjukkan perubahan yang cukup berarti tetapi untuk kadar bahan aktif terlihat adanya penurunan.

DAFTAR PUSTAKA

1. Anonymous, Report of the Expert Group Meeting on Quality Control of Pesticide, Dhaka, Bangladesh, 1984.

2. Anonymous, W.H.O. Specification for Pesticides, 1954.

3. Asworth. J & Henrier, Analysis of Technical and Formulated Pesticide Collaborative International Pesticide Analytical Council, England, 1979.

4. Flanagan. J., Principles of Pesticide Formulation, Formulation of Pesticide in Developing Countries, UNIDO, Vienna, New York, 1983.

5. Hanafiah K, Pemeriksaan Fisiko kimia Formulasi dan wadah Pestisida, Makalah Seminar Analisis Pestisida, Cisarua, 1985.

6. Hanafiah K, Penggunaan Surface Active Agent untuk Formulasi Emulsifiable Concentrate, BBIK, Departemen Perindustrian, 1985.

7. Tsuji K, Maeda T, Okamoto Y and Sumida S, Technical and Environmetal Aspects in Sitting, Constructions and Operation of Pesticides in Developing Countries, UNIDO, Vienna, New York, 1983.

8. Wildgrube W, Borth P, Grabhoff W, Reinhardt P, Selected Problem Concerning the Formulation of Liquid Pesticides, Formulation of Pesticides in Developing Countries, UNIDO, Vienna, 1983.