

**PENENTUAN KANDUNGAN SENYAWA POLISIKLIK AROMATIK
HIDROKARBON (PAH) DI PERAIRAN PELABUHAN PANJANG
MENGUNAKAN METODE SPME**

(Skripsi)

Oleh

RIANDRA PRATAMA USMAN



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
2016**

ABSTRAK

PENENTUAN KANDUNGAN SENYAWA POLISIKLIK AROMATIK HIDROKARBON (PAH) DI PERAIRAN PELABUHAN PANJANG MENGUNAKAN METODE SPME

Oleh

RIANDRA PRATAMA USMAN

Polisiklik Aromatik Hidrokarbon (PAH) yang merupakan senyawa bersifat toksik dan karsinogenik telah teridentifikasi di perairan Pelabuhan Panjang. Senyawa PAH diekstraksi menggunakan metode *Solid Phase Micro Extraction* (SPME) dengan teknik *headspace*. Identifikasi dan penentuan kadar PAH dilakukan dengan instrumen *Gas Chromatography-Mass Spectrophotometer* (GC-MS). Hasil penelitian menunjukkan beberapa senyawa PAH yang terdeteksi diantaranya fenantrena, antrasena, fluorantena, pyrena, benzo(a)antrasena, crysena, benzo(a)pyrena, benzo(e)pyrena dan perylena dengan konsentrasi yang tinggi. Kadar PAH total pada lokasi pengambilan sampel berada pada rentang 160,04 µg/L - 1595 µg/L dengan rata-rata 631,576 µg/L. Diagnosa rasio menunjukkan PAH berasal dari minyak, pembakaran minyak, pembakaran bahan organik serta campuran minyak dan pembakaran bahan organik.

Kata kunci : Pelabuhan Panjang, Polisiklik Aromatik Hidrokarbon, *Gas Chromatography-Mass Spectrophotometer*, *Solid Phase Micro Extraction*.

ABSTRACT

DETERMINATION OF POLYCYCLIC AROMATIC HIDROCARBON (PAH) COMPOUND IN PANJANG HARBOUR OCEAN USING SPME METHOD

By

RIANDRA PRATAMA USMAN

Polycyclic Aromatic Hidrocarbon (PAH) is the toxic and carcinogenic compound that has been identified in Panjang Harbour. PAH compound was extracted using *Solid Phase Micro Extraction* (SPME) method with *headspace* technique. Analysis was done by *Gas Chromatography-Mass Spectrophotometer* (GC-MS). The results of this research shows that the PAH compounds: phenantrene, anthracene, fluoranthene, pyrene, benzo(a)anthracene, chrysene, benzo(a)pyrene, benzo(e)pyrene and perylene were detected with high concentration. The range of total PAH content in the sampling locations are from 160.04 µg/L to 1595 µg/L with an average of 631.576 µg/L. Ratio diagnosed shows that PAH compounds is from petroleum, combustion of petroleum, combustion of organic material and the mixture of petroleum with the combustion of organic material.

Keywords : Panjang Harbour, Polycyclic Aromatic Hidrocarbon, *Gas Chromatography-Mass Spectrophotometer*, *Solid Phase Micro Extraction*.

**PENENTUAN KANDUNGAN SENYAWA POLISIKLIK AROMATIK
HIDROKARBON (PAH) DI PERAIRAN PELABUHAN PANJANG
MENGUNAKAN METODE SPME**

Oleh

Riandra Pratama Usman

Skripsi

Sebagai salah satu syarat untuk mencapai gelar

SARJANA SAINS

Pada

Jurusan Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2016**

Judul Skripsi

: **PENENTUAN KANDUNGAN SENYAWA
POLISIKLIK AROMATIK HIDROKARBON
(PAH) DI PERAIRAN PELABUHAN
PANJANG MENGGUNAKAN METODE
SPME**

Nama Mahasiswa

: **Riandra Pratama Usman**

Nomor Pokok Mahasiswa

: 1217011045

Jurusan

: Kimia

Fakultas

: Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

MENYETUJUI

1. Komisi Pembimbing



Rinawati, Ph.D.

NIP 19580922 198811 1 001

2. Ketua Jurusan Kimia



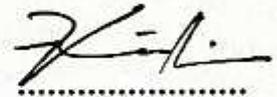
Dr. Suropto Dwi Yuwono, M.T.

NIP 19740705 200003 1 001

MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

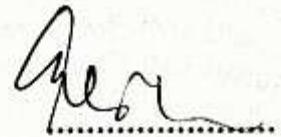
Ketua : **Rinawati, Ph.D.**



Sekretaris : **Dr. Ni Luh Gede Ratna Juliasih, M.Si.**

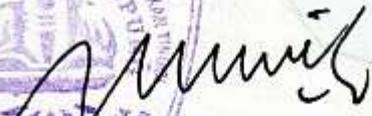


Penguji : **Drs. R. Supriyanto, M.S.**



2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam




Prof. Warsito, S.Si., D.E.A., Ph.D.

NIP 19710212 199512 1 001

Tanggal Lulus Ujian Skripsi : **23 Agustus 2016**

RIWAYAT HIDUP



Penulis dilahirkan di Bandar Sari pada tanggal 23 Oktober 1994, merupakan anak pertama dari empat bersaudara dari pasangan Ayahanda Usman,S.Sos. dan Ibunda Siti Sundari,S.Pd. Penulis menyelesaikan pendidikan taman kanak-kanak di TK Ma'arif 1 Bandar Sari, Padang Ratu,

Lampung Tengah pada tahun 2000. Pendidikan sekolah dasar di SD Negeri 5 Kuripan, Padang Ratu, Lampung Tengah pada tahun 2006. Pendidikan sekolah menengah pertama di SMP Negeri 1 Padang Ratu, Lampung Tengah pada tahun 2009. Pendidikan sekolah menengah atas di SMA Al-Azhar 3 Bandar Lampung pada tahun 2012. Pada tahun 2012 penulis terdaftar sebagai mahasiswa Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung melalui jalur Seleksi Nasional Masuk Perguruan Tinggi Negeri (SNMPTN).

Selama menjadi mahasiswa, penulis pernah menjadi anggota Bidang Kaderisasi dan Pengembangan Organisasi dalam Lembaga kemahasiswaan Himpunan Mahasiswa Kimia (HIMAKI) periode 2014/2015. Pada tahun 2015, penulis juga pernah menjadi asisten praktikum Sains Dasar.

*Kupersembahkan karyaku ini untuk
ayahanda tercinta , mamahanda tersayang,
adik-adikku tercinta serta calon pendamping
hidupku kelak*

*Disetiap Kehidupan, halangan dan rintangan
pasti selalu ada. Namun, jika kita mampu
melewati halangan demi halangan dan rintangan
dalam hidup kita, maka langit adalah batas
impian anda (Riandra Pratama Usman)*

*Apapun yang terjadi di kehidupan kamu,
jalani saja, pasti akan ada jalan keluarnya
karena kamu adalah anak seorang
pejuang (Usman, S. Sos.)*

Jadikanlah rasa sakit, halangan, kesedihan, rintangan dan cemoohan orang sebagai penguat bagi tulang kita untuk terus berusaha dan bekerja keras mencapai kesuksesan agar apa yang kita kerjakan kelak akan berarti (Sayyid Muhammad)

Karena sesungguhnya sesudah kesulitan itu ada kemudahan, sesungguhnya sesudah kesulitan itu ada kemudahan. Maka apabila kamu telah selesai (dari sesuatu urusan), kerjakanlah dengan sungguh-sungguh (urusan yang lain), dan hanya kepada Tuhanmulah hendaknya kamu berharap (QS. Asy-Syarah:5-8)

SANWACANA

Puji syukur atas segala nikmat, rahmat dan hidayah Allah SWT. sehingga Penulis dapat menyelesaikan tugas skripsi dengan baik. Sholawat serta salam tak lupa selalu tercurahkan bagi Nabi Allah Muhammad saw. yang telah memberikan penerangan dari jalan keburukan menuju jalan kebaikan. Terimakasih untuk ayah ku tersayang Usman, S.Sos., beliau selama ini selalu mensupport dan selalu berusaha sekuat tenaga melakukan apapun untuk membuat anaknya tersenyum serta selalu menjadi orang pertama yang berkata “KAMU BISA” dalam segala hal, terima kasih ayah, abang sayang ayah. Mamah ku tercinta Siti Sundari, S.Pd., beliau selama ini selalu memberikan kasih sayang yang tulus, selalu mengkhawatirkan keadaan penulis, dan rela mengorbankan apapun demi kebahagiaan penulis, abang sangat menyayangi mamah. sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul :

Penentuan Kandungan Senyawa Polisiklik Aromatik Hidrokarbon (PAH) di Perairan Pelabuhan Panjang Menggunakan Metode SPME

Skripsi ini dapat terselesaikan berkat bantuan dari Allah melalui berbagai pihak.

Untuk itu penulis mengucapkan terimakasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Ibu Rinawati, Ph.D., selaku Dosen Pembimbing I yang telah sabar selama ini dan tak kenal lelah dalam membimbing dan menasehati penulis.

2. Ibu Dr. Ni Luh Gede Ratna Juliasih, M.Si., selaku Dosen Pembahas I atas dukungan dan bantuannya selama ini.
3. Bapak Drs. R. Supriyanto, M.S. selaku Dosen Pembahas II atas kritikan, saran dan juga bimbingannya.
4. Bapak Dr. Eng. Suropto Dwi Yuwono, M.T., selaku Dosen Pembimbing Akademi sekaligus Ketua Jurusan Kimia yang telah banyak memberikan nasihat serta saran dan bantuannya.
5. Bapak/Ibu dosen Kimia yang dengan sepenuh hati memberikan ilmu.
6. Bapak Prof. Warsito, S.Si., D.E.A., Ph.D., selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.
7. Suwarda Dua Imatu Dela, S.Si yang selama ini telah menemani dan mensupport penulis saat penulis sedang down, wanita inilah yang memberikan semangat kepada penulis sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan secepatnya, aku sayang kamu Dela.
8. Mbah Darso selaku penasehat yang baik untuk penulis, Mamah Dela, Adik Ervan, Adik Iqbal, Adik Sandi dan seluruh saudara atas kasih sayang, doa dan dukungannya selama ini.
9. Kak Wagiran, S.Si. yang telah banyak membantu penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.
10. Ibu Yuli Anita Dwi Wahyuni, S.Si., Yunsi, Rio dan Tri selaku tim sekaligus rekan kerja selama penelitian di Laboratorium Terpadu dan Sentra Inovasi Teknologi Universitas Lampung atas kerjasamanya, dan sering mengingatkan, memberikan semangat serta banyak membantu.

11. Pak Gani dan Mbak Nora yang selama ini telah membantu dalam proses administrasi dan selalu memudahkan penulis untuk melangsungkan kegiatan kampus, seminar dan ujian skripsi penulis.
12. Teman-teman kimia angkatan 2012 Adi, Arif, Arya, Adam, Adit, Anwar, Deri, Edi, Febi, Ferdinand, Rizal, Reno, Radius, Sofian, Sukanto, Ubay, Dwi, Dewi, Intan, Yepi, Tiara, Ismi, Ajeng, Murni Jeje, Ruwai, Indri, Ayu.S, Ayu.I, Ais, Fifi, Ana Maria Ulfa, Debo, Rully, Ulfatun, Fenty dan para wanita lainnya atas bantuan, doa dan dukungannya.

Penulis menyadari bahwa tiada makhluk yang sempurna dalam dunia fana ini, maka apabila ada kesalahan dalam penulisan skripsi ini, penulis mohon maaf yang sebesar-besarnya. Semoga Skripsi ini bermanfaat bagi yang membutuhkan.

Bandar Lampung, 23 Agustus 2016

Penulis

Riandra Pratama Usman

DAFTAR ISI

	Halaman
DAFTAR ISI	i
DAFTAR TABEL	iii
DAFTAR GAMBAR	iv
I. PENDAHULUAN	
A. Latar Belakang.....	1
B. Tujuan	3
C. Manfaat	3
II. TINJAUAN PUSTAKA	
A. Perairan Teluk Lampung	4
B. Gambaran Umum Pesisir Teluk Lampung	4
1. Letak Geografis	4
2. Kondisi Wilayah	5
3. Kondisi Fisik dan Kimia Perairan.....	5
a. Arus dan Sedimen	5
b. Kualitas Air.....	6
C. Pelabuhan Panjang.....	6
D. Pencemaran air laut dan sumber pencemar	8
E. Bahan Pencemar (Polutan)	9
F. Polisiklik Aromatik Hidrokarbon (PAH).....	9
G. Sumber PAH.....	10
H. Sifat PAH.....	14
I. Teknik Ekstraksi	15
J. SPME.....	16
K. GC-MS.....	17
L. Validasi Metode	21

III. METODOLOGI PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian.....	24
B. Alat dan Bahan	24
C. Prosedur Penelitian	25
1. Preparasi Sampel	25
2. Pemurnian Pelarut dan Persiapan alat.....	25
3. Optimasi GC-MS	26
4. Aktivasi unit SPME	26
5. Pembuatan Larutan standar PAH.....	26
6. Ekstraksi Sampel air laut	27
7. Identifikasi senyawa PAH	27
8. Penentuan konsentrasi senyawa PAH.....	28
9. Validasi Metode.....	29
a. Linieritas	29
b. Presisi.....	29
c. Akurasi	30

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Gambaran Umum Pelabuhan Panjang	31
B. Pengambilan Sampel.....	32
C. Profil PAH pada sampel.....	33
D. Distribusi PAH.....	36
E. Konsentrasi PAH dalam masing-masing sampel	39
F. Validasi Metode	43
1. Linieritas	43
2. Presisi (Ketelitian).....	48
3. Akurasi	49

V. SIMPULAN

A. Simpulan.....	50
B. Saran.....	51

DAFTAR PUSTAKA

LAMPIRAN

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Kualitas air Teluk Lampung	6
2. Baku mutu air laut untuk wisata bahari	8
3. Beberapa Senyawa PAH dan Strukturnya.....	12
4. Beberapa Senyawa PAH dan nilai m/z nya.....	28
5. Titik Koordinat lokasi sampling	32
6. Metode diagnosa rasio individu PAH	36
7. Diagnosis rasio konsentrasi individu PAH dalam air laut	38
8. Nilai regresi linier dan hasil koefisien korelasi larutan standar PAH	47
9. Konsentrasi PAH pada masing-masing sampel air laut	61
10. Nilai persen komposisi masing-masing senyawa PAH pada tiap sampel..	62
11. Nilai SD dan RSD Hasil Analisis sampel R3	67
12. Nilai persen perolehan kembali senyawa PAH.....	69

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Pelabuhan Panjang	7
2. Komponen alat SPME.....	16
3. Instrumen alat GC-MS	18
4. Diagram alir prosedur kerja GC-MS.....	19
5. Perairan Pelabuhan Panjang.....	31
6. Lokasi pengambilan sampel.....	32
7. Nilai persen komposisi senyawa PAH pada sampel R1	34
8. Nilai persen komposisi senyawa PAH pada sampel R2	34
9. Nilai persen komposisi senyawa PAH pada sampel R3	35
10. Nilai persen komposisi senyawa PAH pada sampel R4	35
11. Nilai persen komposisi senyawa PAH pada sampel R5	35
12. Konsentrasi senyawa PAH pada sampel R1	41
13. Konsentrasi senyawa PAH pada sampel R2	41
14. Konsentrasi senyawa PAH pada sampel R3	42
15. Konsentrasi senyawa PAH pada sampel R4	42
16. Konsentrasi senyawa PAH pada sampel R5	42
17. Kurva Regresi Larutan Standar Fenantrena.....	43
18. Kurva Regresi Larutan Standar Antrasena.....	44
19. Kurva Regresi Larutan Standar Fluoranthene	44
20. Kurva Regresi Larutan Standar Pyrena.....	44
21. Kurva Regresi Larutan Standar Benzo[a]antrasena	45
22. Kurva Regresi Larutan Standar Chrysena.....	45
23. Kurva Regresi Larutan Standar Benzo[a]pyrena	45

24. Kurva Regresi Larutan Standar Benzo[e]pyrena	46
25. Kurva Regresi Larutan Standar Perylena.....	46
26. Kromatogram sampel R1	57
27. Kromatogram sampel R2	57
28. Kromatogram sampel R3	57
29. Kromatogram sampel R4	58
30. Kromatogram sampel R5	58
31. Kromatogram sampel R3 pengulangan pertama.....	59
32. Kromatogram sampel R3 pengulangan kedua	59
33. Kromatogram sampel R3 pengulangan ketiga	59
34. Kromatogram sampel R3	60
35. Kromatogram sampel R3 + 4 mg/L standar (80 µg/L dalam air)	60
36. Nilai rasio konsentrasi D1 pada masing-masing sampel	63
37. Nilai rasio konsentrasi D2 pada masing-masing sampel	63
38. Nilai rasio konsentrasi D3 pada masing-masing sampel	64
39. Nilai rasio konsentrasi D4 pada masing-masing sampel	64
40. Nilai rasio konsentrasi D5 pada masing-masing sampel	65
41. Nilai rasio konsentrasi D6 pada masing-masing sampel	65
42. Nilai rasio konsentrasi D7 pada masing-masing sampel	66

I. PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Seiring dengan semakin majunya perkembangan di bidang industri, berbagai aktivitas pembangunan industri telah memberikan peningkatan ekonomi yang berarti bagi masyarakat dan tata pemerintahan. Namun semakin besar pula dampak yang ditimbulkan, terutama terjadinya peningkatan dalam masalah pencemaran lingkungan. Seperti yang terjadi di daerah sekitar Pelabuhan Panjang, banyaknya aktivitas masyarakat pemukiman yang membuang limbah rumah tangga langsung ke perairan dan aktivitas pabrik dapat menyebabkan pencemaran lingkungan seperti pencemaran oleh senyawa organik volatil yang dapat mempengaruhi biota di perairan tersebut. Pencemaran lingkungan oleh senyawa organik volatil banyak mendapat perhatian karena memiliki sifat toksik dan mudah menguap pada konsentrasi yang rendah seperti senyawa polisiklik aromatik hidrokarbon (PAH) (Rinawati dkk., 2008).

Selama ini, preparasi sampel untuk mengekstrak PAH di perairan umumnya dilakukan dengan ekstraksi cair-cair dan dilanjutkan dengan proses pemurnian menggunakan kolom kromatografi serta pemekatan dengan penguapan. Cara ini memerlukan pelarut yang cukup banyak (sekitar 200 mL atau lebih), waktu ekstraksi

yang lama dan berpotensi menimbulkan pencemaran. Tahap preparasi yang panjang menimbulkan kemungkinan kesalahan yang besar dan hilangnya senyawa volatil yang dianalisis. Teknik *Solid Phase Extraction* (SPE), telah dikembangkan untuk mengatasi masalah tersebut. Namun, SPE memerlukan sampel dalam jumlah yang cukup besar dan masih memerlukan penguapan sehingga kemungkinan hilangnya senyawa volatil cukup besar (Rinawati dkk., 2008).

Untuk mendeteksi kandungan senyawa PAH dalam sampel dan mengatasi beberapa masalah atau kekurangan metode analisis sebelumnya, digunakan metode *Solid Phase Microextraction* (SPME) yang merupakan teknik preparasi sampel tanpa pelarut sehingga mengurangi biaya dan waktu. Selain itu, kelebihan dari metode ini adalah selektivitas dapat diubah dengan mengubah jenis fiber yang digunakan untuk mencocokkan karakteristik analit. Jumlah analit yang diabsorpsi oleh fiber bergantung pada ketebalan pelapisnya dan pada konstanta distribusi dari analit. Metode SPME langsung dihubungkan dengan gas kromatografi dengan detektor spektrometri massa (*Gas Chromatography Mass Spectrofotometer*, GC-MS) sebagai instrument penentuannya.

Sejauh ini masih sedikit data mengenai PAH yang ada di perairan khususnya pada daerah Pelabuhan Panjang. Berdasarkan hasil percobaan yang dilakukan ketika praktik kerja lapangan didapatkan kondisi optimum dalam ekstraksi senyawa PAH diantaranya berada pada suhu 45°C dengan waktu ekstraksi 60 menit, volume vial yang digunakan 5 mL dengan kecepatan pengadukan 6 rpm. Berdasarkan kondisi ekstraksi tersebut terdeteksi beberapa senyawa PAH seperti fenantrena, antrasena,

fluorantena, pyrena, crysena, benz(a)antrasena, metilfenantrena dan benzo(b)fluorantena. Berdasarkan kondisi optimum tersebut dan keunggulan teknik SPME, maka pada penelitian ini akan digunakan teknik SPME yang dihubungkan dengan instrumen GC-MS dengan kondisi optimum untuk menentukan kandungan PAH di perairan Pelabuhan Panjang.

B. Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk:

1. Mengidentifikasi senyawa PAH yang berada di perairan Pelabuhan Panjang
2. Menentukan konsentrasi senyawa PAH yang berada di perairan Pelabuhan Panjang
3. Melakukan validasi metode.

C. Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat menjadi sumber informasi ilmiah bagi masyarakat dan pemerintah daerah serta sebagai data dasar bagi penelitian selanjutnya mengenai keberadaan senyawa PAH di perairan Pelabuhan Panjang.

II. TINJAUAN PUSTAKA

A. Perairan Teluk Lampung

Teluk Lampung bukan hanya berfungsi sebagai jalur pelayaran kapal domestik dan manca negara yang keluar masuk Pelabuhan Panjang, namun juga merupakan bagian penting dari kegiatan ekonomi masyarakat (sebagai nelayan), kawasan pariwisata, dan bahkan kawasan permukiman warga. Oleh sebab itu, adanya gangguan lingkungan hidup di Teluk Lampung, pada dasarnya telah menimbulkan gangguan terhadap seluruh aktivitas yang bergantung dengannya. Disekitar Teluk Lampung juga terdapat beberapa aktivitas seperti permukiman penduduk, industri sedang dan berat, pergudangan dan *stockpile*, *emplasment* barang dan peti kemas, pariwisata (objek wisata dan sarana hiburan serta hotel), dan pelayaran.

B. Gambaran Umum Pesisir Teluk Lampung

1. Letak geografis

Teluk Lampung merupakan salah satu dari dua teluk di ujung paling selatan pulau Sumatra, Kota Bandar Lampung terletak pada pangkal teluk dan bagian mulut teluk (arah selatan-tenggara) berhadapan langsung dengan Selat Sunda yang merupakan perairan penghubung antara Laut Jawa di sebelah utara dan Samudera

Hindia di selatan. Pesisir Teluk Lampung meliputi daratan dan perairan, dengan posisi geografis terletak antara $104^{\circ} 56'$ - $105^{\circ} 45'$ BT dan $5^{\circ} 25'$ - $5^{\circ} 59'$ LS. Luas total wilayah daratan adalah 127.902 ha, dan luas perairan adalah 161.178 ha (Helfinalis, 2000). Daratan wilayah pesisir Teluk Lampung tergolong sebagai dataran pantai sempit dan perbukitan, dengan batuan yang meliputi endapan aluvium dan rawa, batu gamping terumbu, dan endapan gunung api muda berumur *quarter* yang berbatasan langsung dengan laut (Wiryawan dkk., 1999).

2. Kondisi Wilayah

Wilayah pesisir Teluk Lampung memiliki potensi ekonomi wilayah yang besar, Secara ekologis wilayah ini merupakan kesatuan fungsional yang relatif dapat dibatasi dari wilayah lainnya di Provinsi Lampung. Wilayah pesisir Teluk Lampung dipisahkan oleh Daerah Aliran Sungai (DAS) tersendiri, dan memiliki perairan teluk yang semi tertutup dengan tubuh air lainnya (Pariwono, 1999).

3. Kondisi Fisik dan Kimia Perairan Teluk Lampung

a. Arus dan sedimen

Kekuatan arus diteluk lampung berkisar antara 0,02-0,87 knot. Pada musim barat antara bulan November hingga Maret, arus mengalir dengan kecepatan 0,52-0,87 knot dan mencapai kecepatan maksimum pada bulan Desember. Sedangkan arus pada musim timur antara bulan April hingga Oktober melemah dengan kisaran kecepatan 0,02-0,70 knot. Pada bulan Juli arus mencapai minimum, berkisar antara 0,02-0,10 knot.

b. Kualitas Air

Kualitas air Teluk Lampung ditunjukkan dengan penggambaran beberapa parameter yang dirujuk dari berbagai sumber, seperti disajikan pada Tabel 1.

Tabel 1. Kualitas air Teluk Lampung.

Parameter	Satuan	Kisaran nilai	Baku Mutu
Suhu	⁰ C	28,0-31,5	Alami
Salinitas	‰	32-35	Alami
Padatan tersuspensi (TSS)	mg/L	35,0-55,4	<20
Oksigen terlarut (DO)	mg/L	6,4-7,5	>5
Kebutuhan Oksigen Biologi (BOD)	mg/L	22,8-29,2	<20
Kebutuhan Oksigen kimiawi (COD)	mg/L	45,8- 75,7	-

Sumber: Kep-Men-LH No. 51 tahun 2004 tentang Baku Mutu Air Laut.

C. Pelabuhan Panjang

Kecamatan Panjang merupakan kawasan pesisir Teluk Lampung. Pelabuhan Panjang berada di Jalan Yos Sudarso di daerah Panjang kota Bandar Lampung. Secara administratif batas wilayah Kecamatan Panjang adalah (1) Sebelah Utara: Kecamatan Tanjung Karang Timur; (2) Sebelah Selatan: Teluk Lampung; (3) Sebelah Timur: Kabupaten Lampung Selatan; (4) Sebelah Barat: Teluk Betung Selatan. Foto letak pelabuhan panjang, disajikan pada Gambar 1. (Anonim, 2013).



Gambar 1. Pelabuhan Panjang.

Gambar 1 memperlihatkan aktivitas pelabuhan Panjang. Pelabuhan Panjang beraktivitas selama 24 jam penuh melayani ekspor impor dan pelabuhan ini juga merupakan gerbang masuknya barang dari pulau Jawa ke pulau Sumatra atau pun sebaliknya (Pelindo, 2001). Selain itu, pelabuhan ini juga dekat dengan wilayah perindustrian, seperti industri kayu lapis, batu bara, semen, Pertamina dan beberapa industri di sekitar Pelabuhan Panjang seperti industri konstruksi (PT Darma Putra Konstruksi, PT Jaya Persada Konstruksi, PT Husada Baja), industri kimia (PT Golden Sari, PT Garuntang), industri pergudangan dan peti kemas (PT Inti Sentosa Alam Bahtera).

Pelabuhan Panjang dan sekitarnya telah berfungsi sebagai kawasan industri, pergudangan dan kegiatan pelayaran lainnya. Hal ini menjadikan kawasan ini sebagai sebuah kawasan yang memiliki produksi limbah berbahaya yang sangat besar. Limbah berbahaya ini tentu saja harus dikelola dengan baik dan sempurna agar tidak memberikan dampak buruk pada lingkungan dan manusia, baik secara langsung maupun tidak langsung. Setiap produksi limbah yang dihasilkan, tidak dikelola dengan baik sesuai prosedur baku yang telah tertuang di dalam Dokumen

Amdal atau dalam skala kecilnya terdapat dalam dokumen UKL/UPL. Selain dipendam, limbah yang dihasilkan akan dibuang ke perairan. Apalagi jika limbah yang dihasilkan tersebut adalah limbah cair, maka akan semakin memudahkan pembuangannya ke laut. Misalnya dengan membuang limbah ke saluran *drainase* yang bermuara ke laut, atau dengan membuat pipa khusus dari pabrik ke laut dengan cara memendamnya kedalam tanah.

D. Pencemaran Air Laut dan Sumber Pencemar

Pencemaran air laut sangat mempengaruhi kualitas air bagi manusia. Adapun kualitas air yang baik untuk digunakan oleh manusia harus sesuai dengan baku mutu yang ditetapkan oleh pemerintah. Selain berbahaya bagi manusia, kualitas air yang melebihi ambang baku mutu juga mempengaruhi ekosistem di laut. Baku mutu air laut untuk Wisata Bahari dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Baku Mutu Air Laut untuk Wisata Bahari.

No	Parameter	Satuan	Baku Mutu
Kimia			
1	PH	-	7-8,5
2	Salinitas	%	Alami
3	Oksigen terlarut (DO)	mg/L	>5
4	BOD5	mg/L	10
5	Amoniak Bebas (NH ₃ -N)	mg/L	Nihil
6	Fosfat (PO ₄ -P)	mg/L	0,015
7	Nitrat (NO ₃ -N)	mg/L	0,008
8	Sulfida (H ₂ S)	mg/L	Nihil
9	Senyawa fenol	mg/L	Nihil
10	PAH (Poliaromatik Hidrokarbon)	mg/L	0,003
11	PCB (Poliklor Bifenil)	mg/L	Nihil
12	Surfaktan (detergen)	mg/L	0,001
13	Minyak dan Lemak	mg/L	1

Sumber: Kep-Men-LH No. 51 tahun 2004 tentang Baku Mutu Air Laut.

Baku mutu PAH di perairan tersebut menjadi dasar penelitian ini, untuk menentukan apakah senyawa-senyawa PAH yang berada di perairan Pelabuhan Panjang sudah mulai berbahaya bagi kehidupan biota hidup di laut atau tidak.

E. Bahan Pencemar (Polutan)

Polutan atau bahan pencemar merupakan bahan-bahan yang bersifat asing bagi alam atau bahan yang berasal dari alam itu sendiri yang memasuki tatanan ekosistem sehingga mengganggu ekosistem tersebut. Suatu zat dapat disebut polutan apabila jumlahnya melebihi jumlah normal, berada pada waktu yang tidak tepat dan berada pada tempat yang tidak tepat (Effendi, 2003).

Berdasarkan cara masuknya ke dalam lingkungan (misalnya badan air), polutan dibedakan menjadi dua yaitu polutan alamiah dan polutan antropogenik. Polutan alamiah misalnya akibat letusan gunung, tanah longsor, banjir dan fenomena alam lainnya. Polutan jenis ini susah dikendalikan, sedangkan polutan antropogenik adalah polutan yang masuk ke badan air akibat ulah manusia, misalnya kegiatan industri. Intensitas polutan ini dapat dikendalikan dengan mengontrol aktivitas yang menyebabkan timbulnya polutan tersebut.

F. Polisiklik Aromatik Hidrokarbon (PAH)

PAH adalah senyawa organik yang tersebar luas di alam, bentuknya terdiri dari beberapa rantai siklik aromatik dan bersifat hidrofobik. Senyawa PAH mengandung dua atau lebih cincin benzen, berasal dari pirolisis, pembakaran yang tidak sempurna (pembakaran hutan, buangan motor, gunung api). PAH merupakan kontaminan yang sering dijumpai di laut (NRC, 2003), dijumpai

dalam sedimen pantai dan muara dengan dan konsentrasi yang relatif tinggi dibandingkan dengan masukan antropogenik. Umumnya kadar PAH yang tinggi dijumpai dalam sedimen laut yang dekat dengan pantai. Dalam penelitian Hung dkk, (2011) di Laut Cina Timur melaporkan tingginya kadar PAH pada stasiun-stasiun yang berada dekat pantai. Senyawa PAH yang mengendap ke dasar perairan sangat beracun bagi organisme perairan. Senyawa PAH dapat terakumulasi dalam tubuh hewan tingkat rendah hingga mencapai kadar yang tinggi karena sukar dicerna dalam tubuhnya (Uthe, 1991).

Hidrokarbon merupakan salah satu komponen bahan organik yang sangat potensial menurunkan kualitas perairan khususnya di laut. Secara umum keberadaan hidrokarbon di suatu perairan dapat berasal dari buangan di daratan, buangan lepas pantai yang tidak disengaja, deposit atmosfer, aliran sungai, buangan kapal dan lalu lintas kapal. Kontaminan hidrokarbon dalam perairan secara perlahan akan mengendap dan terakumulasi dalam sedimen. Namun tingginya konsentrasi hidrokarbon dalam sedimen tidak sepenuhnya dipengaruhi oleh kontaminasi minyak, melainkan dipengaruhi oleh sumber alami (Mille dkk., 2006).

G. Sumber PAH

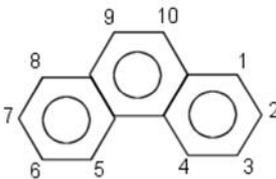
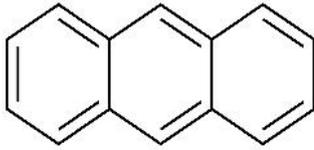
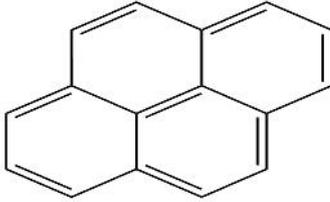
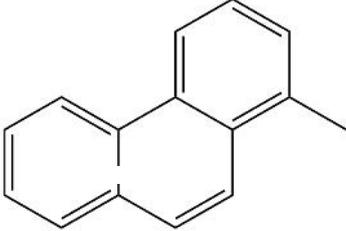
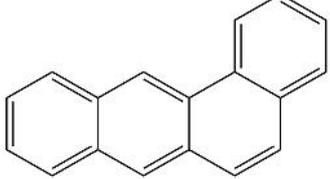
Sumber senyawa PAH dapat berasal dari proses pirolisis, pembakaran yang tidak sempurna dan proses pembakaran yang menggunakan suhu tinggi pada pengolahan minyak bumi (Neff, 1979). Keberadaan PAH di alam dapat berasal dari dua sumber, yakni sumber alami dan sumber antropogenik. Sumber alami meliputi kebakaran hutan dan padang rumput, rembesan minyak bumi, gunung

berapi, tumbuhan yang berklorofil, jamur dan bakteri, sedangkan sumber antropogenik meliputi minyak bumi, pembangkit tenaga listrik, insenerasi, pemanas rumah, batubara, karbon hitam, aspal dan mesin-mesin pembakaran (Lah, 2011).

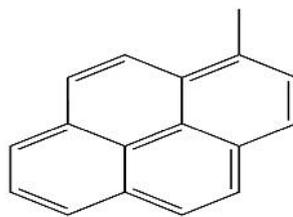
Karakteristik senyawa PAH yang mempunyai dua atau tiga cincin benzena yang berasal dari proses pemanasan dalam suhu rendah dari bahan organik seperti pembentukan batubara, biasanya teralkilasi. Sebaliknya pembakaran dalam suhu tinggi akan menghasilkan senyawa PAH dengan 4, 5 atau 6 cincin benzena dan sedikit yang teralkilasi. Menurut Maher dkk, (1979) dan Baik dkk, (1991) kepekatan tertinggi PAH diperoleh dalam sedimen laut yang dekat dengan daerah perkotaan. Hal ini karena PAH cenderung berkumpul dalam sedimen perairan yang dekat dengan daerah perkotaan.

Senyawa PAH mudah mengendap ke dasar perairan, dan sangat beracun bagi organisme perairan. PAH yang terlarut dalam air pada kadar antara 0,1 hingga 0,5 mg/L sudah dapat menyebabkan keracunan terhadap semua larva biota perairan. PAH yang berasal dari proses alami umumnya lebih rendah konsentrasinya dari sumber antropogenik (Culotta dkk., 2006). Menurut Neff (1979) pembakaran sangat mempengaruhi jenis dan jumlah PAH yang dihasilkan. Senyawa PAH secara alami berasal dari bahan mineral dan senyawa yang disintesis oleh mikroorganisme seperti bakteri, fungi, dan alga (Nemr dkk., 2006). Zakaria dan Mahat (2006) menyatakan bahwa jenis PAH yang berada di suatu lingkungan berasal dari bahan bakar minyak yang digunakan oleh mesin sebagai alat transportasi. Beberapa senyawa PAH diantaranya terdapat pada Tabel 3.

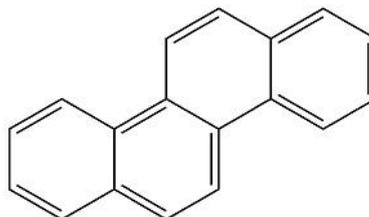
Tabel 3. Beberapa senyawa PAH dan strukturnya.

No	Senyawa PAH	Struktur
1	Fenantrena	
2	Antrasena	
3	Fluorantena	
4	Pyrena	
5	Metil Fenantrena	
6	Benz(a)antrasena	

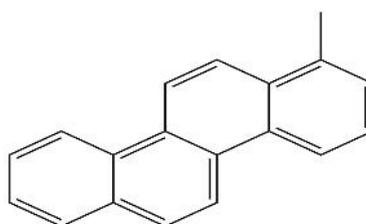
7 Metil Pyrena



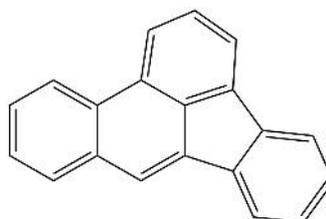
8 crysena



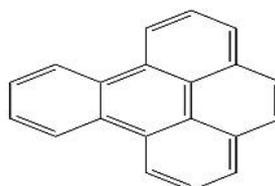
9 Metil Crysena



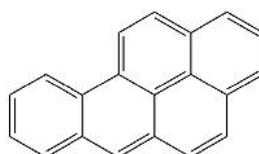
10 Benzo(b)fluorantena

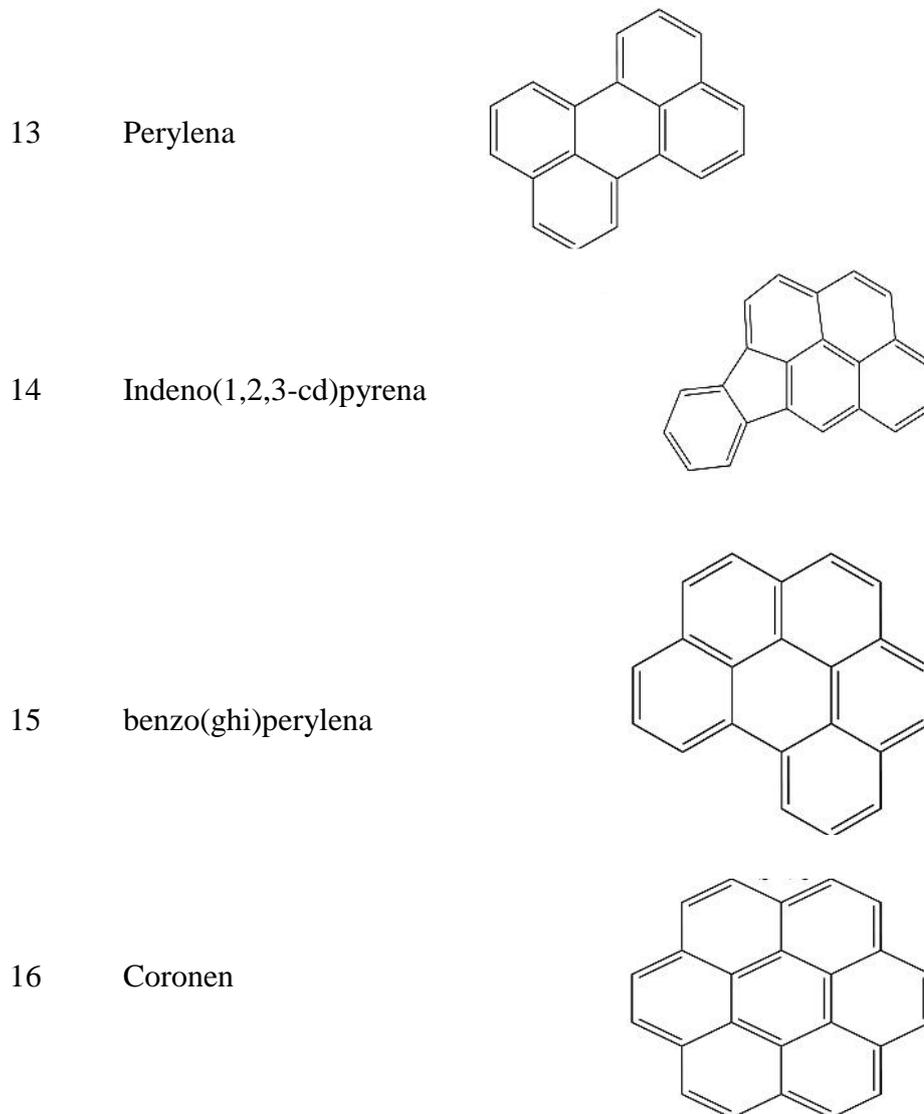


11 Benzo(e)pyrena



12 Benzo(a)pyrena





H. Sifat PAH

Senyawa PAH yang mengendap ke dasar perairan sangat beracun bagi organisme perairan. Banyak hasil penelitian menunjukkan bahwa PAH yang berasal dari kegiatan manusia dapat menyebabkan kanker dan efek mutagenik pada organisme. Senyawa PAH dapat terakumulasi dalam tubuh hewan tingkat rendah

hingga mencapai kadar yang tinggi, karena sukar dicerna dalam tubuhnya (Ratno, 2011).

Gas PAH yang solid terkait dengan banyak variabel yang berbeda seperti tekanan uap cair, suhu lingkungan dan ukuran, komposisi kimia dan luas permukaan.

Kestabilan karakter PAH, akan menentukan jalan dimana mereka dipancarkan ke atmosfer. Dalam kondisi anaerobik, beberapa PAH juga dapat berasal dari *precursor* biogenik. PAH dapat tersebar luas melalui lingkungan di udara, di dalam air serta menumpuk di tanah dan sedimen. Karena karakter hidrofobiknya, PAH dalam matriks lingkungan cepat terikat dengan partikel sedimen. Akibatnya, tanah dan sedimen menjadi tempat utama untuk sebagian besar kontaminan organik hidrofobik seperti PAH.

Diperkirakan bahwa lebih dari 90% total PAH berada di permukaan tanah, tempat dimana mereka menumpuk. PAH dipertahankan dalam matriks tanah dalam waktu yang lama setelah adsorpsi bahan organik pada tanah. Namun, tanah dan sedimen yang terkontaminasi dengan PAH sering mengandung polutan lain dengan jumlah tinggi seperti logam berat, yang sering berasal dari sumber yang sama dengan PAH (Orecchio, 2009).

I. Teknik Ekstraksi

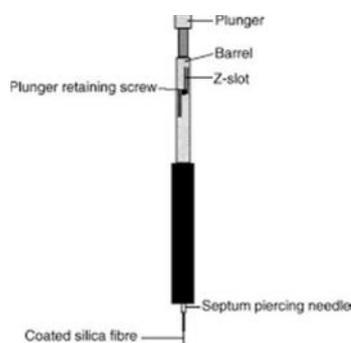
Ekstraksi merupakan suatu proses penarikan senyawa yang diinginkan dari tumbuh-tumbuhan, hewan dan lain-lain dengan atau tanpa menggunakan pelarut tertentu. Berikut ini beberapa macam teknik ekstraksi:

- Ekstraksi cair-cair kolom kromatografi

- *Solid Phase Extraction* (SPE)
- *Solid Phase Microextraction* (SPME) + GC-MS.

J. SPME

Prinsip dasar dari SPME adalah proses kesetimbangan partisi analit antara lapisan fiber dan larutan sampel. Fiber silika dilapisi oleh suatu lapisan polimer organik yang berperan mengadsorpsi analit dari sampel. Analit volatil organik diekstraksi dan dipertatkan dalam fiber. Analit yang berada dalam fiber didesorpsi secara termal pada saat diinjeksikan ke dalam gas kromatografi untuk analisis dan selanjutnya dideteksi dengan menggunakan detektor spektrometri massa. Komponen alat SPME dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Komponen Alat SPME.

Secara umum ekstraksi dengan metode SPME mempunyai dua cara yaitu dengan cara ekstraksi langsung (*Direct Immersion*, DI) dan ekstraksi *headspace*. Pada ekstraksi langsung, fiber SPME dimasukkan ke dalam sampel cair, kemudian diinjeksikan pada *injection port* GC-MS. Cara ini hanya cocok untuk jenis sampel yang tingkat kekeruhannya rendah. Sampel dengan matriks yang

kompleks tidak dapat dilakukan dengan cara ini karena dapat menyebabkan *flogging* pada fiber sehingga mengurangi akurasi dan merusak fiber SPME. Selain itu sampel dengan tingkat ionisasi yang tinggi atau kandungan garamnya tinggi juga tidak dapat dilakukan dengan ekstraksi langsung karena dapat merusak fiber yang digunakan. Mengingat sampel air yang digunakan keruh dan kadar garam tinggi maka dalam penelitian ini digunakan cara ekstraksi yang kedua, *headspace*. Pada ekstraksi dengan *headspace*, fiber SPME diletakkan dalam fasa uap di atas sampel kemudian diberi pemanasan, dan langsung diinjeksikan ke instrumen GC-MS. Pada cara ini kesetimbangan partisi yang terjadi adalah antara analit pada lapisan fiber dan *headspace*. Teknik ini dipengaruhi oleh berbagai faktor misalnya jenis serat yang dipilih, bentuk alat, waktu dan suhu ekstraksi, cara ekstraksi, pengadukan, pH dan volume sampel.

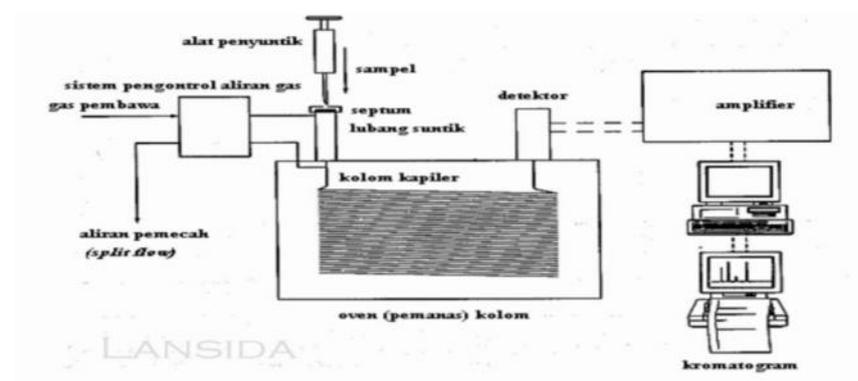
K. GC-MS

Kromatografi merupakan suatu teknik yang digunakan untuk menguraikan suatu campuran. Komponen-komponen dalam kromatografi akan terdistribusi kedalam dua fase, yaitu fase diam dan fase bergerak (Khopkar, 2003). Kromatografi gas adalah salah satu teknik yang paling banyak digunakan untuk menganalisis campuran hidrokarbon. Beberapa keuntungan dari kromatografi adalah rentang pengukuran (dari tingkat mg/L hingga $\mu\text{g/mL}$), mendeteksi berbagai komponen dan pengulangan pengukuran yang lebih akurat.

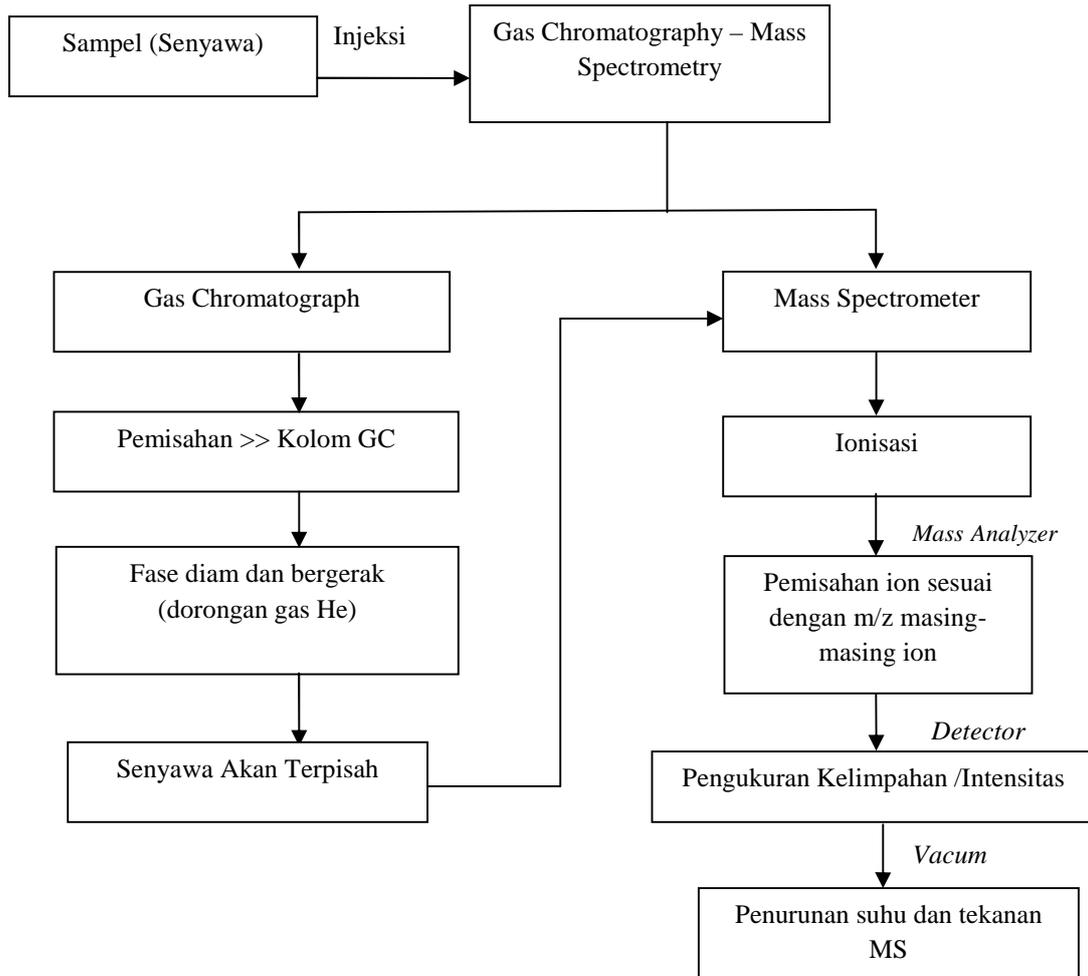
Gas Chromatography -Mass Spektrofotometer (GC-MS) adalah metode analisis yang menggabungkan fitur dari gas kromatografi dan spektrometri massa untuk mengidentifikasi zat yang berbeda dalam sampel. *Gas Chromatography* (GC)

merupakan metode analisis suatu senyawa pada suatu sampel yang dipisahkan secara fisik sebelum pengukuran, sedangkan *Mass Spektrofotometer* (MS) adalah suatu metode analisis dimana sampel dikonversi menjadi ion-ion gas dan kemudian dilakukan pengukuran terhadap massa ion-ion tersebut. GC berfungsi sebagai *inlet* sampel bagi MS sedangkan MS berfungsi sebagai detektor GC. Aplikasi GC-MS diantaranya untuk deteksi obat, analisis lingkungan, investigasi bahan peledak dan identifikasi sampel yang tidak diketahui. GC-MS juga dapat digunakan dalam keamanan bandara untuk mendeteksi zat dalam bagasi atau pada manusia (Pohan, 2012).

Instrumen alat GC-MS dapat dilihat pada Gambar 3, sedangkan cara kerja GC-MS dapat dilihat pada Gambar 4. Data yang dihasilkan oleh GC-MS akan ditampilkan dengan kromatogram (GC) dan spektrum massa (MS) dimana sumbu x menunjukkan waktu penyimpanan (*retention time*) dan sumbu y menunjukkan intensitas. Masing-masing puncak (*peak*) pada kromatogram menunjukkan suatu senyawa. Spektrum massa memiliki *base peak* (m/z) dan dapat memberikan informasi tentang berat molekul dan struktur kimia (Pohan, 2012).



Gambar 3. Instrumen alat GC-MS (Anonim, 2016).



Gambar 4. Diagram alir prosedur kerja GC-MS (Pohan, 2012).

Kromatografi gas memiliki delapan komponen penting yaitu gas pembawa, oven, pengatur tekanan gas, pengontrol aliran pembawa, injector, kolom, detektor, dan pencatat. Nitrogen, helium, argon, hydrogen, dan karbon dioksida adalah yang paling sering digunakan sebagai gas pembawa dari GC karena gas-gas tersebut tidak reaktif / inert (Ratnaningsih, 2000). Gas pembawa akan mengemulsi komponen-komponen dari sampel melalui kolom yang mengandung fasa diam untuk proses pemisahan kemudian jumlah komponen sampel yang berhasil dipisahkan oleh kolom kromatografi gas dan dideteksi oleh detektor hasilnya dapat dilihat perekam dalam bentuk kromatogram yang dapat dimanfaatkan untuk

tujuan kualitatif (berdasarkan waktu retensi) dan kuantitatif (berdasarkan luas puncak kromatogram) (Sanchez, 2003).

Spektrofotometri massa adalah suatu teknik analisis yang didasarkan pada pemisahan berkas ion-ion yang sesuai dengan perbandingan massa terhadap muatan dan pengukuran intensitas dari berkas-berkas ion tersebut (Sastrohamidjoyo, 1982). Prinsip pengukuran dengan spektrofotometri massa adalah molekul induk dalam bentuk gas ditembak dengan electron berenergi tinggi sehingga terionisasi menjadi fragmen-fragmen dengan massa molekul yang lebih kecil. Spektrofotometer massa terdiri dari pengion (ionizer), lensa, kuadrupe, dan detektor. Pengion akan mengionisasi molekul sampel dalam sumber ion. Ion yang ditimbulkan dalam sumber ion selanjutnya akan diekstrak pada elektroda dan difokuskan pada kuadrupe untuk mendapatkan sensitivitas yang tinggi. Kemudian pemisahan massa ion yang telah dikeluarkan dari kuadrupe akan langsung mengenai permukaan detektor dan terjadi pemancaran elektron oleh permukaan detektor tersebut (Ratnaningsih, 2000).

GC-MS merupakan gabungan dari dua instrument analisis, yaitu kromatografi gas dan spektrofotometri massa sehingga menjadi sebuah instrument yang sangat efektif untuk analisis (Baugh, 1993). Spektrofotometer massa merupakan detektor universal sehingga GC-MS dapat digunakan untuk menganalisis berbagai jenis senyawa dan menjadikan perangkat analisis ini menjadi salah satu instrumen dengan penggunaan yang sangat luas. Alat ini juga dilengkapi dengan system kepustakaan senyawa kimia, sehingga identifikasi senyawa kimia dapat dilakukan

dengan cepat tanpa bantuan instrumen lainnya, seperti spektrofotometri inframerah dan spektrofotometri magnet inti (Torres, 2005).

L. Validasi Metode

Validasi adalah konfirmasi melalui bukti-bukti pemeriksaan dan telah sesuai dengan tujuan pengujian. Validasi harus dilakukan pada metode non standar dan metode yang dikembangkan laboratorium. Validasi metode analisis bertujuan untuk memastikan dan mengkonfirmasi bahwa metode analisis tersebut sudah sesuai untuk peruntukannya. Validasi biasanya digunakan untuk metode analisa yang baru dibuat dan dikembangkan. Sedangkan untuk metode yang memang sudah tersedia dan baku (AOAC, ASTM, dan lainnya).

Parameter-parameter yang harus dilakukan untuk memvalidasi metode uji yaitu:

1. *Repeatability* dan *Reproducibility*
2. Akurasi (Ketepatan)
3. Perolehan Kembali (*Recovery*)
4. Limit Deteksi dan Limit Kuantitasi
5. Ketidakpastian (*Uncertainty*)
6. Daerah linier pengukuran dan daerah kerja
7. Robustness terhadap pengaruh eksternal
8. Konfirmasi Identitas, Selektifitas dan Spesifisitas
9. Sensitivitas silang gangguan dari matriks sampel (Riyanto, 2014).

Validasi metode analisis adalah suatu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu, berdasarkan percobaan laboratorium, untuk membuktikan bahwa

parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk penggunaannya. Parameter validasi metode antara lain :

1. Linieritas

Linearitas adalah kemampuan metode analisis memberikan respon proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Linieritas suatu metode merupakan ukuran seberapa baik kurva kalibrasi yang menghubungkan antara respon(y) dengan konsentrasi (x).

Linieritas dapat diukur dengan melakukan pengukuran tunggal pada konsentrasi yang berbeda-beda. Data yang diperoleh selanjutnya diproses dengan metode kuadrat terkecil, untuk selanjutnya dapat ditentukan nilai kemiringan (slope), intersep, dan koefisien korelasinya.

$$y = a + bx$$

Keterangan : a : Intersep
b : Slope

2. Presisi (ketelitian)

Presisi merupakan ukuran derajat keterulangan dari metode analisis yang memberikan hasil yang sama pada beberapa pengulangan, dinyatakan simpangan baku relatif (RSD) dan simpangan baku (SD). Simpangan baku (SD) dan simpangan baku relatif (RSD) dapat ditentukan dengan persamaan berikut:

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(M-\bar{M})^2}{n-1}}$$

Keterangan :

SD : Standar Deviasi (simpangan baku)

M : Konsentrasi hasil analisis

n : Jumlah pengulangan analisis

\bar{M} : Konsentrasi rata-rata hasil analisis

$$RSD = \frac{SD}{\bar{M}} \times 100 \%$$

Keterangan :

RSD : simpangan baku relative

\bar{M} : konsentrasi rata-rata hasil analisis

SD : Standar Deviasi

3. Kecermatan (Akurasi)

Akurasi adalah suatu kedekatan kesesuaian antara hasil suatu pengukuran dan nilai benar dari kuantitas yang diukur atau suatu pengukuran posisi yaitu seberapa dekat hasil pengukuran dengan nilai benar yang diperkirakan. Kecermatan dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*Recovery*) analit yang ditambahkan. Persen perolehan kembali dapat ditentukan dengan persamaan berikut (AOAC, 1993):

$$\%Recovery = \frac{(C_F - C_A)}{C^*A} \times 100 \%$$

Keterangan :

C_F : konsentrasi sampel + konsentrasi standar yang ditambahkan

C_A : konsentrasi sampel

C^*A : konsentrasi standar yang ditambahkan.

III. METODOLOGI PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada bulan April - Juli 2016 di Laboratorium Terpadu dan Sentra Inovasi Teknologi (LTSIT) Universitas Lampung. Analisis *Gas Chromatography – Mass Spectrofometer* dilakukan di LTSIT Universitas Lampung.

B. Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu labu destilasi, statif dan klem, kondensor, termometer, *heating mantle*, erlenmeyer, pipet tetes, *evaporator*, Column varian CP9074, fiber PDMS 100 μm , GC Varian CP-3800, MS Varian Saturn 2200, kolom VF 1-mS 30 M x 0,25 MM, vial dan *vandorn water sampler*.

Bahan yang digunakan yaitu standar PAH standar (fenantrena, antrasena, fluorantena, pyrena, benzo(a)antrasena, chrysenena, benzo(a)pyrena, benzo(e)pyrena, perylena), heksan, metanol, aseton dan isooktan.

C. Prosedur Penelitian

1. Preparasi Sampel

Sebelum melakukan pengambilan sampel, semua botol dicuci dengan heksana, metanol, dan aseton, kemudian dimasukkan kedalam alat *furnace* selama 12 jam dengan suhu 200°C.

Pengambilan sampel air laut dilakukan di 5 lokasi sebagai berikut:

- a. Lokasi R1 terletak di perairan dekat Pabrik Semen Batu Raja
- b. Lokasi R2 terletak di perairan dekat Peti Kemas
- c. Lokasi R3 terletak di perairan dekat pelabuhan Panjang
- d. Lokasi R4 terletak di tepian pantai dekat kapal nelayan berlabuh
- e. Lokasi R5 terletak di perairan dekat PT. Pertamina.

Pengambilan sampel air laut dilakukan menggunakan alat *vandorn water sampler*.

Sampel selanjutnya dimasukkan ke dalam botol steril dan disimpan dalam *ice box*.

2. Pemurnian Pelarut dan Persiapan alat

Isooktan dimurnikan dengan cara destilasi bertingkat, sedangkan pelarut yang lain seperti metanol, aseton dan heksan dimurnikan menggunakan alat evaporator dan botol vial 5 mL dan 10 mL dicuci dan difurnes pada suhu 200 °C, disiapkan *hot plate* selanjutnya disiapkan komponen SPME seperti fiber non polar, holder, pipet tetes, magnetik stirer dan dipastikan semua alat dalam keadaan bebas dari kontaminan.

3. Optimasi GC-MS

Penentuan PAH dengan menggunakan GC-MS ini terdiri dari beberapa langkah sebagai berikut:

1. Dibuka tabung Gas *Carrier*
2. Dinyalakan komputer
3. Setelah dilakukan *maintenance* pastikan bahwa *analyzer*, kabel *heater*, kolom dan *transfer line* terpasang dengan benar, lalu *vent analyzer* telah tertutup
4. Dibuka Sistem *Control Automation* dan aktifkan metode kondisi operasi
5. Dinyalakan GC dan MS dengan mengatur *switch* pada posisi *on*
6. Dicek sistem *vacum*
7. Diklik *Start Bakeout*, selama 12 jam.
8. Dilakukan *check Ion Trap* dan *Tuning* sistem
9. Diinjeksikan iso oktan sebanyak 1 μm selama 30 menit dan dilihat peaknya.

4. Aktivasi unit SPME

Langkah-langkah untuk mengaktifkan unit SPME sebagai berikut:

1. Disiapkan unit SPME
2. Diganti metode analisis pada komputer dengan metode yang sudah dibuat
3. Ditempatkan *holder* pada *injection port* selama 30 menit.

5. Pembuatan larutan standar PAH

Berdasarkan baku mutu air laut sudah ditetapkan bahwa konsentrasi maksimal PAH di air laut sebesar 3 $\mu\text{g/mL}$. Untuk penentuan kandungan senyawa PAH dalam sampel, dibuat larutan standar dengan konsentrasi 20 $\mu\text{g/mL}$, 40 $\mu\text{g/mL}$,

60 µg/mL dan 80 µg/mL dari standar PAH dengan konsentrasi 4 mg/L dengan cara pengenceran.

6. Ekstraksi Sampel Air Laut

Sampel air laut dari lokasi R1 diambil 5 mL dan dimasukkan dalam vial 10 mL lalu didalamnya diberi magnetik stirer kemudian ditutup dengan tutup karet yang sudah dilubangi dengan jarum. Selanjutnya alat SPME dimasukkan dalam vial melalui lubang kecil pada tutup karet kemudian diekstraksi menggunakan *hot plate* pada suhu 45°C selama 60 menit dengan kecepatan pengadukan 6 rpm menggunakan teknik *headspace*. Selanjutnya *holder* SPME diinjeksikan ke GC-MS selama 60 menit dan diamati hasil Kromatogramnya. Setelah didapatkan hasil kromatogram alat GC-MS dibersihkan dengan isooktan selama 30 menit, kemudian dilakukan langkah yang sama dengan sampel dari lokasi R2, R3, R4 dan R5.

7. Identifikasi senyawa Polisiklik Aromatik Hidrokarbon (PAH)

Setelah proses ekstraksi selesai, maka akan dilakukan identifikasi senyawa PAH menggunakan alat GC-MS, fiber yang telah diekstraksi dimasukkan dalam *injection port* dengan menggunakan metode yang sudah diatur untuk menentukan kandungan senyawa PAH apa saja yang terdeteksi. Penelitian ini menggunakan kombinasi antara kromatografi gas dengan spektrofotometri massa. Molekul akan dibaca oleh *Spektrofotometer* massa, dengan cara menangkap, mengionisasi, membelokkan dan mendeteksi molekul terionisasi secara terpisah. *Spektrofotometer* akan memecah molekul dan akan mengionisasi kemudian

mendeteksi fragmen-fragmen dalam menentukan rasio setiap analit yang terdapat dalam PAH seperti terlihat pada Tabel 4 berikut ini:

Tabel 4. Beberapa Senyawa PAH dan nilai m/z nya.

No	Senyawa PAH	m/z
1	D(ghi)Naftalena (Dg-Naf)	136
2	D(ghi)Acepaph (Dg-Acepaph)	162
3	Fenantrena (Fen)	178
4	Antrasena (Ant)	178
5	D10-Antrasena	188
6	4-Hcyclopenta(def) Fenantrena (CPF)	190
7	Fluorantena (Fluo)	192
8	Pyrena (Pyr)	202
9	Metil Fenantrena (MF)	202
10	Benz (a) Antrasena (BaA)	216
11	MetilPyrena (MPy)	216
12	crysena (Cry)	228
13	Dn-benz (a) Antrasena (Dn-BaA)	240
14	MetilCrysena (MCry)	242
15	D12-Pterpena	244
16	Benzo (b) fluorantena (BbF)	252
17	Benzo (e) pyrena (BeP)	252
18	Benzo (a) pyrena (BaP)	252
19	Perylena (Per)	252
20	Dn-Perylena	264
21	Indeno (1,2,3-cd) pyrena(IndP),	276
22	benzo (ghi) perylena (BghiP)	276
23	Coronen (Cor)	300

8. Penentuan Konsentrasi Senyawa Polisiklik Aromatik Hidrokarbon (PAH)

Konsentrasi senyawa PAH pada sampel air laut ditentukan dari data yang terdeteksi pada alat GC-MS, dimana sumbu x menunjukkan waktu penyimpanan (*retention time*) dan sumbu y menunjukkan Intensitas (*Count*). Masing-masing *peak* menunjukkan senyawa PAH yang berbeda dengan berat molekul (m/z) yang berbeda pula.

Pengukuran kadar sampel dapat dilakukan menggunakan luas area sample dan regresi linier larutan standar PAH, dengan rumus sebagai berikut :

$$y = a + bx$$

$$C_{\text{reg}}(x) = \frac{y - a}{b}$$

C_{reg} : Konsentrasi yang diperoleh dari persamaan regrensi

y : Luas area sampel

9. Validasi Metode

Penelitian ini menggunakan 3 validasi metode yaitu linieritas, presisi dan akurasi.

a. Linearitas

Linieritas dapat diukur dengan melakukan pengukuran pada setiap larutan standar dari 9 jenis PAH yang tersedia masing-masing diinjeksikan pada instrumen GC-MS secara langsung, kemudian data yang diperoleh diproses dengan metode kuadrat terkecil, untuk selanjutnya dapat ditentukan nilai kemiringan (slope), intersep dan koefisien korelasinya.

b. presisi

Presisi dilakukan dengan mengukur konsentrasi PAH pada salah satu sampel, dimana sampel diambil 5mL, lalu dimasukkan ke vial 10mL dan diekstraksi selama 60 menit, selanjutnya dianalisis menggunakan GC-MS. Analisis dilakukan sebanyak 3 kali pengulangan untuk menentukan ketelitian dari metode SPME.

c. Akurasi

Akurasi dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (%recovery) analit yang ditambahkan. Pada penelitian ini, persen perolehan kembali ditentukan dengan cara menambahkan larutan standar 80 µg/mL pada larutan sampel, kemudian dihitung dengan persamaan berikut:

$$\% \text{Recovery} = \frac{(C_F - C_A)}{C^*A} \times 100 \%$$

Keterangan :

C_F : konsentrasi sampel + konsentrasi standar yang ditambahkan

C_A : konsentrasi sampel

C^*A : konsentrasi standar yang ditambahkan (AOAC, 1993).

V. KESIMPULAN

A. Simpulan

Berdasarkan hasil analisis dan Pembahasan pada penelitian ini, maka diperoleh kesimpulan sebagai berikut :

1. senyawa PAH di perairan pelabuhan panjang terdeteksi 9 jenis yaitu fenantrena, antrasena, fluorantena, pyrena, benzo(a)antrasena, crysena, benzo(a)pyrena, benzo(e)pyrena dan perilena.
2. Kadar PAH total pada lokasi pengambilan sampel berada pada rentang 160,04 $\mu\text{g/L}$ - 1595 $\mu\text{g/L}$ dengan rata-rata 631,576 $\mu\text{g/L}$.
3. Validasi metode dalam penelitian ini dapat digunakan sebagai data standar untuk menentukan kandungan senyawa PAH dalam sampel air laut menggunakan metode SPME yang dihubungkan dengan alat GC-MS. Dengan presisi <32% dan akurasi berada pada rentan 80-120%.

B. Saran

Keberadaan senyawa PAH di perairan pelabuhan Panjang telah melebihi baku mutu yang ditetapkan oleh Kantor Menteri Negara Lingkungan Hidup (KMNLH) No.51 tahun 2004 sehingga memiliki dampak negatif terhadap biota perairan maupun kesehatan masyarakat yang tinggal disekitar Pelabuhan Panjang. Untuk mengurangi tingkat pencemaran PAH di pelabuhan Panjang, perlu dilakukan efisiensi dalam penggunaan bahan bakar minyak serta penerapan nyata aturan dan perundang-undangan, pemberian sanksi dan melakukan monitoring secara berkala.

DAFTAR PUSTAKA

- Achyani, R. 2011. *Karakteristik Polycyclic Aromatic Hydrocarbons (PAH) di Air dan Sedimen Serta Akumulasinya Pada Tubuh Ikan Nomei (Horpodon Nehereus) di Perairan Tarakan*. Institut Pertanian Bogor. Bogor.
- Agustine, D. 2008. *Akumulasi Hidrokarbon Aromatik Polisiklik (PAH) dalam Kerang Hijau (Verna Viridis L) di Perairan Kamal Muara, Teluk Jakarta*. FPIK IPB. Bogor.
- Anonim. 2013. https://id.wikipedia.org/wiki/Pelabuhan_Panjang. diakses pada tanggal 19 Maret 2016 pada pukul 21.00WIB.
- Anonim. 2016. <http://www.eag.com/mc/gas-chromatography-mass-spectrometry.html>. diakses pada tanggal 27 maret 2016 pada pukul 19.00WIB.
- AOAC. 1993. Peer Verified Methods Programe, Manual on Pociess and Procedures. Arlington. VA.
- Baek, S.O., Field, R.A., Goldstone, M.E. 1991. *A review of atmospheric polycyclic aromatic hydrocarbons: sources, fate, and behavior*. Water Air Soil Poll, 60: 279-300.
- Baugh, P.J. 1993. *Gas Chromatography: A Pratical approach*. Oxford University Press. Pp 11-21
- Culootta, L., C.D. Stefano, A., M.R. Mannino., S. Groecchia. 2006. *The PAH composition of surface sedimen from stagnone coastal Loogon, Marsala (Italy)*. Maryne Chemistry 99. 117-127.
- Dominguez, C., Sarkar, S.K., A. Bhattacharya., M. Chartterjee., B.D. Bhattacharya., E. Joper., J. Albaiges., J.M. Bayona., Md. A. Alam., K.K. Satpathy. 2010. *Quantification and source identification of polycyclic aromatic hydrocarbons in core sediments from sundarban mangrofe wetland*. Archie of Enfironmental Contamination and Toxicology. India.

- Effendi, H. 2003. *Telaah Kualitas Air bagi Pengelolaan Sumber Daya dan Lingkungan Perairan*. Cetakan Kelima. Kanisius. Yogyakarta.
- Falahudin, D., A. Zainal., T. Wagey. 2011. *Distribution of Polycyclic Aromatic Hydrocarbon (PAH) and heavy metals in coastal waters of Timor sea*. ATSEA. Cruise Report, UNP.
- Helfinalis. 2000. *Aspek Oseonografi Bagi Peruntukan Lahan di Wilayah Pantai Teluk Lampung*. Proyek Inventarisasi dan Evaluasi Potensi Laut dan Pesisir. PPPLI-LIPI. Jakarta.
- Hung, Chang-Chin., Gwo-Ching Gong., Fung-Chi Ko., Hung-Jen Lee., Hung-Yu Chen., Jian-Ming Wua., Min-Lan Hsu., Sen-Chueh Peng., Fan-Hua Nan., P.H. Santschi. 2011. *Polycyclic aromatic hydrocarbons in surface sediments of the East China Sea and their relationship with carbonaceous materials*. *Mar. Poll. Bull.* 63: 464-470.
- Khopkar, S.M. 2003. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. UI-Press. Jakarta.
- KMNLH. 2004. *Keputusan Menteri Negara dan Lingkungan Hidup No.51 Tentang Baku Mutu Air Laut untuk Kehidupan Biota Laut*. 11 hal.
- Lah, K. 2011. *Polycyclic Aromatic Hydrocarbons*. <http://toxipedia.org/display/toxipedia/Polycyclic+Aromatic+Hydrocarbons>. Akses tanggal 21 Mei 2015.
- Maher, W.A., J. BAGG., Smith, D.J. 1979. *Determination on PAH in marine sediments using solvent extraction, thin layer chromatography and spectrofluorimetry*. *Int.J. Environ. Anal. Chem.*, 7:1-10.
- Mille, James N., Miller Jane C. 2006. *Statistics and Chemometrics for Analytical Chemistry*, Sixth Edition, Pearson Education Ltd. Inggris.
- Munawir, K. 2007. *Kadar Polisiklik Aromatik Hidrokarbon (PAH) dalam Air, Sedimen dan Sampel Biota di perairan Teluk Klabat Bangka*. *Bangka. Oseanol. Limnol. Indonesia* 33:441-453.
- Navenka, B., F. Maya., P. Vanda . 2007. *Polycyclic Aromatic Hydrocarbons and ecotoxicology characterization of sea water, sediment and mytilus galloprovincialis from the Gulf of Rijeka, the Adriatic Sea, Croatia*. *Croatia. Environmental Contamination and Toxicology*, 52(3): 379-387.
- Neff, J. M. 1979. *Polycyclic aromatic hydrocarbons in the aquatic environment*. Applied Science Publishers Ltd. London.
- Nemr, A.E., Said, T.O., Khaled, A. 2006. *Distribution and sources of PAH in surface*

sediments of the Suez Gulf. *Envir. Monit. T and Ass*:1-26.

National Research Council [NRC]. 2003. *Nutrient Requirements of Poultry*. Academy Pr. Washington DC.

Orecchio, S., Viviana, P.C., Loredana C. 2009. *Polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in coffee brew samples: Analytical method by GC-MS, profile, levels and sources*. *Journal of Food and Chemical Toxicology* 47:819-826.

Pariwono, J.I. 1999. *Kondisi Oseanografi Perairan Pesisir Lampung*. Proyek Pesisir Publish. Jakarta.

Pelindo II, PT. 2001. *Rencana Strategis Pelabuhan Panjang 2002-2006*. Pelindo II Cabang Panjang. Bandar Lampung.

Pohan, Rizki Fitri Andriyana. 2012. *Alifatik dan Polisiklik Aromatik Hidrokarbon Di Sedimen Muara Sungai Sumber, Teluk Balikpapan, Kalimantan Timur*. Skripsi IPB. Bogor.

Ratnaningsih, D. 2000. *Pengetahuan Umum Tentang Kromatografi Gas Spektrometri Massa (GCMS)*. Puser Pedal-Bapedal. Jakarta.

Rinawati., Nurul Utami., Wasinton Simanjuntak. 2008. *Solid-Phase Microextraction Untuk Monitoring Air Laut Pelabuhan Panjang*. *J. Sains MIPA*, Agustus 2008, 14(2), Hal.: 101-106.

Riyanto. 2014. *Validasi dan Verifikasi Metode Uji*. Budi Utama. Yogyakarta.

Sanchez, C. 2003. *Development Of Methods For Solventless or Low Volume Solvent Extraction*. Departement Of Analytical Chemistry: Stockholm University. Pp 12 – 20

Sastrohamidjoyo, H. 1982. *Spektrometri Massa*. Gajah Mada. University Press.
 Dalam: Rachmat E.H. 2004. *Analisi Senyawa Volatil Dalam Ikan Tongkol Dengan metode Heatspace Solid Phase Microextraction-Gas Chromatography Mass Spectrometry (HS-SPME/GC-MS)*. Universitas Lampung. Pp 26

Torres, S.N.C. 2005. *Improved Detection of TNT using SPME- TEEM-GC/MD Mode Immersion in water and soil*. *Thesis Master of Science*. University of Puerto Rico. Mayaguez Campus. p 1-107.

Wiryanawan, B., Sukmara, A., Terok, F., Tighe, S.A. 1999. *Atlas Sumber daya Wilayah Pesisir Lampung*. Lampung. Kerjasama Pemda.

- Uthe, J. F .1991. *PAH in the environtment. Marine Chemistry Division.*
Departement of Fisher and Ocean. Halifax. Chanadian Chemical News.
- Yunker, M.B., R.W. Macdonald., R. Vingazan., R.H. Mitchell., D. Goyette., S.
Sylvestre. 2002. *PAHs in the Fraser River basin: a critical appraisal of
PAH ratios as indicators of PAH sources and composition.* Organic
Geochemistry, 33:489-515.
- Zakaria, M.P dan Mahat, A.A. 2006. *Distibution of Polycyclic Aromatic
Hydrocarbon (PAHs) in Sediments in the Langet Estuary.* Coastal Marine
Science 30(1): 387-395.