

**PENENTUAN KANDUNGAN SENYAWA POLISIKLIK AROMATIK  
HIDROKARBON (PAH) DI PERAIRAN DAERAH PERMUKIMAN  
TELUK BETUNG MENGGUNAKAN METODE *SPME GC-MS***

**(Skripsi)**

**Oleh :**

**YUNSI'U NASY'AH**



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

## ABSTRAK

### **PENENTUAN KANDUNGAN SENYAWA POLISIKLIK AROMATIK HIDROKARBON (PAH) DI PERAIRAN DAERAH PERMUKIMAN TELUK BETUNG MENGGUNAKAN METODE *SPME GC-MS***

Oleh

Yunsi' u Nasy' ah

Telah dilakukan penelitian penentuan kandungan senyawa polisiklik aromatik hidrokarbon (PAH) di perairan daerah permukiman Teluk Betung. Konsentrasi PAH ditentukan menggunakan *Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS)* dengan metode *Solid Phase Microextraction (SPME)*. Validasi metode yang dilakukan yaitu linieritas dan presisi. Hasil analisis menunjukkan konsentrasi total PAH di lokasi perairan daerah permukiman ini berada pada rentang 34,16 µg/L - 152,81 µg/L dan rata-ratanya adalah 116,92 µg/L, sehingga konsentrasi total PAH di perairan ini sudah di atas ambang baku mutu yang ditetapkan oleh Kementerian Lingkungan Hidup RI, 2004. Metode ini menunjukkan hasil baik dengan presisi (ketelitian) berkisar 13% - 23%. Hasil analisis identifikasi sumber PAH menunjukkan bahwa jenis PAH di perairan ini didominasi oleh senyawa PAH dengan berat molekul tinggi yang berasal dari pembakaran bahan organik dan pembakaran minyak.

Kata Kunci : PAH, perairan, permukiman Teluk Betung, Lampung

## **ABSTRACT**

### **DETERMINATION OF POLYCYCLIC AROMATIC HIDROCARBON (PAHs) COMPOUND IN WATER AREA ON TELUK BETUNG USING GC-MS SPME METHOD**

Oleh

Yunsi'u Nasy'ah

The Research have been conducted to determined the content of polycyclic aromatic hidrocarbon. PAHs concentration had determined using Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS) with Solid Phase Microextraction (SPME) method. Validation method used were linearity and precision. The results showed PAHs total concentration in the water area were in the range of 34,16  $\mu\text{g/L}$  -152,81  $\mu\text{g/L}$ , the average was 116,92  $\mu\text{g/L}$ , therefore the concentration of the PAHs is above the quality standard of Kementrian Lingkungan Hidup RI, 2004. The method showed result of the analysis precision were in the range 13% - 23%. The results individual ratio show that PAHs variety in water were dominated by high molecules weight PAHs. The source in water derived from a variety of oil combustion and organic materials combustion.

Keyword : PAH, waters, village area on Teluk Betung, Lampung

**PENENTUAN KANDUNGAN SENYAWA POLISIKLIK AROMATIK  
HIDROKARBON (PAH) DI PERAIRAN DAERAH PERMUKIMAN  
TELUK BETUNG MENGGUNAKAN METODE *SPME GC-MS***

**Oleh :**

**YUNSI'U NASY'AH**

**Skripsi**

**Sebagai salah satu syarat untuk mencapai gelar  
SARJANA SAINS**

**Pada**

**Jurusan Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Lampung**



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

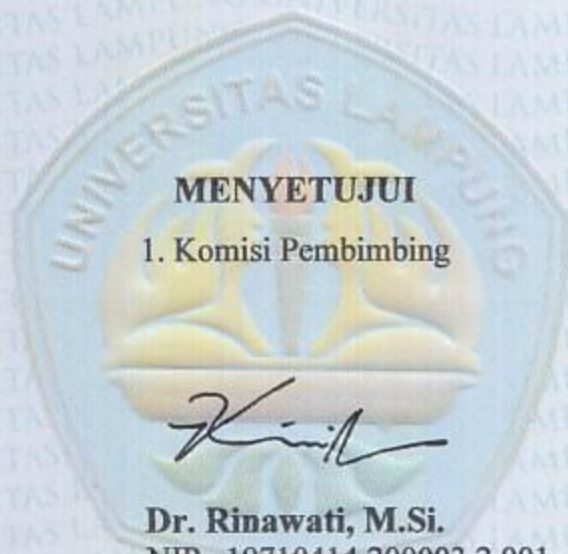
Judul Skripsi : **PENENTUAN KANDUNGAN SENYAWA  
POLISIKLIK AROMATIK HIDROKARBON (PAH)  
DI PERAIRAN DAERAH PERMUKIMAN TELUK  
BETUNG MENGGUNAKAN METODE *SPME GC-MS***

Nama Mahasiswa : **Yunsi'u Nasyah**

No. Pokok Mahasiswa : 1217011069

Jurusan : Kimia

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



2. Ketua Jurusan Kimia FMIPA

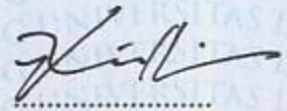
  
**Dr. Eng. Supto Dwi Yuwono, M.T.**  
NIP 19740705 200003 1 001



## MENGESAHKAN

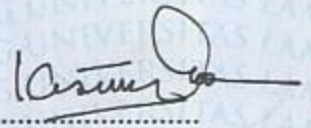
### 1. Tim Penguji

Ketua : **Dr. Rinawati, M.Si.**



Penguji

Bukan Pembimbing : **Dr. Agung Abadi Kiswandono, M.Sc.**



Penguji

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



### 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 Kelurahan Tanjung Harapan, Kecamatan Seputih Banyak, Kabupaten Lampung Tengah pada tanggal 8 Mei 1994, sebagai putri kedua dari dua bersaudara buah hati Bapak Syamsudin dan Ibu Siti Zulaiha.

Tahun 2000 mengawali pendidikan formal di SD Negeri 5 Tanjung Krajan dan 2005 di SD 1 Tanjung Harapan kemudian lulus tahun 2006. Kemudian melanjutkan pendidikan di SMP Negeri 1 Seputih Raman tahun 2006 hingga 2009, dan SMA Negeri 9 Bandar Lampung tahun 2009 hingga 2012. Pada tahun yang sama, penulis diterima sebagai mahasiswa Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung

Selama menjadi mahasiswa pernah terdaftar dalam organisasi internal kampus yaitu pada tahun 2013 menjadi anggota Biro Usaha Mandiri Himpunan Mahasiswa Kimia dan menjadi anggota UKM Bulutangkis. Pada tahun 2014 penulis menjadi bendahara umum UKM Bulutangkis. Selain itu untuk menambah keterampilan kerja di Laboratorium pada tahun 2015 penulis menjadi Asisten Praktikum Kimia Dasar dan pada tahun 2016 Asisten Praktikum Cara Cara Pemisahan. Pada tahun yang sama penulis melaksanakan Kuliah Kerja Nyata (KKN) di Pekon Baturaja, Kecamatan Pesisir Utara, Kabupaten Pesisir Barat.

## MOTTO

*”Maka apabila kamu telah selesai dari satu urusan maka kerjakanlah dengan sungguh-sungguh urusan yang lain” (QS. Al Insyirah:7)*

*” Barang siapa yang bersungguh-sungguh, sesungguhnya kesungguhannya itu adalah untuk dirinya sendiri” (QS. Al Ankabut 29:6)*

*” Urip iku urup” (Falsafah Jawa)*



## PERSEMBAHAN

*Bismillahirrohmannirrohim . . . . .*

*Puji syukur kehadirat ALLAH subhanahuwata'ala, yang telah memberikanku waktu-waktu indah dalam proses hidupku, sehingga aku dapat mempersembahkan skripsi ini teruntuk;*

♥ *Ibu dan Ayahku tercinta, terima kasih atas doa dan dukungan yang luar biasa terhadap ananda. Semoga ALLAH memperkenankan ananda untuk selalu memberikan lebih banyak kebahagiaan di masa depan.*

♥ *Mas Jihad Daru Quthni, Mbak Dini, dan Adek Ayesha terima kasih karena selalu memberikan senyum, canda tawa yang selalu menjadi warna*

♥ *Keluarga besarku tercinta, terima kasih atas semangat yang kalian tuangkan dalam setiap keletihanku.*

♥ *Sahabat-sahabatku tersayang atas segala pengalaman suka, duka, canda, tawa, tangis haru yang telah kita lewati bersama. Semua hal itu akan sangat kurindukan di masa mendatang.*

♥ *Para pendidik dengan ketulusan dan kesabarannya dalam mendidikku*

♥ *Almamaterku*

## SANWACANA

*“Assalamu’alaikumwarahmatullahiwabarakatuh”*

*Alhamdulillahirabbil’alamin*, segala puji dan syukur penulis haturkan kepada Allah SWT, maha kuasa atas bumi, langit dan seluruh isinya. Serta hakim yang maha adil di hari akhir nanti. *Shalawat* serta salam tak lupa selalu tercurahkan kepada Nabi Muhammad SAW beserta keluarga, sahabat, dan seluruh umatnya yang selalu taat mengamalkan ajaran dan sunnahnya. Terima Kasih untuk ayah dan ibu tercinta yang telah memberikan kasih sayang, membimbing, mendidik, dan memberikan support untuk menyelesaikan studi di jurusan kimia baik spiritual dan material, serta menjadi inspirasi dan motivasi, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul :

**Penentuan Kandungan Senyawa Polisiklik Aromatik Hidrokarbon (PAH) di Perairan Daerah Permukiman Teluk Betung Menggunakan Metode *SPME GC-MS***

Skripsi ini disusun sebagai salah satu syarat untuk mendapatkan gelar Sarjana Sains pada Jurusan Kimia FMIPA Unila. Pada kesempatan ini, penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Bapak Prof. Warsito, S.Si., DEA., Ph.D. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.

2. Bapak Dr. Eng. Suropto Dwi Yuwono, M. T. selaku Ketua jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung
3. Ibu Rinawati, Ph.D. selaku pembimbing pertama, yang telah memberikan bantuan, saran dan nasihat, serta motivasinya yang sangat berarti sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi ini.
4. Bapak Dr. Agung Abadi Kiswandono, M.Sc. selaku Pembahas Pertama, yang telah memberikan kritik dan saran kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.
5. Ibu Dr. Ni Luh Gede Ratna Juliasih, M.Si, selaku pembahas kedua, yang telah memberikan kritik dan saran kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.
6. Bapak Drs. R Supriyanto, M.S, selaku Pembimbing Akademik atas segala bimbingan, bantuan, saran dan nasihat, serta motivasinya yang sangat berarti kepada penulis selama menjadi mahasiswa.
7. Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung atas seluruh ilmu yang diberikan.
8. Mb Alip, Adek tia (Haditia Lora), Mas Yoga, Neng Resqi, Dian Retnowati, Keluarga besar kosan Wisma Risky, Sekeluarga Bude Susi, Mb Siska Kimia 2009, Kimia 2010 : Mb Lolita dan Mb Rini, Kimia 2011: Mb Ayu, Mb Daniar, Mb Mega, Mb Mila, Tante Giofani, Kak Anggino, Kak Yusri dan Mb Lewi yang telah memberikan bantuan, semangat, dukungan dan do'a kepada penulis.
9. Sahabat-sahabat terbaikku Dela, Aisah, Nila, Ningrum, Atma, dan Indry yang dari awal selalu mengingatkan dikala lalai, selalu memberi semangat, dan bantuan, terima kasih atas persaudarannya hingga saat ini dan nanti.

10. Keluarga besarku serta saudara-saudaraku yang tidak dapat Aku sebutkan satu persatu atas doa, dukungan, kasih sayang, dan nasihatnya.
11. Temen seperjuangan dan rekan kerja Laboratorium UPT LTSIT : Riandra, Rio, Tri, Dewi, Intan, Derry, Bu Yuli Anita Dwi Wahyuni, M.Si., Lulu, Diki, dan Paul, terimakasih atas kerja sama, bantuan, pengertian, dan dukungan, serta motivasinya selama penelitian.
12. Rekan-rekan dan keluargaku Kimia Angkatan 2012 Debo, Ismi, Ajeng, Susi, Arya, Sofian, Dwi, Maul, Murni, Sukanto, Mb Lita, Ulfa, Adi, Jeje, Rifky, Iin, Anwar, Reno, Dona, Arif, Radius, Yepi, Tazkiya, Tiara, Wiwin, Febita, Debi, Elsa, Eka, Ubai, Adit, Edi, Feby, Ana, Rizal, Imani, Meta, Ruwai, Fifi, Putri, Syatira, dan Diani, terimakasih untuk kebersamaan, persaudaraan, cerita dan kenangan selama menempuh pendidikan di kampus.
13. Seluruh karyawan UPT LTSIT: Kak Wagiran, Mb Yunia, Mb Putri, Mb Wid, Kak Miftah, dan Kak Purna, dan Paman, terimakasih atas doa, kerja sama, bantuan, pengertian, dan motivasinya selama penelitian.
14. Sahabatku di UKM Bulutangkis 2014-2015 Fendi, Selvi, Mia, dan Maei terimakasih atas kerjasama serta canda tawa selama satu tahun periode kepengurusan.
15. Teman-teman Kuliah Kerja Nyata (KKN) 2016 Pekon Baturaja, Kecamatan Pesisir Utara, Kabupaten Pesisir Barat.
16. Sahabat-sahabatku *Exclusive Class* SMAN 9 Bandar Lampung 2012
17. Mbak Nora dan Pak Gani, terima kasih telah banyak membantu dan mempermudah dalam proses administrasi.
18. Kakak dan adik tingkat penulis kimia angkatan 2008, 2009, 2010, 2012, 2013, 2014, 2015 dan 2016.

19. Seluruh keluarga besar Jurusan Kimia
20. Almamater tercinta, Universitas Lampung.
21. Semua pihak yang telah membantu penulis selama kuliah, penelitian, hingga penulisan skripsi ini. Semoga Allah SWT membalas kebaikan mereka serta senantiasa menjaga mereka dalam lindungan-Nya. *Aamiin*. Penulis menyadari bahwa dalam penulisan skripsi ini masih terdapat kekurangan dan kesalahan, untuk itu penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun demi perbaikan penulisan di masa datang.

Bandar Lampung, 23 Agustus 2016

Penulis

**Yunsi'u Nasy'ah**



## DAFTAR ISI

	Halaman
<b>DAFTAR ISI</b> .....	i
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	iv
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	v
<b>I. PENDAHULUAN</b>	
A. Latar Belakang .....	1
B. Tujuan Penelitian .....	4
C. Manfaat Penelitian .....	4
<b>II. TINJAUAN PUSTAKA</b>	
A. Pencemaran .....	5
B. Validasi Metode .....	8
C. Senyawa Polisiklik Aromatik Hidrokarbon (PAH).....	10
D. Teknik Ekstraksi .....	16
E. Metode Ekstraksi Mikro Fase Padat.....	16
F. Metode Berongga ( <i>Headspace method</i> ) .....	17
G. Prinsip Dasar <i>SPME</i> .....	17
H. Parameter yang Mempengaruhi <i>SPME</i> .....	20
I. Aplikasi dan Keistimewaan <i>SPME</i> .....	20
J. Cara Ekstraksi.....	21

K. Metode Kromatografi gas dan Spektrometri Massa ( <i>GCMS</i> ) .....	21
---	----

### **III. METODOLOGI PENELITIAN**

A. Waktu dan Tempat Penelitian .....	25
B. Alat dan bahan.....	25
C. Prosedur Penelitian.....	26
1. Preparasi Sampel .....	26
2. Pemurnian Pelarut dan Persiapan Alat .....	26
3. Optimasi GC-MS .....	26
4. Aktivasi Unit SPME .....	27
5. Pembuatan Larutan Standar PAH .....	27
6. Ekstraksi Sampel Air Laut.....	28
7. Identifikasi Senyawa PAH .....	28
8. Penentuan Konsentrasi Senyawa PAH .....	29
9. Validasi Metode.....	30

### **IV. HASIL DAN PEMBAHASAN**

A. Profil PAH.....	31
B. Identifikasi Sumber PAH di Perairan Permukiman Bumi Waras .....	36
C. Konsentrasi PAH.....	38
D. Validasi Metode .....	42
1. Linieritas .....	43
2. Presisi .....	47

### **V. KESIMPULAN DAN SARAN**

A. Kesimpulan.....	49
B. Saran.....	50

<b>DAFTAR PUSTAKA</b> .....	51
<b>LAMPIRAN</b> .....	55

## DAFTAR TABEL

	Halaman
1. Beberapa Jenis PAH Diperairan .....	12
2. Klarifikasi Perairan Berdasarkan Kadar PAH .....	14
3. Baku Mutu Air Laut untuk Wisata Bahari .....	15
4. Senyawa PAH dan Nilai m/z .....	29
5. Penentuan Titik Koordinat Pengambilan Sampel .....	32
6. Data Analisis Kualitas Air di Perairan Permukiman Teluk Betung.....	32
7. Metode diagnosa rasio PAH .....	37
8. Nilai RSD dari sampel Y1 .....	48
9. Data Konsentrasi PAH .....	60
10. Data Presisi sampel Y1 .....	62
11. Perhitungan Presisi Y1 .....	63
12. Hasil Diagnosa Rasio .....	64

## DAFTAR GAMBAR

	Halaman
1. Skema Alat SPME .....	19
2. Skema Alat GCMS.....	22
3. Peta Perairan Daerah Permukiman Kecamatan Bumi Waras .....	31
4. Profil PAH pada sampel Y1 .....	34
5. Profil PAH pada sampel Y2.....	34
6. Profil PAH pada sampel Y3 .....	35
7. Profil PAH pada sampel Y4 .....	35
8. Profil PAH pada sampel Y5 .....	36
9. Konsentrasi individu PAH pada sampel Y1 .....	40
10. Konsentrasi individu PAH pada sampel Y2 .....	40
11. Konsentrasi individu PAH pada sampel Y3 .....	41
12. Konsentrasi individu PAH pada sampel Y4 .....	41
13. Konsentrasi individu PAH pada sampel Y5 .....	42
14. Kurva Regresi PAH fenantrena.....	44
15. Kurva Regresi PAH antrasena .....	44
16. Kurva Regresi PAH fluorantena .....	45
17. Kurva Regresi PAH pyrena.....	45
18. Kurva Regresi PAH benzo(a)antrasena .....	46



19. Kurva Regresi PAH chrysenena .....	46
20. Kromatogram sampel Y1 .....	56
21. Kromatogram sampel Y2 .....	56
22. Kromatogram sampel Y3 .....	57
23. Kromatogram sampel Y4 .....	57
24. Kromatogram sampel Y5 .....	58
25. Kromatogram Sampel Y1 Pengulangan ke-1.....	58
26. Kromatogram Sampel Y1 Pengulangan ke-2.....	59
27. Kromatogram Sampel Y1 Pengulangan ke-3.....	59
28. Kurva regresi PAH fenantrena.....	60
29. Kurva Diagnosa Rasio Individu PAH (D1) .....	64
30. Kurva Diagnosa Rasio Individu PAH (D2) .....	65
31. Kurva Diagnosa Rasio Individu PAH (D3) .....	65
32. Kurva Diagnosa Rasio Individu PAH (D4) .....	66
33. Kurva Diagnosa Rasio Individu PAH (D5) .....	66
34. Kurva Diagnosa Rasio Individu PAH (D6) .....	67
35. Instrumen <i>GC-MS</i> .....	68
36. Perangkat <i>SPME</i> .....	68
37. Proses Ekstraksi .....	69
38. Perairan Daerah Permukiman Bumi Waras .....	69
39. Proses Pengambilan Sampel .....	70

## I. PENDAHULUAN

### A. Latar Belakang

Laut merupakan kekayaan alam yang memiliki arti penting dan bermanfaat di mana laut mempunyai peranan penting dalam siklus hidrologi, struktur kimia atmosfer dan berbagai kegiatan transportasi (Effendi, 2003). Perairan pesisir merupakan perairan yang dikenal sebagai perairan yang mengandung kekayaan potensial untuk memenuhi kebutuhan manusia. Beberapa kekayaan potensial perairan pesisir di antaranya adalah sumber daya perikanan, sumber daya mineral dan tambang, sumber daya obat-obatan, sumber daya energi alternatif dari arus dan gelombang, serta sumber daya alami untuk media transportasi, keamanan, dan pariwisata (Bengen, 2000).

Salah satu perairan pesisir yang sibuk dengan aktivitas penangkapan ikan, wisata bahari, permukiman dan penambangan adalah Perairan Teluk Lampung.

Permukiman yang berada di pesisir Teluk Lampung salah satunya berada di kecamatan Bumi Waras. Kecamatan tersebut mempunyai luas wilayah 3,75 km<sup>2</sup>. Jumlah penduduk tahun 2010 yaitu sebanyak 55.667 jiwa yang terdiri dari 28.421 laki-laki dan 27.256 wanita. Sebagian besar penduduknya merupakan nelayan. Kecamatan ini dijadikan sebagai kawasan wisata dan perdagangan besar yang

menjadi pusat perekonomian Bagian Wilayah Kota (BWK) Teluk Betung (Badan Pusat Statistik Kota Bandar Lampung, 2015).

Jumlah penduduk yang semakin meningkat dan seiring dengan banyaknya aktivitas pembangunan industri maka semakin besar pula dampak yang ditimbulkan, terutama terjadinya peningkatan dalam masalah pencemaran lingkungan. Seperti yang terjadi di daerah sekitar Teluk Lampung, banyaknya aktivitas masyarakat permukiman yang membuang limbah rumah tangga langsung ke perairan dan aktivitas pabrik yang mana pembuangan limbah terakhirnya yaitu laut, hal ini akan menyebabkan pencemaran. Contoh polutan yang dapat mencemari perairan laut adalah 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).

Banyaknya kegiatan yang berlangsung di permukiman Bumi Waras salah satunya yang tidak menutup kemungkinan terjadinya pencemaran air laut oleh senyawa PAH. Polutan PAH yaitu salah satu jenis polutan organik yang volatil. Senyawa tersebut bersifat karsinogenik yang apabila masuk ke laut dalam konsentrasi yang cukup besar dapat menyebabkan rusaknya biota laut. Akibatnya yaitu dapat mengganggu ekosistem dalam laut. Selain itu, apabila biota tersebut sudah terakumulasi dan dikonsumsi oleh manusia maka dapat menyebabkan keracunan dan bahkan juga kematian (Ahmad, 2012). PAH terdiri dari 2 atau lebih rantai karbon siklik yang memiliki stabilitas yang tinggi di lingkungan, mempunyai sifat hidrofobik yang tinggi

dan struktur kimia yang stabil, sifatnya tidak mudah larut dan dapat dengan cepat terserap melalui partikel tanah, terutama pada bahan-bahan organik (Tang dkk.,2005).

Sumber komponen minyak di wilayah permukiman kecamatan Bumi Waras ini kemungkinan berasal dari buangan air bilas kapal dari pelabuhan panjang, ceceran bahan bakar mesin-mesin kapal dan buangan oli bekas di daratan. Bahan pencemar senyawa PAH tersebut sangat berbahaya apabila lebih dari nilai baku pencemaran. Oleh sebab itu perlu diadakan penelitian pengukuran konsentrasi untuk mengetahui berapa besar kandungan senyawa organik PAH yang terdapat di perairan Teluk Lampung yang di kawasan permukiman Bumi Waras.

Penentuan kandungan senyawa PAH ini membutuhkan suatu metode analisis. Metode analisis yang sering digunakan yaitu ekstraksi cair-cair, sokletasi, ekstraksi fasa padat (*solid phase extraction/ SPE*) maupun metode pelepasan dan penjebakan (*purge and trap*). Tetapi metode ini tidak cukup efisien, selain menggunakan pelarut yang tidak sedikit dan harganya cukup mahal, waktu yang dibutuhkan untuk menganalisisnya pun sangat lama. Oleh karena itu untuk mengatasi masalah di atas, maka digunakan sebuah metode yang dikenal sebagai metode mikroekstraksi fasa padat atau *solid phase microextraction (SPME)*. Kelebihan metode ini bila dibandingkan dengan metode sebelumnya yaitu tidak menggunakan pelarut dalam mengisolasi senyawa organik volatil dari sampel air dan waktu yang dibutuhkan untuk menganalisis relatif sangat cepat, sederhana , dan sensitivitas tinggi (Chee dkk., 1999), sehingga untuk menentukan kandungan senyawa PAH di perairan permukiman Teluk Betung ini akan menggunakan metode *SPME*.

## **B. Tujuan Penelitian**

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Mengidentifikasi senyawa PAH di perairan kawasan permukiman Bumi Waras Teluk Betung
2. Menentukan konsentrasi senyawa PAH di perairan kawasan permukiman Bumi Waras Teluk Betung
3. Melakukan validasi metode dengan parameter linearitas dan presisi

## **C. Manfaat Penelitian**

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi yang berupa data ilmiah tentang pencemaran senyawa PAH di perairan daerah permukiman Bumi Waras Teluk Betung sehingga dapat dijadikan masukan bagi pemerintah daerah, serta mengetahui kinerja analitik *SPME GC-MS* dalam penentuan konsentrasi senyawa tersebut.



## **II. TINJAUAN PUSTAKA**

### **A. Pencemaran**

Pencemaran lingkungan hidup menurut Undang-Undang No 23 tahun 1997 adalah masuknya atau dimasukkannya makhluk hidup, zat, energi, dan atau komponen lain ke dalam lingkungan hidup oleh kegiatan manusia, sehingga kualitasnya turun sampai ke tingkat tertentu yang menyebabkan lingkungan hidup tidak dapat berfungsi sesuai dengan peruntukannya.

Saat ini, air menjadi masalah yang harus diperhatikan dengan cermat, karena banyak sumber air yang telah tercemar baik oleh aktivitas manusia maupun industri. Bahkan sejak tahun 1992, air sudah dianggap barang ekonomis. Hal ini disebabkan oleh semakin tingginya pertumbuhan jumlah penduduk dan aktivitas industri, sehingga potensi pencemaran air di lingkungan pun semakin meningkat. Pencemaran air ditandai dengan adanya perubahan suhu bau, rasa, warna, derajat keasaman (pH), terjadinya endapan, adanya mikroorganisme, dan senyawa radio aktif di dalam air. Penetapan standar air yang bersih tidaklah mudah, sebab air yang bersih tidak ditetapkan berdasarkan kemurniannya, tetapi didasarkan keadaan normalnya. Jika air tersebut menyimpang dari keadaan normalnya, maka

air tersebut dikatakan tercemar. Secara umum analisis air dapat dibagi menjadi empat golongan yaitu:

1. Secara fisika, yaitu pemeriksaan warna, bau, rasa dan zat padat yang tersuspensi maupun yang terlarut.
2. Secara kimia, yaitu pemeriksaan senyawa – senyawa anorganik maupun organik.
3. Secara biologi, yaitu pemeriksaan terhadap mikroorganisme yang bersifat patogen.
4. Secara radioaktif, yaitu pemeriksaan terhadap senyawa-senyawa radioaktif yang menyebabkan penyakit (Peraturan Menteri Kesehatan, 1990).

Kota Bandar Lampung merupakan ibu kota dan pusat aktivitas ekonomi serta wilayah terpadat dan tersibuk di Provinsi Lampung. Terdapat tiga kecamatan di Bandar Lampung di wilayah pesisir Kota Bandar Lampung yaitu Kecamatan Teluk betung Barat, Teluk Betung Selatan, dan Panjang yang merupakan wilayah pesisir yang menghadap ke Teluk Lampung. Sebagian aktivitas ekonomi Kota Bandar Lampung terkonsentrasi di wilayah pesisir, aktivitas tersebut meliputi permukiman dan perkotaan, pertanian, industri, perikanan tangkap, transportasi laut, militer dan pariwisata (Wiryawan dkk., 1999).

Kota Bandar Lampung merupakan Ibu Kota Propinsi Lampung. Oleh karena itu, selain merupakan pusat kegiatan pemerintahan, sosial, politik, pendidikan dan kebudayaan, kota ini juga merupakan pusat kegiatan perekonomian daerah Lampung. Kota Bandar Lampung terletak di wilayah yang strategis karena

merupakan daerah transit kegiatan perekonomian antar pulau Sumatera dan pulau Jawa, sehingga menguntungkan bagi pertumbuhan dan pengembangan kota Bandar Lampung sebagai pusat perdagangan industri dan pariwisata.

Secara geografis Kota Bandar Lampung terletak pada  $5^{\circ}20'$  sampai dengan  $5^{\circ}30'$  lintang selatan dan  $105^{\circ}28'$  sampai dengan  $105^{\circ}37'$  bujur timur. Ibukota propinsi Lampung ini berada di Teluk Lampung yang terletak di ujung selatan Pulau Sumatera . Kota Bandar Lampung memiliki luas wilayah  $197,22 \text{ Km}^2$  yang terdiri dari 20 kecamatan dan 126 kelurahan. Secara administratif Kota Bandar Lampung dibatasi oleh:

1. Sebelah Utara berbatasan dengan Kecamatan Natar Kabupaten Lampung Selatan.
2. Sebelah Selatan berbatasan dengan Teluk Lampung.
3. Sebelah Barat berbatasan dengan kecamatan Gedung Tataan dan Padang Cermin Kabupaten Pesawaran.
4. Sebelah Timur berbatasan dengan Kecamatan Tanjung Bintang Kabupaten Lampung Selatan (Badan Pusat Statistik Bandar Lampung, 2015).

Pada tahun 2012, melalui Peraturan Daerah Kota Bandar Lampung Nomor 04 Tahun 2012 tentang penataan dan pembentukan kelurahan dan kecamatan, yang kemudian di ubah dengan Peraturan daerah Kota Bandar Lampung No 12 Tahun 2012 Tentang Perubahan Atas Peraturan Daerah Kota Bandar Lampung No 04 Tahun 2012, kembali dilakukan pemekaran kecamatan yang semula berjumlah 13 kecamatan menjadi 20 kecamatan dan pemekaran kelurahan yang semula

berjumlah 98 kelurahan menjadi 126 kelurahan (Badan Pusat Statistik Bandar Lampung, 2015).

Kecamatan Bumi Waras merupakan bagian wilayah kota Bandar Lampung hasil pemekaran dari wilayah Kecamatan Teluk Betung Selatan berdasarkan berdasarkan Peraturan Daerah No 04 Tahun 2012 Tanggal 17 September 2012, dengan luas wilayah 376,5 Ha dan berbatasan dengan Teluk Lampung.

Kecamatan Bumi Waras secara geografis merupakan wilayah pantai yang membujur dari timur ke arah barat Pantai Teluk Lampung. Salah satu perairan pesisir yang sibuk dengan aktivitas penangkapan ikan, wisata bahari, permukiman dan penambangan adalah Perairan Teluk Lampung. Permukiman yang berada di pesisir Teluk Lampung salah satunya berada di kecamatan Bumi Waras. Kecamatan tersebut mempunyai luas wilayah 3,75 km<sup>2</sup>. Jumlah penduduk tahun 2010 yaitu sebanyak 55,667 jiwa yang terdiri dari 28,421 laki-laki dan 27,256 wanita. Sebagian besar penduduknya merupakan nelayan. Kecamatan ini dijadikan sebagai kawasan wisata dan perdagangan besar yang menjadi pusat perekonomian Bagian Wilayah Kota ( BWK ) Teluk Betung (Badan Pusat Statistik Kota Bandar Lampung, 2015).

## **B. Validasi Metode**

Validasi metode analisis adalah suatu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu, berdasarkan percobaan laboratorium, untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk penggunaannya. Contoh Parameter dari validasi metode yaitu:

## 1. Limit Deteksi

Batas deteksi atau limit deteksi adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi dan masih memberikan respon signifikan.

## 2. Presisi

Presisi merupakan ukuran derajat keterulangan dari metode analisis yang memberikan hasil yang sama pada beberapa perulangan, dinyatakan simpangan baku relatif (RSD) dan simpangan baku (SD). Metode dengan presisi yang baik ditunjukkan dengan simpangan baku relatif (RSD) < 5 %. 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 relatif

$\bar{M}$  : konsentrasi hasil analisis

SD : Standar Deviasi (Association Of Analytical Communities, 1998).



### 3. 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 (*Association Of Analytical Communities, 1998*).

### 4. Linieritas

Linearitas adalah kemampuan metode analisis yang memberikan respon proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Linieritas 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 (*Association Of Analytical Communities, 1998*).

## **C. Senyawa PAH (Polisiklik Aromatik Hidrokarbon)**

PAH adalah senyawa yang terdiri dari dua atau lebih cincin aromatik (benzena) yang memiliki enam atom karbon (C). PAH adalah suatu kelompok dari berbagai macam senyawa organik yang terdiri dari gabungan dua atau lebih cincin benzena dengan susunan yang bervariasi. Cincin-cincin benzena tersebut bergabung dalam susunan secara linear, datar, atau siklik (Blumer, 1976). Satu atau lebih atom hidrogen pada molekul PAH dapat disubstitusi oleh gugus metil atau etil. PAH

merupakan zat kontaminan yang tersebar luas dan menetap/stabil di lingkungan, yang merupakan salah satu polutan utama menurut *United States Environmental Protection Agency* (USEPA) karena sifatnya yang beracun, mutagenik, dan karsinogenik, bentuknya terdiri dari beberapa rantai siklik aromatik dan bersifat hidrofobik (Neff, 1979).

Contoh senyawa PAH di antaranya adalah fenantrena, fluorantena dan benz(a)antrasena yang masing-masing memiliki tiga sampai empat cincin aromatik (benzena), kecuali pada fluorantena yang juga berikatan dengan siklopentana. PAH merupakan senyawa kimia karsinogenik yang terbentuk oleh pembakaran bahan organik yang tidak sempurna pada proses antropogenik seperti pembakaran fosil dan proses alami seperti kebakaran hutan (Agency for Toxic Substances and Disease Registry, 1995).

PAH secara umum dibentuk oleh berbagai macam proses, seperti biosintesis, diagenesis bahan organik yang memproduksi bahan bakar fosil dan pembakaran tidak sempurna dari bahan organik (Neff, 1979 ).

Berdasarkan sumbernya PAH dibagi menjadi tiga kategori yaitu:

1. PAH petrogenik, yang terkait dengan petroleum (minyak), termasuk minyak mentah dan produk penyulingan.
2. PAH biogenik, yang berasal dari proses biologi atau tahap awal dari diagenesis pada sedimen laut (misal :*perylene*).

3. PAH pirogenik, yang berasal dari pembakaran bahan bakar fosil (minyak dan batu bara) dan material organik seperti kayu (Saha dkk., 2009).

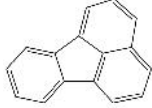
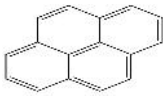
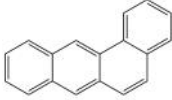
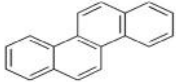
Setidaknya kurang dari setengah sumber minyak bumi yang masuk di lingkungan hidup berasal dari tumpahan dan pembuangan alat transportasi berbahan bakar minyak, sebagian besar pada proses industri, aktifitas perkotaan, dan limbah rumah tangga, kendaraan bermotor, dan resapan minyak yang memang secara alami terjadi (Hoffman dkk., 1982). *Coal tar* telah dilaporkan sebagai sumber terbesar paparan PAHs pada sedimen di USA bagian timur dan tengah (Van Metre *et al.*, 2008). Walaupun PAH bersifat toksik, keberadaan senyawa PAH di lingkungan perairan sulit dideteksi (Neff, 1979).

PAH adalah kelompok senyawa kimia yang terdiri dari dua atau lebih cincin aromatik yang terbentuk karena hasil pembakaran yang tidak sempurna dari batubara, minyak, gas, kayu, bahan bakar fosil, sampah, dan tembakau (Olabemiwo, 2003). Struktur PAH yang teridentifikasi pada penelitian ini ditunjukkan dalam Tabel 1.

**Tabel 1.** Beberapa jenis PAH di perairan

<i>NO</i>	<i>Senyawa PAH</i>	<i>Struktur</i>
1	Fenantrena	
2	Antrasena	

**Lanjutan Tabel 1.** Beberapa jenis PAH diperairan

3	Fluorantena	
4	Pyrena	
5	Benzo (a) antrasena	
6	Chrysena	

PAH terdiri dari 2 atau lebih rantai karbon siklik yang memiliki stabilitas yang tinggi di lingkungan, mempunyai sifat hidrofobik yang tinggi dan struktur kimia yang stabil, sifatnya tidak mudah larut dan dapat dengan cepat terserap melalui partikel tanah, terutama pada bahan-bahan organik (Tang dkk., 2005).

Distribusi sumber PAH sebagai kontaminan organik di sedimen pada ekosistem perairan sangat perlu diperhatikan karena mempunyai efek mutagenik dan karsinogenik. PAH dihasilkan oleh pembakaran bahan organik dan bahan bakar fosil yang tidak sempurna. Senyawa ini juga terdapat dalam gas cerobong asap dan aktivitas gunung berapi (Effendi, 2003).

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

(Cavalieri dan Rogan ,1998). PAH dapat terbentuk terutama oleh pembakaran tidak sempurna dari bahan organik (Baek dkk., 1991) .

PAH dapat tersebar luas melalui lingkungan di udara, di dalam air dan mereka mungkin menumpuk di tanah dan sedimen, hal ini dikarenakan karakter hidrofobik mereka, PAH dalam matrik lingkungan cepat mengikat dengan partikel sedimen. Akibatnya, tanah dan sedimen adalah tempat utama untuk sebagian besar kontaminan organik hidrofobik seperti PAH.

Diperkirakan bahwa lebih dari 90% dari total PAH berada dipermukaan 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 dkk., 2009). PAH dan turunannya dapat langsung ditemukan dari pancaran oleh mesin disel dan bensin, proses industri, pembakaran batubara, asap rokok, dan juga telah ditemukan dalam warna hitam karbon serta toner mesin fotokopi, *fly ash*, dan emisi gas (Li-bin dan Liu, 2006). Pada dasarnya di perairan sumber PAH dibagi menjadi beberapa golongan jenis air yaitu terlihat di Tabel 2.

**Tabel 2.** Klasifikasi Perairan berdasarkan Kadar PAH

Penggolongan Air	Kadar PAH (mg/L)
Air tanah	10-50
Air tercemar ringan	50-250
Air tercemar berat	250-1000
Limbah	1000-100.000

(Effendi, 2003).

Berdasarkan penelitian sebelumnya tentang kandungan senyawa PAH yang berada di Teluk Jakarta stasiun barat yaitu 201,57-474,68  $\mu\text{g/L}$  dengan total kadar 1404,68  $\mu\text{g/L}$  (Ahmad, 2012). Kandungan PAH di Teluk Klabat (Bangka Belitung) yang kadar total PAH nya berkisar antara 1,329 – 27,826 mg/L dengan rerata 15,2 mg/L (Munawir, 2007). Berdasarkan uraian di atas, bahwa secara keseluruhan kadar PAH air laut di wilayah muara Teluk Jakarta telah melewati nilai ambang batas yang ditetapkan oleh Kementerian Lingkungan Hidup RI (2004) untuk kepentingan biota laut yakni 0,003 mg/L atau 3  $\mu\text{g/L}$ , kadar PAH dalam laut yang dapat menimbulkan efek negatif terhadap biota laut adalah 45 ppm (Simpson dkk., 2005). Baku mutu senyawa PAH terlihat pada Tabel 3.

**Tabel 3.** Baku Mutu Air Laut untuk Wisata Bahari

No	Parameter	Satuan	Baku Mutu
	Fisika		
1	Warna	Pt.Co	30
2	Bau	-	Tidak berbau
3	Kecerahan	M	> 6
4	Kekeruhan	Ntu	5
5	Padatan terseuspensi total	$\mu\text{g/L}$	20
6	Suhu	$^{\circ}\text{C}$	Alami
7	Sampah	-	Nihil
8	Lapisan Minyak	-	Nihil
	Kimia		
1	PH	-	7-8,5
2	Salinitas	%	Alami
3	Oksigen terlarut (DO)	mg/L	>5
4	BOD	mg/L	10
5	Amoniak Bebas ( $\text{NH}_3\text{-N}$ )	mg/L	Nihil
6	Fosfat ( $\text{PO}_4\text{-P}$ )	mg/L	0,015
7	Nitrat ( $\text{NO}_3\text{-N}$ )	mg/L	0,008
8	Sulfida ( $\text{H}_2\text{S}$ )	mg/L	Nihil
9	Senyawa fenol	mg/L	Nihil
10	PAH (Poliaromatik Hidrokarbon)	mg/L	0,003
11	PCB (Poliklor Bifenil)	mg/L	Nihil
13	Minyak dan Lemak	mg/L	1
14	Pestisida		Nihil

**Lanjutan Tabel 3.** Baku Mutu Air Laut untuk Wisata Bahari

No	Parameter	Satuan	Baku Mutu
	Logam Terlarut		
1	Raksa (Hg)	mg/L	0,002
2	Kromium Heksavalen (Cr(VI))	mg/L	0,002
3	Arsen (As)	mg/L	0,025
4	Cadmium (Cd)	mg/L	0,002
5	Tembaga (Cu)	mg/L	0,050
6	Timbal (Pb)	mg/L	0,005
7	Seng (Zn)	mg/L	0,095
8	Nikel (Ni)	mg/L	0,075
4	BOD	mg/L	10
5	Amoniak Bebas (NH <sub>3</sub> -N)	mg/L	Nihil
6	Fosfat (PO <sub>4</sub> -P)	mg/L	0,015
7	Nitrat (NO <sub>3</sub> -N)	mg/L	0,008

(Sumber : Kementerian Lingkungan Hidup RI, 2004)

#### **D. Teknik Ekstraksi**

Teknik ekstraksi adalah suatu metode pengambilan senyawa organik yang diinginkan dari suatu sampel. Teknik ekstraksi yang lain umum digunakan untuk menganalisis senyawa organik baik untuk keperluan penelitian maupun industri adalah metode berongga (*headspace method*), metode pelepasan dan penjebakan (*purge and trap*), ekstraksi pelarut, injeksi langsung (*direct injection*), ekstraksi fasa padat (*Splid phase extraction*) (Dean, 1998).

#### **E. Metode Ekstraksi Mikro Fase Padat**

*Solid Phase Micro-Extraction* (SPME) atau Ekstraksi Mikro Fase Padat

merupakan suatu teknik penyiapan sampel tanpa pelarut dimana analit langsung diabsorpsi dari matrik sampel dengan fiber silika yang dilapisi dengan bahan polimer organik. Selain tidak memerlukan pelarut, metode ini juga sangat praktis

karena fiber SPME dapat digunakan secara langsung untuk memasukan sampel ke GC atau GC-MS (Kataoka dkk., 2000).

#### **F. Metode Berongga (*Headspace Method*)**

Metode berongga merupakan cara yang sederhana dan efektif untuk menganalisis senyawa karena menggunakan injeksi langsung senyawa yang dibebaskan dari sampel. Metode ini menggunakan uap sampel, dimana sampel cair atau padat di ubah menjadi fase gas. Caranya sampel yang dianalisis ditempatkan dalam tabung tertutup dengan rongga udara di dalamnya. Selanjutnya tabung dipanaskan pada temperature 15-150°C sampai terjadi penguapan dan diperoleh analit dalam fase gas. Analit ini kemudian di analisis dengan metode GC atau GC-MS.

Kelebihan metode ini adalah sampel yang digunakan dapat berupa padatan atau cairan. Kelemahannya yaitu pada saat pengujian sampel, udara yang berada disekitar tabung dapat mengganggu proses analisis dan analit yang dihasilkan sering tidak cukup pekat sehingga hasil yang diperoleh kurang akurat dan umumnya hanya digunakan untuk analisis senyawa saja (Dean, 1998).

#### **G. Prinsip Dasar SPME**

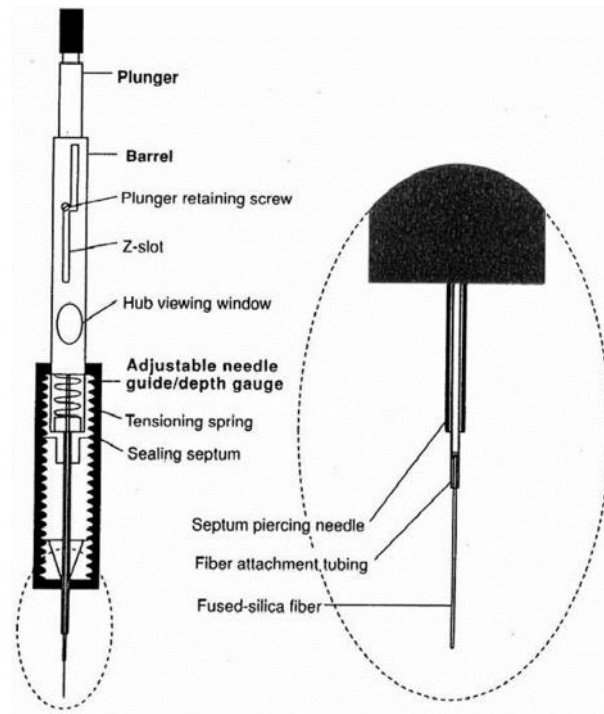
Prinsip dasar dari SPME adalah proses keseimbangan partisi analit antara lapisan fiber dan larutan sampel. Mikroekstraksi fasa padat adalah teknik preparasi sampel tanpa pelarut dimana fiber silika dilapisi oleh suatu lapisan polimer yang berperan mengadsorpsi analit dari sampel. Analit organik volatil diekstraksi dan dipekatkan dalam fiber tersebut dan kemudian diinjeksikan ke dalam kromatografi



gas untuk dianalisis yang selanjutnya dideteksi dengan menggunakan spektrofotometer massa (Pelnaver dkk., 1999).

Peralatan SPME dapat di lihat pada gambar sebagai fiber biasanya digunakan fiber silika. Fiber yang terbuat dari silika disukai karena bersifat inert dan stabil pada temperatur tinggi. Ukuran tabung fiber silika yang kecil dan bentuk geometrinya yang bulat memungkinkan digunakan sebagai alat suntik sehingga mudah digunakan pada *injector GC* (Kataoka dkk., 2000).

Alat SPME terdiri dari holder fiber dengan penghubung fiber yang terpasang dalam jarum yang mirip dengan sekat. Komponen utama dari holder fiber terdiri dari suatu alat penghisap (*plunger*), tabung stainless (*barel*), dan pengukur kedalaman jarum (*adjustable needle gide/depth gauge*). Bagan bawah holder fiber (*septum piercing needle*) dirancang khusus untuk melindungi fiber Z-slot digunakan untuk menaikkan atau menurunkan fiber (Kataoka dkk., 2000). Skema alat SPME terlihat pada Gambar 1.



**Gambar 1.** Skema alat SPME (Vas dan Vekey, 2004)

Fiber silika dilapisi dengan film tipis dan beberapa fase diam polimer yang berfungsi untuk memekatkan analit organik pada permukaan selama adsorpsi atau absorpsi. Untuk mengatur fiber SPME, jarum distel kedalamnya dengan memutar *adjustable needle guide*. Sampai skala 3 sehingga jarum akan menembus septum tetapi tidak bersentuhan dengan sampel. Plunger diputar searah jarum jam hingga penuh ke arah kiri dan ditekan hingga fiber berada di atas permukaan sampel. Fiber dibiarkan beberapa lama untuk mengkonsentrasikan senyawa yang menguap (Sanchez, 2003).

Setelah berada di dalam lapisan fiber, analit tadi ekstraksi dan dipekatkan kemudina setelah waktu ekstraksi selesai, fiber ditarik kembali ke dalam jarum

dengan memutar *plunger* berlawanan jarum jam. Senyawa yang telah di ekstraksi telah siap untuk di analisis dengan menginjeksikan langsung ke dalam injector GC atau GC-MS dan kemudian oleh aliran gas pembawa analit langsung dibawa ke dalam kolom GC untuk dianalisis (Kataoka dkk., 2000).

#### **H. Parameter yang mempengaruhi SPME**

Jumlah analit yang diekstraksi oleh fiber dalam SPME dapat dipengaruhi oleh beberapa parameter seperti cara ekstraksi, jenis fiber, waktu desorpsi, temperatur dan waktu dari proses ekstraksi, penambahan garam atau pelarut organik dari sampel, pengaturan pH dan volume sampel (Pelnaver dkk.,2000).

#### **I. Aplikasi dan Keistimewaan SPME**

Metode SPME telah digunakan untuk menganalisis bermacam-macam sampel. Hingga saat ini SPME masih terus dikembangkan sebagai suatu metode analisis rutin yang sangat efektif. Penelitian mengenai SPME telah banyak dilakukan walaupun di Indonesia belum banyak diaplikasikan. SPME dapat digunakan untuk berbagai jenis sampel yaitu sampel cair misalnya polutan air, dan sampel padat misalnya tanah (Penalver dkk., 1999).

Metode SPME memiliki berbagai keuntungan antara lain adalah ekstraksi dilakukan tanpa menggunakan pelarut dan volume sampel yang dibutuhkan relatif kecil yaitu sekitar 1 – 10 ml sehingga lebih ekonomis, waktu analisis singkat, kepekaan yang sangat tinggi yakni dalam kisaran mikrogram. Metode ini menggunakan komponen berupa fiber khusus yang dapat digunakan hingga 1000

kali analisis, sehingga sangat hemat dari segi biaya. Disamping itu metode ini dapat diintegrasikan dengan mudah dengan GC maupun GC-MS tanpa memerlukan modifikasi terhadap GC maupun GC-MS (Eisert dan Karsten, 1996).

#### **J. Cara Ekstraksi**

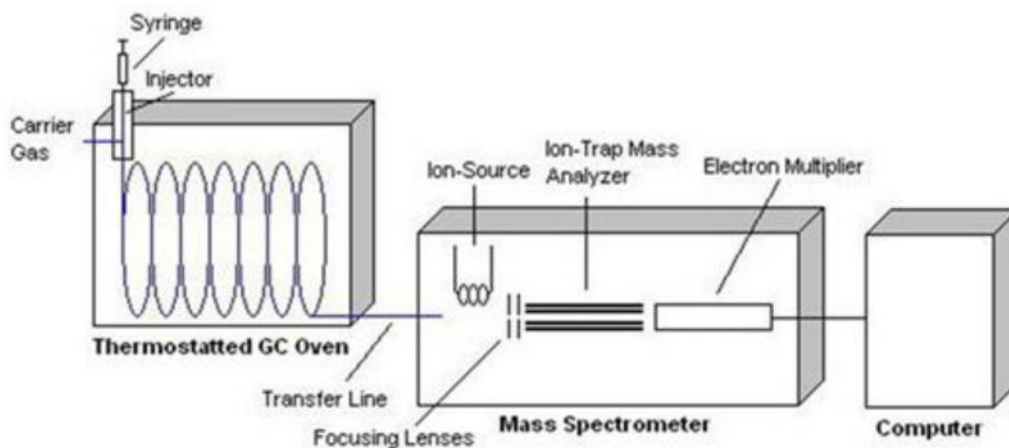
Ada dua jenis teknik SPME untuk mengekstraksi analit yaitu rongga udara (*Headspace-SPME*) dan ekstraksi langsung (*direct injection-SPME*), seperti terlihat pada gambar dalam teknik DI-SPME, fiber SPME langsung dimasukkan ke dalam sampel dimana fiber tersebut mengalami kontak langsung dengan analit yang berupa sampel gas, cair atau padat (Vas dan Vakey, 2004). Pada HS-SPME, fiber tidak mengalami kontak langsung dengan analit dari sampel. Tetapi, fiber SPME berada dengan jarak beberapa millimeter diatas sampel yang diuapkan (Kataoka dkk., 2000).

#### **K. Metode Kromatografi Gas dan Spektrometri Massa (GCMS)**

Kromatografi gas merupakan metode analisis berdasarkan perbedaan waktu retensi akibat perbedaan mobilitas analit melalui suatu kolom. Perbedaan mobilitas dipengaruhi oleh beberapa faktor, antara lain titik didih analit, gas, dan interaksi dengan fase padat dalam kolom. Prinsip dasar kromatografi sendiri adalah pemisahan senyawa-senyawa berdasarkan adanya perbedaan distribusi fasa gerak dan fasa diam. Kromatografi gas yang bertindak sebagai fasa gerak adalah gas pembawa dan yang bertindak sebagai fasa diam adalah analit yang terdapat dalam kolom. Komponen dengan distribusi tinggi pada fasa diam kan lebih

perlahan di dalam kolom sehingga dapat terpisahkan dari komponen yang ditribusinya seperti yang ditunjukkan pada gambar (McNair dan Bonelli, 1998).

Skema GC-MS seperti terlihat pada Gambar 2.



**Gambar 2 .** Skema alat GC-MS

**Keterangan:**

<i>Syringe</i>	:Siring
<i>Ion trap mass analyzer</i>	:Seleksi ion berdasarkan perbedaan masa
<i>Carrier gas</i>	:Gas Pembawa
<i>Ion source</i>	:Sumber ion
<i>Injector</i>	:Injeksi Sampel
<i>Mass spectrometer</i>	:Spectrometer Massa
<i>Computer</i>	:Komputer

( Anonim I, 2015).

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). Namun dalam pemilihan gas pembawa sendiri bergantung dari detektor yang digunakan, ketersediaan (*availability*),

kemurnian, kelembapan, kekeringanya. 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). Secara sederhana spektrofotometri massa dapat dikatakan sebagai untuk mengionisasi molekul sampel dalam kondisi vakum dan mengukur massa dari ion-ion yang ditimbulkan. 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 semakin populer digunakan dalam analisa dibidang kimia organik, ilmu kedokteran, farmasi dan dalam bidang lingkungan. 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).

### III. METODOLOGI PENELITIAN

#### A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dan Analisis *Gas Chromatography – Mass Spectrofometer* ini dilakukan pada bulan Mei – Juli 2016 di UPT Laboratorium Terpadu dan Sentra Inovasi Teknologi (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, batu didih, fiber PDMS 100  $\mu\text{m}$ , 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 PAH standar (fenantrena, antrasena, chrysenena, pyrena, benz[a]antrasena, fluorantena, benz[a]pyrena, benz[a]pyrena, perylena), heksana, metanol, aseton, dan isooktana.



## C. Prosedur Penelitian

### 1. Preparasi Sampel

Sebelum dilakukan pengambilan sampel, semua botol dicuci dengan heksan, metanol, dan aseton, kemudian ditanur selama 12 jam dengan suhu 200 °C. Pengambilan sampel air laut dilakukan di lima lokasi di pesisir permukiman Teluk Betung Kecamatan Bumi Waras . Setiap lokasi dilakukan satu pengambilan sampel. Pengambilan sampel air laut dilakukan dengan 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 dan botol vial 5 mL dan 10 mL dicuci dan ditanur pada suhu 200 °C, selanjutnya *hot plate* dan komponen SPME seperti fiber non polar, holder, magnetik stirer disiapkan dan pastikan semua alat dalam keadaan bebas dari kontaminan.

### 3. Optimasi GC-MS

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

1. Dibuka tabung Gas pembawa
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. *check* sistem *vacum*
7. klik *Start Bakeout*, selama 12 jam, lalu dilakukan *diagnostics* untuk memonitor temperatur
8. Siapkan *check Ion Trap* dan *Tuning* sistem.
9. Diinjekkan iso oktan sebanyak 1  $\mu\text{m}$  selama 30 menit dan dilihat peaknya.

#### **4. Aktivasi unit SPME**

Langkah-langkah untuk mengaktifkan unit SPME sebagai berikut :

1. Siapkan unit SPME
2. Ganti metode analisis pada komputer dengan metode yang sudah dibuat
3. Menempatkan *holder* ditempatkan 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 0,003 mg/L. Dalam penentuan kandungan senyawa PAH dalam sampel, dibuat larutan standar PAH dengan konsentrasi

20 µg/L, 40 µg/L, 60 µg/L, dan 80 µg/L yaitu dari standar PAH yang berkonsentrasi 4 mg/L dengan cara pengenceran.

## 6. Ekstraksi Sampel Air Laut

Sampel air laut dari lokasi A 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 enam rpm dengan teknik SPME *headspace* yaitu fiber tidak menempel pada sampel. 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 untuk sampel lainnya.

## 7. Identifikasi senyawa Polisiklik Aromatik Hidrokarbon (PAH)

Setelah proses ekstraksi selesai, maka akan dilakukan identifikasi senyawa PAH menggunakan alat GC-MS, fiber yang di gunakan untuk ekstraksi PAH 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 spektrometer massa, dengan cara menangkap, mengionisasi, membelokkan dan mendeteksi

molekul terionisasi secara terpisah. *Spektrofotometer* akan memecah molekul yang terionisasi dan akan mendeteksi fragmen-fragmen dalam menentukan rasio setiap analit yang terdapat dalam PAH seperti terlihat pada Tabel 4 berikut ini :

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

No	Senyawa PAH	m/z
1	Naftalin	128
2	Acenaphthylene	152
3	Acenaphthene	154
4	Fluorene	166
5	Anthracene (Ant)	178
6	Fluorene (Fen)	178
7	Fluorene (Fluo)	202
8	Pyrene (Pyr)	202
9	Benzo(a)anthracene {B(a)ant}	228
10	Chrysene (Chry)	228
11	Benzo(a)pyrene	252
12	Benzo(b)fluorene	252
13	Benzo(k)fluorene	252
14	Benzo(ghi)perylene	276
15	Indeno (1,2,3-cd)pyrene	276
16	Dibenzo (a,h)anthracene	278

(Sumber : USEPA. 2004)

## 8. Penentuan Konsentrasi Senyawa Polisiklik Aromatik Hidrokarbon (PAH)

Penentuan Konsentrasi senyawa PAH pada sampel air laut ditentukan dari kromatogram yang terdeteksi pada alat GC-MS, dimana setiap luas area diinterpolasikan terhadap koefisien korelasi dari kurva regresi larutan standar. Sumbu x menunjukkan luas area dan sumbu y menunjukkan konsentrasi. Setiap jenis PAH mempunyai kurva regresi masing-masing.

## 9. Validasi Metode

Penelitian ini dilakukan dua validasi yaitu linieritas dan presisi yaitu:

### 1. Presisi

Untuk menentukan ketepatan dan ketelitian maka sampel Y1 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 6 rpm dengan teknik SPME *headspace* yaitu fiber tidak menempel pada sampel. Selanjutnya *holder* SPME diinjeksikan ke GC-MS selama 60 menit, dan diamati hasil kromatogramnya. Kemudian sampel diekstraksi dengan menggunakan SPME dengan kondisi optimum yang sudah diperoleh. Analisis dilakukan tiga kali pengulangan untuk menentukan ketelitian dari metode.

### 2. Linearitas

Setiap larutan standar PAH 20 µg/L, 40 µg/L, 60 µg/L, dan 80 µg/L diinjeksikan secara langsung ke GC-MS. Kemudian dihitung linearitas metode analisis dengan melihat nilai koefisien korelasi (r) menggunakan persamaan regresi linear.

## V. KESIMPULAN DAN SARAN

### A. Kesimpulan

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

1. Hasil analisis menunjukkan konsentrasi total PAH di lokasi perairan daerah permukiman ini berada pada rentang 34,16  $\mu\text{g/L}$ –152,81  $\mu\text{g/L}$  dan rata-ratanya adalah 116,92  $\mu\text{g/L}$ , sehingga konsentrasi total PAH di perairan ini sudah di atas ambang baku mutu yang ditetapkan oleh Kementerian Lingkungan Hidup RI, 2004.
2. Sampel Y1, Y2, Y3, dan Y4 teridentifikasi 6 jenis PAH yaitu fenantrena, antrasena, fluorantena, pyrena, benzo(a)antrasena dan chrysena, sedangkan pada sampel Y5 hanya fenantrena, antrasena, fluorantena, dan pyrena.
3. Metode ini menunjukkan hasil baik dengan presisi (ketelitian) berkisar 13%–23%. Hasil analisis identifikasi sumber PAH menunjukkan bahwa jenis PAH di perairan ini didominasi oleh senyawa PAH dengan berat molekul tinggi yang berasal dari pembakaran bahan organik dan pembakaran minyak.

## **B. Saran**

Keberadaan PAH yang telah melebihi baku mutu yang telah ditetapkan oleh Kementerian Lingkungan Hidup RI (2004), secara langsung memiliki dampak negatif terhadap biota perairan maupun kesehatan masyarakat yang tinggal di sekitar perairan Teluk Betung. Untuk selanjutnya, perlu dilakukan penelitian keberadaan PAH di perairan dengan melakukan validasi metode limit deteksi, kecermatan (akurasi) sehingga lebih mengetahui kinerja metode *SPME* yang telah digunakan.

## DAFTAR PUSTAKA

- Anonim I. *Mass-spectrometry*. 2015. Diakses 26 Juni 2016 pukul 13.20 WIB. [http://www.slideshare.net/yusrizal\\_azmih/mass-spectrometry-53684224](http://www.slideshare.net/yusrizal_azmih/mass-spectrometry-53684224)
- Agency for Toxic Substances dan Disease Registry. 1995. Toxicological Profile For Polycyclic Aromatic Hydrocarbons. *Division of Toxicology/Toxicology Information Branch*. Atlanta. Pp 20.
- Ahmad, F. 2012. *Kandungan Senyawa Polisiklik Aromatik Hidrokarbon (PAH) Di Teluk Jakarta*. Stasiun Penelitian Lapangan LIPI Ternate. Ternate.
- Apeti, D.A., G.G. Lauenstein, J.D. Christensen, K. Kimbrough, W.E. Johnson, M. Kennedy dan K.G. Grant. 2010. A historical assessment of coastal contamination in Birch Harbor, Maine based on the analysis of mussels collected in the 1940s dan the Mussel Watch Program. *Mar. Poll. Bull.* 60(5):732-42.
- Association Of Analytical Communities. 1993. *Peer Verified Methods Program, Manual on Policies dan Procedures*. Arlington. VA.
- Association Of Analytical Communities. 1998.. *Peer Verified Methods Program, Manual on Policies dan Procedures*. Arlington. VA.
- Badan Pusat Statistik. 2015. *Lampung Dalam Angka. Badan Pusat Statistik*. Bdanar Lampung.
- Baek S O, Field R A dan Goldstone M E , 1991. A review of atmospheric polycyclic aromatic hydrocarbons: sources, fate, dan behavior[J]. *Water Air Soil Poll.* 60: 279–300.
- Baugh, P.J.1993. *Gas Chromatography: A Pratical approach. Oxford University Press*. Pp 11-21
- Bengen, DG.2000. *Sinopsis Ekosistem dan Sumber Daya Alam Pesisir dan Laut Serta Prinsip Pengelolaannya*. Pusat Kajian dan Sumber Daya Pesisir dan Lautan, Institut Pertanian Bogor.



- Blumer, M. 1976. Polycyclic Aromatic Compounds in Nature. *Scientific American*. 234, 34-45.
- Chee, K.K., M. K. Wong, M. K. dan H. K. Lee. 1999. Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons in sea water using solid-phase microextraction. *International Journal of Environmental Studies*. Pp : 4-15
- Cavalieri E dan Rogan E, 1998. Mechanisms of tumor initiation by polycyclic aromatic hydrocarbons in mammals. In Neilson AH (ed.), *The handbook of environmental chemistry. Vol. 3, Part J. PAHs dan related compounds[M]*. Berlin: Springer- Verlag. 81–117.
- Dean, J.R. 1998. *Extraction Methods for Environmental Analysis*. John Wiley dan Sons Ltd: Chichester, UK
- Dominguez, C., S. K. Sarkar, A. Bhattacharya, M. Chatterjee, B.D. Bhattacharya, E. Jover, J. Albaiges, J.M. Bayona, Md.A. Alam dan K.K. Satpathy. 2010. Quantification dan Source Identification of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons in Core Sediments from Sundarban Mangrove Wetland, India. *Arch Environ Contam Toxicol*. 59(1):49-61,
- Effendi, H. 2003. *Telaah Kualitas Air bagi Pengolahan Sumber Daya dan Lingkungan Perairan*. Kanisius. Yogyakarta.
- Eisert, R dan L Karsten. 1996. Solid Phase Microextraction Coupled to Gas Chromatography: A new Method for The Analysis of Organic in Water. *Journal of Chromatography A*. Pp. 143-157.
- Harmita, 2004. *Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya*. Departemen Farmasi FMIPA-UI. Jakarta.
- Hoffman, E.J., Latimer, J.S., Mills, G.L., dan Quinn, J.G. 1982. Petroleum Hydrocarbons in Urban Runoff from a Commercial Land use Area. *Journal Water Pollut*. Pp 54, 1517-1525.
- Kataoka H., H.L. Lord dan J. Pawliszyn 2000. Application of Solid Phase Microextraction in food Analysis. *Journal of Chromatography*. Volume 880. Halaman 35-62.
- Kantor Menteri Negara Kependudukan Lingkungan Hidup. 2004. *Kantor Menteri Negara Kependudukan Lingkungan Hidup Keputusan Menteri Negara Kependudukan dan Lingkungan Hidup*. Kep-51/MNLH/2004. Sekretariat Negara, Jakarta.
- Li-bin dan Liu. 2006. Development of analytical methods for polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in airborne particulates: A review. *Journal of Environmental Sciences* 19(2007).

- McNair, H.M., dan E.J. Bonelli. 1998. *Dasar Kromatografi gas*. Penerbit ITB Bdanung. Bdanung. Halaman 1 -173
- Munawir, S. 2007. *Analisa Laporan Keuangan*. Liberty. Yogyakarta
- Neff, J.M. 1979. Polycyclic Aromatic Hydrocarbons in the Aquatic Environment Source, Fate, dan Biological Effects. *Applied Science Publishers LTD*. London.
- Olabemiwo O. M. 2003. Levels of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons in Grilled/Roasted Maize dan Plantain Sold in Ogbomoso Nigeria. *IJBAS-IJENS Journal*. Vol:13 No:03
- Orecchio S, VivianaPC , Loredana C. 2009. Polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in coffee brew samples: Analytical method by GC-MS, profile, levels dan sources. *Journal of Food dan Chemical Toxicology* . 47:819-826.
- Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia. 1990. *Syarat-Syarat dan Pengawasan Kualitas Air No 416/MEN.KES/PER/IX*. Jakarta
- Penalver, A., Pocurull, E., Borrull, F. dan Marce, R.M. 1999. Trends in solid-phase microextraction for determining organic pollutants in environmental samples. *Trends in Analytical Chemistry*. 18(8), 557–568.
- Ratnaningsih, D. 2000. *Pengetahuan Umum Tentang Kromatografi Gas Spektrometri Massa (GCMS)*. Puser Pedal-Bapedal. Jakarta.
- Rinawati, Utami, N., dan Simanjuntak, W. 2008. *Solid Phase Microextraction untuk monitoring air laut di Pelabuhan Panjang*. Jurnal Sains MIPA. FMIPA Unila. 14 (2).
- Riyanto. 2014. *Validasi dan Verifikasi Metode Uji: Sesuai dengan ISO/IEC 17025 Laboratorium Penguji dan Kalibrasi*. Deepublis. Yogyakarta.
- Saha, M., Togo, A., Mizukawa, K., Murakami, M., Takada, H., Zakaria, M.P., Chiem, N.H., Tuyen, B.C., Prudente, M., Boonyatumanond, R., Sarkar, S.K., Bhattacharya, B., Mishra, P., dan Tana, T.S. 2009. Sources of Sedimentary PAHs in Tropical Asian Waters: Differentiation between Pyrogenic dan Petrogenic Sources by Alkyl Homolog Abundance. *Marine Pollution Bulletin*. 58, 189-200.
- 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

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

Simpson L Stuart., Graeme E Batley, Anthony A Chariton, Jenny L Stauber, Catherine K King, John C Chapman, Ross V Hyne, Sharyn A Gale, Anthony C Roach, dan William A Maher. 2005. *Hdanbook for Sediment Quality Assessment*. Centre Environment Contami nation Research. Csiro Bangor-NSW

Tang, L. Tang, Xiang-Yu. Guan, Zhu Yong. Zheng, Ming-Hui dan Miao, Qi-Long. 2005. *Contamination of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in urban soils in BeijingChina*. Elsevier Journal . China.

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

Menteri Sekretaris Negara Republik Indonesia .1997. *Undang-undang Pengelolaan Lingkungan Hidup No. 23*. Jakarta.

USEPA. 2004. *The Incidence dan Severity of Sediment Contamination in Suface Waters of United States, National Sediment Quality Survey*. EPA-823.-R-04-2007.U. S. *Enviromental Protection Agency*. Washington. D. C

Vas, G. dan K. Vekey. 2004. *Solid-Phase Micro Extraction: a powerful Sample Preparation Tool Prior to Mass Spectrometric Analysis*. Journal of Mass Spectrometry. Pp 233 – 254.

Wiryawan, B., B. Marsden, H.A. Susanto, A.K. Mahi, M. Ahmad dan H. Poespitasari (Editor). 1999. *Atlas Sumber daya Wilayah Pesisir Lampung Kerjasama PEMDA Propinsi Lampung dengan Proyek Pesisir (Coastal Resources Center, University of Rhode Isldan dan Pusat Kajian Sumber daya Pesisir dan Lautan, Institut Pertanian Bogor)*. Bdanar Lampung. Indonesia.

Yunker, M.B., R.W. Macdonald, R. Vingazan, R.H. Mitchell, D. Goyette dan S. Sylvestre. 2002. *PAHs in the Fraser River basin: a critical appraisal of PAH ratios as indicators of PAH sources dan composition*. *Org. Geochem.*, 33: 489-515.

Zakaria, M.P. dan A.A. Mahat. 2006. *Distribution of Polycyclic Aromatic Hydrocarbon (PAHs) in Sediments in the Langet Estuary*. *Coastal Marine Science* 30(1): 387-395.