

ISBN: 978-602-9075-25-7



LEMLIT  
UNM

# **PROSIDING** **SEMINAR NASIONAL**

MAKASSAR, 2 JUNI 2016

**MEGA TREND INOVASI DAN KREASI  
HASIL PENELITIAN DALAM  
MENUNJANG PEMBANGUNAN  
BERKELANJUTAN**

PROSIDING SEMINAR NASIONAL



**Seminar Nasional 2016 Lembaga Penelitian UNM**

***"MEGA TREND INOVASI DAN KREASI HASIL PENELITIAN DALAM MENUNJANG  
PEMBANGUNAN BERKELANJUTAN"***

Ruang Teater Lt.3 Menara PINISI UNM, 2 Juni 2016

**PROSIDING, ISBN: 978-602-9075-25-7**

**Penasehat:**

Prof. Dr. H. Jufri, M.Pd

**Penanggung Jawab:**

Prof. Dr. Usman Mulbar, M.Pd

**Ketua:**

Dr. A. Agussalim A.J

**Sekretaris:**

Dr. Ahmadin, M.Pd

**Sie Prosiding:**

Dr. Ahmad Rifqi Asrib, M.T

Dr. Muhammad Syahrir, S.Pd., M.Pd

Syarifuddin Side, S.Si., M.Si., Ph.D

Dr. Farida Aryani, M.Pd

Dr. Hasanah Nur, M.T

Dr. Hendra Jaya, M.T

Abdul Rachman, S.E

Dewi Suryanti, SE

**Editing:**

Abdul Rachman, S.E

**Desain Sampul:**

A. Agussalim & Hendra Jaya

## Kata Pengantar

Syukur alhamdulillah kami panjatkan kehadiran Tuhan Yang Maha Kuasa, karena atas limpahan rahmat dan karunia-Nya, maka penyuntingan (*editing*) dan pencetakan Prosiding yang merupakan kompilasi dari semua makalah Seminar Nasional ini dapat diselesaikan tepat pada waktunya.

Seminar Nasional ini merupakan rangkaian kegiatan yang dilaksanakan setiap tahun oleh Lembaga Penelitian UNM. Seminar Nasional ini dengan tema “MEGA TREND INOVASI DAN KREASI HASIL PENELITIAN DALAM MENUNJANG PEMBANGUNAN BERKELANJUTAN” merupakan sarana komunikasi ilmiah yang bertujuan untuk mendapatkan konsep-konsep ilmiah dalam rangka mengoptimalkan peran penelitian secara nasional pada umumnya dan Universitas Négeri Makassar khususnya dalam pembangunan nasional dimasa mendatang.

Prosiding ini merupakan himpunan makalah utama dan makalah paralel. Penyuntingan terhadap prosiding ini telah diupayakan sebaik mungkin, namun kami menyadari sepenuhnya bahwa masih terdapat kesalahan dan kekurangan dalam penyusunannya. Karena itu, kritik dan saran sangat kami harapkan guna perbaikan Prosiding ini.

Pada kesempatan ini panitia menyampaikan terima kasih kepada pemalakah utama dan pemakalah pendamping, serta semua panitia dan pihak lain yang telah membantu dan mendukung penyelenggaraan seminar ini, hingga diselesaikannya penerbitan prosiding. Panitia juga mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang terlibat, dan mereka yang telah memberikan kontribusi untuk keberhasilan seminar ini. Selanjutnya, kami mengucapkan banyak terima kasih kepada Badan Penerbit UNM yang telah memfasilitasi dalam penerbitan ISBN.

Semoga penerbitan Prosiding ini bermanfaat bagi kita semua.

**Panitia,**

Sie Makalah/Prosiding

## SAMBUTAN KETUA LEMBAGA PENELITIAN UNIVERSITAS NEGERI MAKASSAR



Pertama-tama marilah kita panjatkan puji dan syukur kehadiran Tuhan Yang Maha Kuasa karena atas Taufiq dan HidayahNya sehingga Seminar Nasional yang merupakan rangkaian kegiatan dilaksanakan setiap tahunnya.

Kegiatan seminar Nasional ini diselenggarakan oleh Lembaga Penelitian Universitas Negeri Makassar pada tanggal 2 Juni 2016, yang mengangkat tema utama **“MEGA TREND INOVASI DAN KREASI HASIL PENELITIAN DALAM MENUNJANG PEMBANGUNAN BERKELANJUTAN”**, dengan enam sub tema yaitu: 1) Pengembangan Mutu Pendidikan; 2) Pengelolaan Sumber Daya Alam dan Lingkungan; 3) Pengembangan Matematika, Sains, dan Teknologi; 4) Kajian Bidang Keilmuan: Psikologi, sosial, Budaya, Humaniora, Ekonomi, Manajemen, Olah Raga & Kesehatan, dan Kesenian.

Seminar Nasional ini menampilkan para pakar dalam bidang penelitian dasar, terapan dan peningkatan kapasitas. Oleh karena itu, seminar ini dapat lahir ide-ide dan pemikiran inovatif yang cemerlang, dalam usaha mengembangkan dan menggagas paradigma baru tentang inovasi dan kreasi hasil penelitian. Semoga ide-ide yang telah dibahas dalam seminar ini terus menerus dikembangkan untuk memantapkan peran strategis penelitian bagi pembangunan berkelanjutan dan bagi kemajuan bangsa dan Negara. Pada kesempatan ini saya atas nama Pimpinan Lembaga Penelitian UNM menyampaikan terima kasih dan penghargaan yang setinggi-tingginya kepada para pembicara (*Keynote Speaker*) sebagai berikut:

1. Dr. Ophir Sumule, DEA (Direktorat Sistem Inovasi Dirjen Penguatan Inovasi Kemristekdikti) judul makalah “Strategi Kebijakan Kemenristekdikti untuk Penguatan Inovasi Nasional”
2. Prof. Dr. H. Husain Syam, M.TP (Rektor UNM) judul makalah “Inovasi dan *Difusi Research*”
3. Prof. Dr. Muhammad Hanafi (Ketua Dewan Editor LIPI Jakarta) judul makalah “Peran Sains dan Teknologi dalam Proses Penemuan dan Pengembangan Bahan Baku Obat Berbasis Sumber Daya Alam”
4. Prof. Dr. Teresia Lourenz (Dekan FKIP UNPATI) judul makalah “Peningkatan Kualitas Pendidikan Berbasis Riset dalam Menunjang Pembangunan Berkelanjutan”

yang telah hadir dan menyumbangkan pemikirannya dalam seminar ini. Saya juga mengucapkan selamat kepada peserta yang makalahnya telah dipilih untuk disajikan dalam seminar ini.

Saya ingin menggunakan kesempatan ini untuk mengucapkan terima kasih kepada semua panitia yang telah memberikan sumbangan tenaga dan darma baktinya dalam menyukseskan seminar ini, khususnya kepada seksi makalah/prosiding yang telah bekerja keras dalam mereviu makalah dan menyusunnya menjadi buku prosiding, hingga mengirimnya kepada masing-masing peserta. Saya juga mohon maaf atas segala

kekurangan dan kelemahan yang terdapat dalam pelaksanaan kegiatan ini, kiranya kegiatan ini memberi makna bagi kita semua. Akhirnya, saya berharap semoga Prosiding ini dapat bermanfaat bagi kemajuan pendidikan dimasa yang akan datang. Amin!

Wassalam

Ketua Lembaga Penelitian UNM,

Prof. Dr. H. Jufri, M.Pd.  
NIP. 195912311985031016

**PROSIDING SEMINAR NASIONAL**  
**ISBN: 978-602-9075-25-7**

<b>DAFTAR ISI</b>	<b>Halaman</b>
Kata Pengantar.....	i
Sambutan Ketua Lembaga Penelitian Universitas Negeri Makassar.....	ii
Daftar Isi.....	iv
Pemanfaatan Pembuatan Dangke sebagai Media dalam Pembelajaran <i>Project Based Learning</i> (Pjbl)..... <i>Nur Hikmah, Endang Budiasih, dan Aman Santoso</i>	365-370
Penguatan Kapasitas Manajemen Berbasis Sekolah Bagi Kepala Sekolah dalam Mendukung Meningkatkan Mutu Pendidikan di Indonesia..... <i>Arismunandar</i>	371-375
Pengembangan Perangkat Pembelajaran Fisika Berbasis Kecerdasan Emosional..... <i>A. J. Patandean</i>	376-380
Analisis Fenol Dan Flavonoid Infusa Kayu Secang ( <i>Caesalpinia Sappan L.</i> ) Secara <i>Spectrophotometri UV-VIS</i> ..... <i>A. Muflihunna, Yusmina Hala, A. Mu'nisa, dan Herdana Adriani</i>	381-386
Pengembangan Perangkat Pembelajaran Model <i>Experiential Learning</i> dengan Teknik <i>Scaffolding</i> untuk Meningkatkan Kemampuan Berpikir Kritis Mahasiswa Biologi..... <i>Abd Muis</i>	387-392
Estimasi Keputusan Nelayan Tradisional dalam Memilih Alat Tangkap..... <i>Abd. Rahim dan Diah Retno Dwi Hastuti</i>	393-398
Kajian pada Bahasa, Situasi, dan Isi Cerita Rakyat Kategori Hikayat sebagai Bahan Pembelajaran Bahasa dan Sastra Indonesia di Sekolah Dasar..... <i>Abdul Azis dan Hajrah</i>	399-406
Multimedia Pembelajaran Interaktif..... <i>Abdul Azis Said dan Karta</i>	407-415
Pembentukan Manusia yang Berakhlakul Karimah sebagai Pelaku Pembangunan yang Berkelanjutan Melalui Pelatihan Mubaliqh Cilik Berbasis Bimbingan Konseling Agama Islam Bagi Siswa SMPN 26 Kota Makassar..... <i>Abdul Hadis, Abdullah Sinring, dan Nurhayati B</i>	416-419

Persepsi Guru Bahasa Inggris dalam Mengembangkan <i>Buku Panduan Guru Bernuansa Sastra yang Effective, Efficient dan Practical</i> .....	420-426
<i>Abd. Halim dan Tamrin</i>	
Akulturasi Antara Islam dan Kearifan Lokal dalam Aktivitas Pertanian di Desa Bulutellue.....	427-432
<i>Abdul Rahman</i>	
Pengembangan Model Pembelajaran <i>Hybrid</i> Berbasis <i>Moodle</i> pada Mata Kuliah Linguistik.....	433-438
<i>Abdullah dan Ahmad Talib</i>	
<i>Blended Knowledge Transfer</i> : Sebuah Model Pembelajaran Konstruktivistik Terintegrasi <i>Moodle</i> .....	439-448
<i>Adnan, Sitti Saenab, dan Andi Rahmat Saleh</i>	
Emisi Gas Metana (Ch <sub>4</sub> ) dan Nitrous Oksida (N <sub>2</sub> O) pada Sawah Padi yang Diberi Pupuk Berpenghambat Nitrifikasi Lepas Lambat.	449-455
<i>Adriani, Hartono, Hilda Karim, Rachmawaty, Andi Takdir Makkulawu, Neni Iriyani, dan Oslan Jumadi</i>	
Aplikasi <i>Correspondence Analysis</i> dalam Mengkaji Pemetaan Perkembangan Perkotaan.....	456-459
<i>Ahmad Zaki dan Muhammad Kasim Aidid</i>	
Persepsi Masyarakat Tentang Hutan Mangrove di Kabupaten Luwu Sulawesi Selatan.....	460-465
<i>Amal Arfan dan Sukri Nyompa</i>	
Pemanfaatan Strategi <i>Two Stay Two Stray</i> (TS-TS) dalam Pembelajaran Puisi.....	466-473
<i>Andi Fatimah Yunus dan Aswati Asri</i>	
Strategi Mengembangkan Keterampilan Proses Sains pada Mata Kuliah Biologi Dasar.....	474-479
<i>Andi Rahmat Saleh, Faisal, dan Arifa Novia Arifin</i>	
Pengembangan Model Perkuliahan Berwawasan Kewirausahaan untuk Meningkatkan Kecakapan Hidup ( <i>Life Skill</i> ) Mahasiswa Calon Guru.....	480-485
<i>Army Auliah dan Halimah Husain</i>	
Analisis Kesalahan Berbahasa Indonesia dalam Karya Tulis Ilmiah Mahasiswa Jurusan Pendidikan Bahasa dan Sastra Indonesia Universitas Negeri Makassar.....	486-489
<i>Asia</i>	
Efektifitas Strategi <i>Show Not Tell</i> dalam Pembelajaran Menulis Cerpen pada Siswa Sekolah Menengah Atas.....	490-496
<i>Asdar</i>	

Model Pengembangan Rubrik Penilaian pada Permainan Sepakraga..... <i>Anto Sukamto</i>	497-509
Model Terapan Teknologi Informasi dan Komunikasi dalam Pembelajaran Jarak Jauh pada Program Kerjasama Universitas Negeri Makassar..... <i>Darlan Sidik</i>	510-515
Model Pembelajaran IPS Terpadu SMP/MTS di Sulawesi Selatan..... <i>Darman Manda dan Herman</i>	516-527
Pengembangan Model Pembelajaran Matematika yang Menumbuhkan Kemampuan Efikasi Diri Mahasiswa..... <i>Djadir dan Fajar Arwadi</i>	528-535
Implementasi <i>Fuzzy Logic</i> MADM Dalam Sistem Informasi Penentuan Beasiswa Miskin dan Berprestasi Berbasis <i>Web</i> ..... <i>Edi Setiawan Amiruddin dan Satria Gunawan Zain</i>	536-544
Pengembangan Aplikasi Steganografi pada Gambar Menggunakan Metode <i>Least Significant Bit (LSB)</i> ..... <i>Elvianita dan Suhartono</i>	545-555
Pengaruh Pengetahuan Lingkungan dan Motivasi Memelihara Lingkungan Terhadap Perilaku Mengelola Sampah di Kompleks Perumahan Bumi Permata Sudiang Kota Makassar..... <i>Faizal Amir</i>	556-563
Implementasi Teori Holland dalam Peminatan Siswa di SMA..... <i>Farida Aryani, Abdullah Sinring, dan Muhammad Rais</i>	564-572
Penerapan Model Moody dalam Pembelajaran Menyimak Unsur Latar dan Amanat Cerita Pendek..... <i>Hajrah dan Suarni Syam Saguni</i>	573-579
Analisis Awal Pengembangan Perangkat Pembelajaran Disain Busana Berbasis <i>Discovery Learning</i> ..... <i>Hamidah Suryani dan Syamsidah</i>	580-584
Pengembangan Model Pembelajaran Matematika Bilingual: Mendukung Program Guru MIPA Unggulan (PGMIPA-U)..... <i>Hamzah Upu dan Salam</i>	585-592
Isolasi Cendawan Antagonis Asal <i>Rizosfer</i> Tanaman Pisang ( <i>Musa Paradisiacasp L</i> ) di Sulawesi Selatan..... <i>Hilda Karim, Rafiuddin dan Syamsiah</i>	593-597



Pengembangan Model Pembelajaran Matematika Berbasis Kinerja untuk Mahasiswa <i>International Class Program</i> (ICP).....	598-604
<i>Hisyam Ihsan dan Ahmad Zaki</i>	
Keefektifan Ragangan untuk Meningkatkan Kemampuan Menulis Teks Deskriptif yang Kontekstual Siswa SMP Negeri di Makassar.....	605-614
<i>Idawati Garim</i>	
Wawasan Kebangsaan: Nilai-Nilai Persahabatan dan Hidup Harmonis (Pendidikan Karakter Sebagai Wahana Pembentukan Identitas Bangsa di Tengah Arus Globalisasi).....	615-618
<i>Imam Suyitno</i>	
Karakteristik Abu Sekam Padi sebagai Bahan Pengganti Semen dalam Menciptakan <i>Green Concrete</i> .....	619-623
<i>Irma Aswani Ahmad, Nurlita Pertiwi dan Nur Anny S. Taufieq</i>	
Studi Kandungan Senyawa Metabolit Sekunder Tumbuhan Tai Anging ( <i>Usnea Sp.</i> ) dan Bioaktivitasnya Terhadap Jamur ( <i>Candida Albicans</i> ).....	624-629
<i>Iwan Dini, Nurul Utami, Akira Syam, dan Akmal</i>	
Pertumbuhan Tanaman Padi Varietas Ciherang dengan Pemberian Urea Granulasi dengan Zeolit dan Penghambat Nitrifikasi pada Lahan Sawah Sistem Irigasi Pengeringan Bertahap.....	630-636
<i>Juniarti, St. Fatmah Hiola, Hilda Karim, Rachmawaty, Neni Iriyani, Andi Takdir Makkulawu, dan Oslan Jumadi</i>	
Pengembangan Model Pembelajaran Inquiri Dinterferensi Pendekatan <i>Scientific</i> untuk Meningkatkan Keterampilan Berpikir Ilmiah Siswa SMA.....	637-644
<i>Jusniar dan Sumiati Side</i>	
Kajian Visual: Mengidentifikasi Atribut Tampilan Produk Marketabel sebagai Studi Dasar Nirmana Trimatra Mahasiswa Desain.....	645-655
<i>Karta Jayadi, Dian Cahyadi dan Aswar</i>	
Persepsi Masyarakat Terhadap Mitigasi Structural Terhadap Kawasan Gempa Bumi di Kab Mamuju Utara.....	656-661
<i>M. Nur Zakaria Leo</i>	
Sistem Tes Interaktif Berbasis <i>Computerized Adaptive Testing</i> pada Testing Centre Universitas Negeri Makassar.....	662-667
<i>Mansyur dan Muhammad Fajar B</i>	
Pendidikan Karakter Anak Usia Dini dalam Bingkai Budaya dan Kearifan Lokal	668-676
<i>Mantashiah dan Herman</i>	

Sistem Pemasaran Jeruk Pamelon di Desa Padang Lampe Kecamatan Ma'rang Kabupaten Pangkep..... <i>Hj. Marhawati</i>	677-681
Pengembangan Perangkat Pembelajaran Kosakata Dasar Bahasa Indonesia Berbasis Belajar Kreatif Sambil Bermain (BKSB) pada Anak Taman Kanak-Kanak di Kabupaten Gowa..... <i>Mayong Maman dan Salam</i>	682-687
Pengembangan Model Pembelajaran Kosakata Bahasa Jerman ( <i>Wortschatz</i> ) Berdasarkan Model Komuni Kasi SMCR-BERLO pada SMA Negeri di Kota Makassar..... <i>Misnawaty Usman</i>	688-692
Analisis Karakteristik dan Klasifikasi Curah Hujan di Kawasan Karst Maros..... <i>Muhammad Arsyad, Sulistiawati, dan Vistarani Arini Tiwow</i>	693-697
Pengembangan Model Pelatihan Guru Kejuruan (SMK) Berbasis Multimedia Tutorial..... <i>Muhammad Nasir Malik dan Muhammad Yusuf Mappiasse</i>	698-704
Menumbuhkan Keterampilan Belajar Mahasiswa Melalui Model Pembelajaran Reflektif..... <i>Muhammad Rais, Badaruddin Anwar, dan Farida Aryani</i>	705-710
Kajian Literatur SOP dalam Analisis PAH Terhadap Sampel Sedimen..... <i>Muhammad Syahrir dan Netti Herawati</i>	711-718
Respon Mahasiswa terhadap Penerapan <i>Problem Based Learning</i> (PBL) pada Mata Kuliah Biologi Dasar..... <i>Muhiddin Palennari, Hamka Lodang, dan Faisal Sudrajat</i>	719-722
Perilaku Berwawasan Lingkungan Petani dalam Pengelolaan Pertanian di Kabupaten Soppeng (Survei pada Pengetahuan Lingkungan, Kearifan Lokal, dan Motivasi Pet)..... <i>Mulyadi</i>	723-729
Cara Belajar Siswa dalam Perspektif Gender..... <i>Murni Mahmud dan Sahril</i>	730-735
Kajian Awal Keanekaragaman Tapak Dara <i>Catharanthus Roseus</i> di Makassar..... <i>Nani Kurnia</i>	736-738
Analisis Spasial Kerawanan Banjir di Daerah Aliran Sungai Maros Provinsi Sulawesi Selatan..... <i>Nasiah, Ichsan Invanni, dan Ibrahim Abbas</i>	739-744

Desain Modul Pembelajaran Literasi Matematika-Bahasa Berbasis <i>Exelearning</i> Bagi Siswa SMA..... <i>Nasrullah dan Baharman</i>	745-752
Kadar Asam Lemak Minyak Kelapa Fermentasi yang Diproduksi Menggunakan <i>Saccharomyces Cerevisiae Amobil</i> di Kecamatan Herlang Kabupaten Bulukumba.... <i>Netti Herawati dan Muhammad Syahrir</i>	753-757
Pemahaman Proses Pembelajaran Kurikulum 2013 Melalui Pembelajaran Mikro di Perguruan Tinggi..... <i>Nurhaedah, St. Johara Nonci, dan Syamsiah D</i>	758-762
Konsep Pembelajaran <i>Competence Based Training</i> (CBT) di Sekolah Menengah Kejuruan..... <i>Riana T Mangesa</i>	763-767
Pengaruh Pemberian Urea Granulasi dengan Zeolit Serta Penghambat Nitrifikasi Terhadap Pertumbuhan Tanaman Jagung ( <i>Zea Mays L.</i> )..... <i>Sirajuddin, Muhammad Junda, Hilda Karim, St. Fatmah Hiola, Oslan Jumadi, Andi Takdir M, dan Neni Iriani</i>	768-771
Penggunaan Regresi Log-Ganda pada Elastisitas Tingkat Permintaan Ayam Potong Terhadap Perubahan Harga di BTN Asal Mula Makassar..... <i>Sudarmin, Sulaiman dan Syafruddin Side</i>	772-774
Faktor-Faktor yang Mempengaruhi Prestasi Belajar Mata Kuliah Fisika Teknik Mahasiswa Jurusan Pendidikan Teknik Otomotif Universitas Negeri Makassar..... <i>U. Petrus Palinggi dan M. Ahsan S. Mandra</i>	775-780
Pengembangan Model Pembelajaran Seni Budaya Berbasis Pendekatan Infiltrasi Pendidikan Lintas Kultur dalam Upaya Pembentukan Karakter Peserta Didik..... <i>Yabu M, Dicky Tjandra, dan Aziz Ahmad</i>	781-787

# KAJIAN LITERATUR SOP DALAM ANALISIS PAH TERHADAP SAMPEL SEDIMEN

**Muhammad Syahrir dan Netti Herawati**

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Makassar  
Jl. Daeng Tata Raya, Kampus UNM Parangtambung, Makassar  
Email: syahrir\_gassa@yahoo.com / syahrirunm@ymail.com

**Abstrak.** Kajian Literatur SOP dalam Analisis PAH Terhadap Sampel Sedimen. Kajian literatur Standar Operasional Prosedur (SOP) merupakan hal yang sangat penting dalam suatu pekerjaan analisis PAH. Hampir semua kegiatan dalam kehidupan sehari-hari memerlukan suatu standar dalam menjalankan kegiatan tertentu. Analisis PAH pada sampel sedimen memerlukan suatu prosedur yang dikemas dalam suatu standar operasional prosedur (SOP). Banyak SOP yang digunakan dalam analisis PAH pada sampel sedimen, misalnya EPA Method dan EPH tetapi masih saja mempunyai kekurangan dan memerlukan penyesuaian dengan kondisi alat dan bahan yang tersedia pada beberapa Laboratorium di Indonesia sehingga memerlukan suatu pengembangan SOP yang ada. Berdasarkan kajian literatur dan pengembangan SOP dapat diperoleh langkah-langkah dalam menganalisis sampel sedimen. Adapun langkah-langkah tersebut adalah melakukan penyamplingan sampel sedimen, teknik pengambilan sampel, pasca pengambilan sampel, penyediaan alat dan bahan, serta analisis PAH dengan melakukan validasi metode dengan sejumlah parameter diantaranya adalah LoD, LoQ, linearitas, rentang linear, presisi, dan recovery. Kemudian metode yang tervalidasi digunakan dalam menentukan distribusi dan sumber PAH dalam sampel sedimen masing-masing stasiun

**Kata kunci:** Kajian Literatur, SOP, Validasi Metode, Konsentrasi, PAH

Kajian literatur Standar Operasional Prosedur (SOP) merupakan hal yang sangat penting dalam suatu pekerjaan analisis. Hampir semua kegiatan dalam kehidupan sehari-hari memerlukan suatu standar kegiatan dalam menjalankan kegiatan tertentu. Dalam analisis PAH pada sampel sedimen memerlukan suatu prosedur yang dikemas dalam suatu standar operasional prosedur (SOP). Banyak SOP yang digunakan dalam analisis PAH pada sampel sedimen, misalnya EPA 610, EPA 8270 C dan EPH serta Golledge, W.R., & Herzfelder, E.R., (2004, 2009) tetapi masih saja mempunyai kekurangan dan memerlukan penyesuaian dengan kondisi alat dan bahan yang tersedia pada Laboratorium di Indonesia sehingga memerlukan suatu pengembangan dari SOP yang ada.

Dalam penelitian ini kita mengembangkan SOP yang ada untuk mengidentifikasi senyawa PAH dengan menggunakan teknik ekstraksi dan evaporasi menggunakan sampel sedimen yang dikeringanginkan dari sampel yang diambil pada

lokasi Pantai Makassar. Pada umumnya SOP yang ada menggunakan sampel sedimen basah (disimpan dalam freezer-dried pada suhu  $-20^{\circ}\text{C}$ ).

Untuk memonitoring keberadaan hidrokarbon minyak bumi terutama PAH dalam sedimen tersebut dibutuhkan suatu metode analitik yang tepat/reliabel berupa SOP dalam penentuan adanya jenis dan konsentrasi PAH dalam suatu sampel sedimen pada lingkungan perairan.

## KAJIAN LITERATUR

### Senyawa PAH

Polisiklik Aromatik Hidrokarbon (PAH) biasanya terdapat dalam lingkungan terutama laut dan banyak di antara mereka mempunyai kandungan karsinogenik dan beracun. PAH adalah zat-pencemar organik umum dan biasanya bersumber dari proses antropogenik dan terjadi secara alamiah. PAH dapat berada dalam

lingkungan laut oleh berbagai akibat misalnya tumpahnya minyak ke laut secara disengaja maupun tidak disengaja, berkaitan dengan aktivitas manusia di perkotaan, industri dan domestik.

PAH merupakan suatu kelompok senyawa kimia yang terbentuk dari proses pembakaran tidak sempurna dari batubara, minyak bumi, gas, kayu, sampah, ataupun senyawa kimia organik lain seperti tembakau. Senyawa PAH juga ditemukan di sepanjang lingkungan baik pada udara, air, dan sebagai partikel yang berhubungan dengan debu dan sebagai padatan dalam sedimen. Jumlah PAH berkisar 10.000 senyawa terbentuk sebagai campuran yang kompleks, bukan sebagai senyawa tunggal, dihasilkan secara alami, tetapi senyawa ini dapat diisolasi secara tunggal. Beberapa senyawa tersebut digunakan untuk kepentingan kesehatan yaitu sebagai obat-obatan dalam bidang kedokteran, dan bidang lainnya misalnya untuk pembuatan plastik, pestisida, dan juga biasanya terdapat dalam aspal yang digunakan untuk pembuatan jalan raya (Anonim, 2012). Beberapa senyawa yang tergolong dalam PAH adalah asenaftena, asenaftilena, antrasena, benz (a) antrasena, benz (a) pirena, benzo (b) fluorantena, krisena, dibenz(a,h) antrasena, fluorantena, fluorena, indeno(1,2,3 cd)pirena, naftalena, fenantrena dan pirena.

Senyawa PAH adalah senyawa organik yang berbahaya dan karsinogenik sehingga perlu diperhatikan demi menjaga lingkungan di sekitarnya. Senyawa tersebut tidak menyebabkan tumor ataupun kanker secara langsung, tetapi dalam sistem metabolisme tubuh akan diubah menjadi senyawa epoksida yang sangat reaktif dan sangat berpotensi menyebabkan timbulnya tumor dan resiko kanker (Anonim, 2001). PAH juga bisa mengakibatkan kanker paru-paru, kanker kulit dan kanker kandung kemih. Aktivitas karsinogenik PAH telah diketahui dengan baik oleh IARC (1998, 2010). Dosis minimum yang diperbolehkan menurut acuan dosis yang telah dikembangkan oleh *Environmental Protection Agency* (EPA) adalah antrasena (0,3 mg/kg per-hari), asenaftena (0,06 mg/kg per-hari), fluorantena (0,04 mg/kg per-hari), fluorena (0,04 mg/kg per-hari), dan pirena (0,03 mg/kg per-hari), sedangkan untuk krisena nilai ambang batas yang ditetapkan dalam PP No 41 tahun 1999 yaitu 230 µg/L.

### Sifat Fisik Dan Kimia PAH

PAH adalah senyawa kimia yang padatan dan dalam keadaan murni berwarna putih atau hijau-kekuningan tidak larut dalam air namun beberapa terlarut ringan tetapi terikat pada partikel dan dapat mengalami fotodekomposisi oleh mikroorganisme dalam tanah menurunkan konsentrasi PAH, tetapi menimbulkan akumulasi tingkat sedang dalam debu sedimen. PAH merupakan senyawa yang terdiri atas atom karbon dan hidrogen memiliki struktur dua atau lebih dari benzena. PAH tidak mudah larut dalam air, mudah menguap dalam udara dan bersifat mudah terbakar.

Berat molekul PAH dapat diklasifikasi menjadi berat molekul rendah (LMW *Molecular of Weight*) yaitu jika mempunyai satu atau tiga cincin aromatik dengan berat molekul lebih kecil dari 202 dan PAH (HMW *Molecular of Weight*) yaitu jika mempunyai empat atau lebih cincin dengan berat molekul lebih besar dari 202. Naftalena, Asenaftena, Antrasena, dan Fluorantena adalah senyawa PAH yang memiliki berat molekul rendah (LMW). Fluorena, Pirena, Benzo(a)antrasena, dan Pirena memiliki 4 rantai benzena yang digolongkan sebagai PAH dengan berat molekul tinggi (Tabel 1). Semakin besar berat molekul semakin persisten keberadaannya di lingkungan.

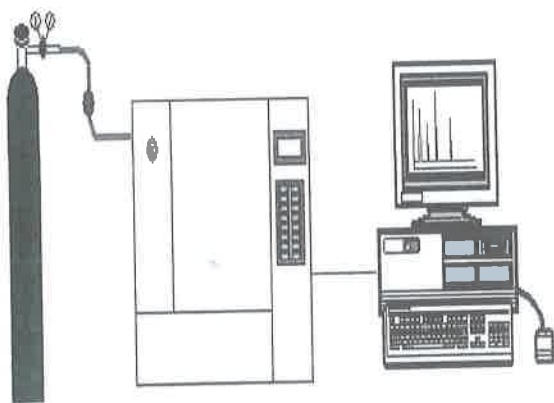
PAH dengan berat molekul rendah mengalami degradasi dan penguraian yang cepat lagi dibandingkan PAH dengan berat molekul tinggi ((Harvey (1997). (2011)).

**Tabel 1** Pengelompokan PAH berdasarkan berat molekul dan jumlah cincin

Berat Molekul Rendah (LMW; < 202)		Berat Molekul Tinggi (HMW)
2 cincin	3 cincin	4 cincin
Asenaftilena	Antrasena	Benzo(a)antrasena
Bifenil	Fluorena	Fluoranthena
Naftalena-1	Fenantrena	Pirena
	Metilnaftalena-1	1-Metilfenantrena
	Metilnaftalena-2	
	2,6-dimetilnaftalena	

## Instrumentasi Kromatografi Gas

Kromatografi Gas merupakan suatu cara pemisahan senyawa-senyawa organik terutama PAH baik secara kualitatif maupun kuantitatif. Metode pemisahannya didasarkan pada perbedaan sifat fisis dimana campuran suatu senyawa didistribusikan antara fase diam dengan fase gerak. Komponen-komponen suatu ekstrak organik dari sampel sedimen yang berupa gas didistribusikan sebagai hasil distribusi antara fase gerak yang berupa gas dan fase diam yang ditempatkan dalam kolom. Bila fase diamnya zat padat disebut Kromatografi Gas Padat (KGP) dan fase diamnya zat cair dinamakan Kromatografi Gas Cair (KGC). Prinsip kerja KGP adalah adsorpsi (serapan) sedangkan pada KGC prosesnya adalah partisi. Prinsip kerja Kromatografi Gas Cair (KGC) yaitu cuplikan diinjeksikan ke dalam injektor. Adanya aliran gas dari gas pengangkut akan membawa cuplikan yang teruapkan masuk ke dalam kolom. Kolom akan memisahkan komponen-komponen dari cuplikan. Kemudian komponen-komponen dideteksi oleh detektor, menghasilkan sinyal dan dikonversi oleh rekorder menjadi puncak kromatogram. Komponen campuran dapat diidentifikasi dengan menggunakan waktu retensi ( $t_r$ ). Waktu retensi ini diukur dari jejak rekorder pada kromatogram. Skema sistem kromatografi gas seperti pada gambar 1 berikut.



Gambar 1. Alat Kromatografi Gas Cair

1. Sistem gas pembawa
2. Sistem pemasukan contoh
3. Pemanas kolom (column oven)
4. Kolom
5. Sistem deteksi
6. Sistem pengolahan data

## SOP Analisis PAH dalam Sampel Sedimen

Berdasarkan kajian pustaka dan pengembangan SOP dapat diperoleh langkah-langkah dalam menganalisis sampel sedimen. Melakukan penyamplingan sampel sedimen, teknik pengambilan sampel, pasca pengambilan sampel, penyediaan alat dan bahan, Analisis PAH dengan melakukan validasi metode dengan sejumlah parameter diantaranya adalah LoD, LoQ, linearitas, rentang linear, presisi, dan recovery. Kemudian metode yang tervalidasi digunakan dalam menentukan konsentrasi PAH dalam sampel sedimen masing-masing stasiun.

### METODE

#### Sampling Sedimen

Pengambilan sampel pada sedimen kering suhu kamar pada bagian permukaan sedimen di daerah perairan. dalam waktu yang bersamaan dengan pengelompokan sampel

Jumlah sampel yang diambil sekitar 30 gram per satu contoh blangko. Jarak dan kedalaman pengambilan sampel bervariasi (2 – 5 m) tergantung pada keadaan sampel apakah berlumpur atau berpasir. Suhu permukaan air di lokasi diukur menggunakan pH meter. Derajat keasaman (pH) setiap stasiun diukur menggunakan alat pH meter.

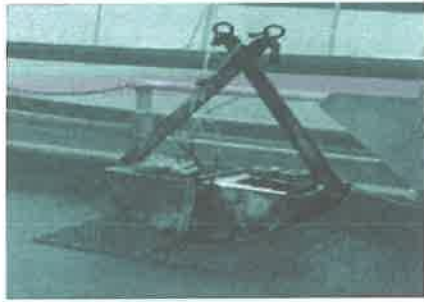
#### Teknik pengambilan sampel

##### 1 Tahap pra pengambilan sampel

Penanganan sampel dari lapangan ke laboratorium dilakukan 3 tahap. Tahap pertama pembersihan alat-alat sebelum sampling dilakukan. Pada tahap pembersihan alat-alat, peralatan gelas seperti botol-botol kaca 2 L direndam dan dicuci dengan air sabun lalu dibilas dengan akuades. Setelah itu, dikeringkan dengan oven pada suhu 100 °C.

##### 2 Tahap pengambilan sampel

Sampel sedimen diambil di lokasi perairan laut atau sungai. Semua sampel diambil dalam waktu yang bersamaan. Sampel sedimen diambil selama musim hujan atau musim kemarau dengan menggunakan alat Van Veen grab (gambar 2) lalu disimpan dalam boxer yang diambil di sekitar lokasi pantai.



**Gambar 2** Alat Van Veen Grab digunakan dalam sampling Sedimen (Golledge & Herzfelder, 2004)

Selama pengambilan sampel baik sedimen kering suhu kamar diupayakan tidak terjadi kontaminasi sumber pencemar lainnya yang tidak diinginkan. Sampel sedimen yang telah diambil dengan alat tersebut dimasukkan ke dalam plastik dan dibungkus dengan aluminium foil untuk mencegah kontaminasi minyak bumi dari luar kemudian dibawa ke laboratorium kemudian dikeringanginkan pada suhu kamar.

### 3 Tahap pasca pengambilan sampel

Pada tahap ini dilakukan penyimpanan sampel sedimen langsung dikeringkan di laboratorium pada suhu kamar. Air laut tanpa disaring disimpan dalam jerkin pada suhu kamar 30 – 35 °C dan karakterisasi pengukuran:

1. Tingkat kekeruhan air laut dilakukan di Laboratorium menggunakan alat turbidimeter.
2. Kadar Air

Sampel sedimen atau kerang hijau ditimbang sekitar 10 gram dan dipanaskan dalam cawan porselin kering yang telah diketahui beratnya, kemudian dimasukkan dalam oven pada suhu 104 °C dan didinginkan ke dalam desikator selama kurang lebih setengah jam. Dari hasil penimbangan dapat diketahui besarnya kadar air yang hilang dan dapat ditentukan dengan persamaan:

$$\text{Kadar air} = \frac{\text{Berat contoh yang hilang}}{\text{Berat contoh basah}} \times 100 \%$$

### 4. Bahan dan Alat Penelitian

#### Bahan Penelitian

Standar PAH diperoleh dari Aldrich (Darmstadt) meliputi: Naptalena, Pirena, Fluorantena, Fenantrena, Asenaftena, Perilena, Benzo(a)Pirena. Bahan kimia lainnya: natrium sulfat anhidrat, silika gel 70 - 240 mesh, alumina, berkualitas p.a. buatan E.Merck,

sedangkan gas helium, hidrogen, dan nitrogen buatan Aneka Gas. Selain bahan tersebut juga digunakan bahan pelarut n-heksana, diklorometana yang mempunyai kualitas p.a. buatan E.Merck. Air yang digunakan adalah aquabides dari Pharmaceutical Lab. dan air suling diproduksi oleh semua laboratorium di Indonesia misalnya pada LPPT UGM, Lab Kimia FMIPA UNM dan Lab Kimia Analitik Instrumen Teknik Kimia Politeknik Negeri Ujung Pandang.

#### Alat Penelitian

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah alat gelas, soxhlet (Pyrex), pendingin Liebig (Pyrex), heating mantle (CE), gelas kimia (Pyrex), gelas ukur (Pyrex), labu takar (Pyrex), batang pengaduk (Pyrex), desikator (Pyrex), sedangkan pipet tetes dan botol aquades (Brand spatula (Indonesia), *magnetic stirrer* (CMS), lumpang dan alu (Cina). Alat untuk penguapan digunakan *rotary evaporator Buchii R II*, pompa vakum (*Hitachi, Ltd*), pengayak 1.00 mm No. 10 (*Fisher Scientific Company*), neraca analitik Al.204 (*Mettler Toledo*), Oven model 511 (*Fisher*). Alat yang digunakan di lapangan adalah termometer (100 °C) dari *Hanna HI 9144*, *hand refraktometer*, Van Veen Grab, GPS (*Global Positioning System*) tipe *Garmin 76 CSX*, tabung gas dari Aneka Gas, turbidimeter, botol berwarna dan tali, mikropipet (*Gilson*), blender (*Waring*), *injector* (*Hamilton*), *Vortex* (*Maxi Mix II*), *Eppendorf, blue tip*, *yellow tip*, adalah alat-alat yang digunakan pada waktu menganalisis sampel ekstrak dengan kromatografi gas detektor FID dari *Shimadzu QP 2010*.

#### Analisis PAH

##### Preparasi larutan standar

Larutan standar PAH dibuat dengan cara menimbang ± 0,01 gram setiap PAH (Nafitena, Asenaftena, Fluorantena, Fenantrena, Pirena, Benzo (a) antrasena dan Perilena) dengan langkah-langkah sebagai berikut: (a). 0,01 gram senyawa PAH standar ditambahkan ke dalam labu volumetri 10 ml untuk membuat 1000 ppm larutan. (b). Senyawa PAH standar dilarutkan dengan DCM (< 10 ml) dalam labu 10 ml dan ditambahkan DCM ke dalamnya hingga tanda batas untuk membuat 1000 ppm larutan. (c) 500, 100, 20, 10, 5, 2, 1, dan 0,5

larutan standar dibuat dengan cara pengenceran.

## Validasi metode

### 1. Penentuan linearitas dan kisaran linear

Langkah-langkah penentuan linearitas dan kisaran linear adalah sebagai berikut: (1). Larutan kerja standar (*working solution*) disiapkan menjadi 8 variasi konsentrasi (500, 100, 20, 10, 5, 2, 1, dan 0,5 ppm). (2). Larutan standar tersebut dianalisis dengan menggunakan GC-FID. (3). Kurva baku standar dibuat hubungan antara kadar terhadap luas area kromatogram, dimana kurva dibuat secara matematis menggunakan program korelasi regresi linear. Metode uji dikatakan linear jika nilai  $r > 0,99$  dan untuk penentuan kisaran linear dapat dilihat nilai  $r$ -nya. Jika nilai  $r$ -nya  $r > 0,99$  maka dapat dikatakan bahwa pada kisaran konsentrasi terendah sampai konsentrasi tertinggi pada tahap I adalah linear.

### 2. Pembuatan kurva kalibrasi

Kurva kalibrasi menggambarkan respon suatu instrumen terhadap suatu nilai yang diukur. Dalam kasus ini, nilai yang dimaksud adalah konsentrasi analit (larutan standard PAH), sedangkan respons instrumen berupa absorbansi dari alat GC-FID. Persamaan garis regresi dan koefisien regresi ( $r$ ),  $a$  (intersep), dan  $b$  (slope) dapat diperoleh berdasarkan perhitungan statistik dari kurva masing-masing PAH.

$$Y = a + bx$$

Berdasarkan perhitungan akan diperoleh nilai masing-masing tersebut di atas. Besaran tersebut digunakan untuk menghitung limit deteksi (LOD) dan limit kuantifikasi (LOQ) seperti dijelaskan pada sub bab berikut.

### 3. Penentuan limit deteksi (LOD) dan limit kuantifikasi (LOQ)

Limit deteksi atau *limit of detection* (LOD) adalah konsentrasi analit terendah yang dapat dideteksi dengan handal oleh suatu metode dan secara statistik berbeda terhadap sinyal yang berasal dari blanko yang melalui perlakuan lengkap metode, termasuk ekstraksi kimia atau preparasi awal sampel. Limit kuantifikasi atau *limit of quantification* (LOQ) merupakan konsentrasi analit terendah yang dapat ditetapkan

secara kuantitatif dengan tingkat akurasi dan presisi yang dapat diterima ketika metode yang dimaksud diaplikasikan (SNI 19-17025-2000 yang disadur dari ISO 17025 : Suheryanto, 2010). Secara matematis  $LOD = Yb + 3 Sb$  dan  $LOQ = Yb + 10 Sb$ .

Keterangan:

$Yb$  = Intersep dari Persamaan Regresi

$Sb$  = Standar Deviasi Slope

### 4. Penentuan presisi dengan uji repeatabilitas

Repeatabilitas dilakukan dengan melakukan pengujian 10 sampel blanko dengan senyawa standar pada kondisi yang sama, yaitu analisis sama, alat dan laboratorium sama dan waktu pengujian yang hampir bersamaan dengan tahap-tahap sebagai berikut:

1). 10 buah blanko disiapkan 2). Dilakukan pengujian menggunakan metode yang divalidasi/verifikasi terhadap ke-10 sampel blanko. 3). Pada proses pengukuran, masing-masing sampel diukur dua kali dan dihitung rata-rata antar sampel ( $X$ ). dan standar deviasinya ( $SD$ ). 5). Standar deviasi relatif ( $RSD$ ) dihitung dengan rumus:

$$RSD = (SD/X) \times 100 \%$$

Keberterimaan nilai  $RSD$  untuk repeatabilitas adalah sebagai berikut (Tabel 4):

Tabel 4. Konsentrasi analit terhadap maksimal Horwitz

Konsentrasi Analit	Maksimal Horwitz % RSD
100%	2
10%	2,8
1%	4
0,1 %	5,7
100 ppm	8
10 ppm	11,3
1 ppm	16
100 ppb	22,6
10 ppb	32
1 ppb	45,3

(Horwitz, 1995)

### 5. Ekstraksi sampel Sedimen

Sampel sedimen kering sebanyak 10 gram yang sudah diayak dimasukkan ke alas bulat 250 ml yang berisi diklometana dan n-heksana (50:50 = V/V) sebanyak masing-masing 100 ml. Tujuh senyawa standar 1 ml masing-masing 10 ppm (naftalena, asenaftena, fluorantena, fenantrena, pirena, benzo(a) antrasena, dan perilena)



ditambahkan ke dalam labu alas bulat 250 ml pada bagian IV.3.1 di atas. Sampel diekstraksi soxhlet selama 18 jam, kemudian didinginkan pada suhu kamar. Pelarut diambil dan disaring serta dilakukan penguapan pelarut dengan Evaporator Buchii pada suhu 45 °C. Sampel dikeluarkan dan disaring serta dikeringkan dengan natrium sulfat atau glass wool kemudian dimasukkan ke botol kecil serta dibiarkan sampai suhu menjadi dingin (Ekstrak Bahan Organik/EBO). Fraksi PAH dipisahkan dari fraksi hidrokarbon alifatik dengan menggunakan cara clean-up dan fraksinasi dari fraksi aromatik dianalisis GC-FID.

## Fraksinasi

### 1 Fraksinasi sampel sedimen

Fraksi alifatik dan fraksi aromatik (PAH) dipisahkan dari EBO dengan menggunakan kolom kromatografi. Adsorben yang digunakan adalah silika gel 70 - 240 mesh dan alumina (1:1 = v/v). Kolom fraksinasi yang akan digunakan, dibersihkan dari hidrokarbon lain dan bagian bawahnya dilapisi dengan *glass wool* atau kapas untuk menjaga agar fase diam tidak lolos selama elusi berlangsung. Dengan teknik *slurry*, Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> anhidrat setinggi 1 cm, 7 gram silika gel, 7 gram alumina dan Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> anhidrat setinggi 1 cm serta kertas saring secukupnya secara berturut-turut dimasukkan ke dalam kolom fraksinasi. Kolom diisi dengan n-heksana sampai penuh dan dielusi berulang kali.

Silika gel dan alumina dibuat menjadi bubuk dengan eluen yang akan digunakan dan selanjutnya dimasukkan ke dalam kolom sedikit sambil kran kolom dibuka. Kolom fraksinasi dielusi terus-menerus dengan normal heksana sampai silika gel - alumina homogen. Bagian atas (permukaan) silika-gel dilapisi kertas saring untuk menyangga sampel. EBO yang diperoleh dari ekstraksi sampel ditimbang kemudian dilarutkan dengan 1 ml n-heksana dan dimasukkan ke dalam kolom serta selanjutnya dielusi dengan normal heksana 20 ml untuk mendapatkan fraksi alifatik. Untuk mendapatkan fraksi aromatik/PAH kolom tersebut dielusi dengan menggunakan 20 ml DCM : n-heksana (1:1). Pemisahan fraksi alifatik dan PAH dibantu oleh lampu UV, fraksi PAH akan terlihat berpendar, sedangkan alifatik tidak. Setelah pelarutnya diuapkan, tiap-tiap fraksi kemudian ditimbang dengan teliti dengan menggunakan

neraca analitik untuk mengetahui beratnya. Kemudian fraksi aromatik tersebut dilarutkan dengan 1000 µl pelarut DCM dan dianalisis dengan menggunakan GC-FID.

### 2 Analisis sampel sedimen dengan GC-FID

Semua sampel validasi metode yang telah dipreparasi dianalisis menggunakan GC-FID di LPPT UGM dan laboratorium Kimia FMIPA UNM serta laboratorium Kimia yang memiliki alat GC-FID di Indonesia, untuk melakukan penelusuran metode yang akurat. Pada penelusuran metode ini dilakukan beberapa tahap: 1. Membandingkan penggunaan kurva kalibrasi PAH standar campuran dengan kurva kalibrasi PAH standar tunggal. 2. Penggunaan sampel sedimen kering suhu kamar. 3. Aplikasi dan metode yang sudah dikembangkan. Hasil yang diperoleh adalah penggunaan sampel sedimen kering suhu kamar dan penggunaan kurva kalibrasi PAH standar campuran dalam menentukan konsentrasi PAH agak lebih praktis, sehingga metode ini dilanjutkan untuk aplikasi dalam penentuan konsentrasi sampel sedimen. Verifikasi metode dapat dilakukan lebih lanjut dan dilaksanakan pada salah satu laboratorium, misalnya di Lab Kimia FMIPA UNM untuk preparasi sampel sedimen sedangkan analisis kromatogramnya dilakukan di Lab. Instrumen Analitik Politeknik Negeri Ujung Pandang.

Fraksi Aromatik mengandung PAH dianalisis dengan menggunakan GC-FID dengan kolom Rtx-5. Tujuh senyawa standar masing-masing maupun dalam bentuk campuran (naptalena, asenaftena, fluorantena, fenantrena, pirena, benzo(a)antrasena, dan perilena) ke dalam sampel. Fraksi PAH diinjeksikan ke dalam GC.

Kondisi eksperimen dari GC yang digunakan dengan menggunakan jenis kolom Rtx-5 adalah panjang kolom 30,0 m, diameter dalam 0,32 mm ID, temperatur kolom maksimal 350 °C, temperatur oven : temperatur awal 60,0 °C, *hold time* 1,00 min, waktu 36,5 menit, laju aliran 1,00 mL/min dengan temperatur 290,0 °C dan *hold time* 6,75 min, jenis detektor FID dengan temperatur detektor 315 °C, gas pembawa H<sub>2</sub> 3 mL/menit, laju alir gas pembawa H<sub>2</sub> 3 mL/menit, laju alir H<sub>2</sub> 35 mL/menit serta laju alir udara 30,0 mL/menit.

### 3 Perhitungan Konsentrasi PAH

Analisis PAH dilakukan dengan menggunakan metode ekstraksi soxhlet sampel sedimen dan

hijau dan fraksi aromatik mengandung PAH dianalisis menggunakan kromatografi gas. Konsentrasi PAH dihitung berdasarkan rumus:

$$C_x = \frac{C \times V \times f_p}{B \left(1 - \frac{K_a}{100}\right)}$$

Keterangan :

- $C_x$  = konsentrasi PAH ( $\mu\text{g/g}$ )  
 $C$  = Konsentrasi sampel yang diperoleh dari persamaan regresi linear ( $\mu\text{g/g}$ )  
 $V$  = Volume larutan sampel sedimen (ml)  
 $f_p$  =  $\frac{\text{Volume akhir (ml)}}{\text{Volume awal (ml)}}$   
 $B$  = Berat contoh uji (gr)  
 $K_a$  = Kadar air sampel (%)

Konsentrasi dan distribusi PAH dalam masing-masing stasiun berdasarkan data

## DISKUSI DAN PEMBAHASAN

Prosedur analisis yang dipaparkan di atas merupakan rangkaian analisis PAH dalam sampel sedimen perairan terutama pada perairan laut dan merupakan hasil dari pengembangan SOP yang telah diperoleh (Syahrir, 2015). Dalam menganalisis PAH terhadap sampel sedimen merupakan suatu tahapan-tahapan yang perlu dilakukan dan diharapkan hasil analisis PAH yang diperoleh dapat lebih tepat dan akurat/reliabel.

Penggunaan sampel sedimen kering angin setelah dilakukan preparasi sehingga diperoleh fraksi aromatik hidrokarbon kemudian dianalisis dengan GC-FID dan GC-MS memberikan hasil kromatogram dengan jelas terhadap beberapa jenis PAH di sekitar pantai Kenjerang Surabaya (Syahrir, 2013).

Menurut Syahrir, 2015a bahwa validasi metode berdasarkan metode analisis dalam prosedur tersebut sudah menunjukkan validasi yang baik, dengan nilai LoD, LoQ, rentang linear, linearitas serta recovery memberikan hasil yang tepat serta sesuai dengan yang dipersyaratkan. Hal ini dipertegas dengan melakukan verifikasi metode (Syahrir, 2015b) dimana validasi metode tetap memberikan hasil yang baik atau metode yang digunakan sudah tervalidasi, sehingga dapat dipakai selanjutnya dalam menentukan konsentrasi PAH dalam sampel sedimen perairan terutama pada perairan laut.

## SIMPULAN

Kajian literatur Standar Operasional Prosedur (SOP) merupakan hal yang sangat penting dalam suatu pekerjaan analisis. Dalam analisis PAH pada sampel sedimen memerlukan suatu prosedur yang dikemas dalam suatu standar operasional prosedur (SOP).

Berdasarkan kajian literatur dan pengembangan SOP dapat diperoleh langkah-langkah dalam menganalisis sampel sedimen. Adapun langkah-langkah tersebut adalah melakukan penyamplingan sampel sedimen, teknik pengambilan sampel, pasca pengambilan sampel, penyediaan alat dan bahan, Analisis PAH dengan melakukan validasi metode dengan sejumlah parameter diantaranya adalah LoD, LoQ, linearitas, rentang linear, presisi, dan recovery. Kemudian metode yang tervalidasi digunakan dalam menentukan konsentrasi PAH dalam sampel sedimen perairan terutama pada sedimen perairan laut.

## DAFTAR PUSTAKA

- Anonim. 2001. *Review or Adjustment of the Lists of Wastes Contained in Annex VIII or IX*. Technical Working Group of the Basel Convention. United Nations Environment Programme (UNEP). Geneva.
- Damas, E.Y.C., Medina, M.O.C., Clemente, A.C.N., Diaz, M.A.D., 2009. *Validation of Analytical Methodology for the Quantitative analysis of Petroleum Hydrocarbon in Marine Sediment Samples*. Quim Nova Vol.32., No.4, 855-860.
- Elias, S., Wood, Ab.K., Hashim, Z., Siang, W.B., Hamzah, M.S., Rahman, S.Abd., Salim, A.N.A., Arifin, T., 2007. *Polycyclic Aromatic Hydrocarbon (Pah) Contamination In The Sediments Of East Coast Peninsular Malaysia*. The Malaysian Journal of Analytical Sciences, Vol 11, No 1 (2007): 70-75. Analytical Chemistry Application Laboratory. Malaysia Institute For Nuclear Technology.
- EPA, 610. *Polynuclear Aromatic Hydrocarbons*. Appendix A To Part 136.
- EPA, 8270 C., 1996. *Semivolatile Organic Compounds by Gas Chromatography / Mass Spectrometry (GC-MS)*. Revisi 3.
- Golledge, W.R., & Herzfelder, E.R., 2004. *Method for the Determination of Extractable Petroleum Hydrocarbons (EPH)*. Department of Environmental Protection. Revision 1.1. Bureau.
- Golledge, W.R., & Herzfelder, E.R., 2009. *Method for the Determination of Extractable Petroleum*

- Hydrocarbons (EPH). Department of Environmental Protection. Revision 2.1. Bureau.*
- Harmita., 2004. *Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya*. Majalah Ilmu Kefarmasian, Vol.I.No.3, Desember 2004,117-135. Universitas Indonesia.
- Haeseler, F., D. Blanchet, V. Druelle, and J.P. Vandecasteele. 1999. *Analytical Characterization of Contaminated Soils From Former Manufactured Gas Plants*. Environ. Sci. Technol. 33(6): 825-830.
- Horwitz,W. 1995. *Protocol for The Design, Conduct and Interpretation of Method – Performance Studies*. Pure and Applied Chemistry. 67: 331 – 343.
- IARC. 2010. *IARC Monographs on the Evaluation of Carcinogenic Risks to Humans. Vol. 92. Some Non-heterocyclic Polycyclic Aromatic Hydrocarbons and Some Related Exposures*. IARC Working Group on the Evaluation of Carcinogenic Risks to Humans. Lyon.
- Noor, A. Syahrir, M. & Liong, S. 2003. *Aplikasi Index Polusi Minyak di Laut (MOPI) dalam Analisis Hidrokarbon Perairan Pantai Spermonde*. Jurnal Ilmu Lingkungan. UNAIR.
- Syahrir, M., 2001. *Karakterisasi n-Alkana dalam Sedimen Pantai Pulau Lumu-lumu Kepulauan Spermonde Melalui Indikator MOPI dan MC*. Tesis. Program Pascasarjana. Universitas Hasanuddin.
- Syahrir, M. 2010. *Prefarasi Senyawa PAH dalam sedimen di sekitar Pantai Kenjerang Surabaya*. KAPASGAMA. Sekolah Pascasarjana UGM. Yogyakarta
- Syahrir, M. 2013. *Chromatogram Profile of PAH in EOM Before and After Fractionation of Dry-Wind Sediment From Kenjeran Coast Surabaya By Using GC-FID*
- Syahrir, M. 2015a. *Validasi Metode Analisis PAH dalam Sedimen di Sekitar Pantai Makassar*. JKTI LIPI. Jakarta.
- Syahrir, M. & Herawati, N. 2015b. *Pengembangan SOP dalam Analisis PAH di Sekitar Pantai Kepulauan Spermonde Kota Makassar*. Laporan Hasil Penelitian Hibah Bersaing Lembaga Penelitian UNM. Makassar.
- Syahrir, M., 2015c. *Distribusi dan Sumber PAH dalam Sedimen dan Kerang Hijau di Sekitar Pantai Makassar*. Disertasi. Prodi S2/S3 Ilmu Kimia FMIPA UGM. Yogyakarta.
- Peters, C. & Harlin, K. 1995. *Standard Operating Procedure for The Analysis of PAHs and Atrazine by GC/Ion Trap MS*. Office of Atmospheric Chemistry. Campaign.
- Wick, A.F., Haus, N. W., Sukkariyah, B. F., Haering, K. C., Daniels, W.L., 2011. *Remediation of PAH-Contaminated Soils and Sediments: Literature Review*. Department of Crop and Soil Environmental Sciences. Blacksburg, VA 24061. Department of Crop and Soil Environmental Sciences. Virginia Polytechnic Institute and State University. Blacksburg