

## Tingkat Selektivitas, Faktor Kapasitas, Jumlah Pelat Teoritik dan Waktu Retensi Analisis PAH dengan GC-FID Menggunakan Kolom RTX-5-MS dan Kolom CP-Sil 8 CB

### Degree of Selectivity, Capacity Factors, Number of Theoretical Plates and Retention Times of PAH Analysis by GC-FID Using RTX-5-MS Column and CP-Sil 8 CB Column

*Muhammad Syahrir*

*Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Makassar  
syahrirunm@gmail.com*

#### **ABSTRAK**

Kromatografi Gas tipe QP 2010 mampu mendeteksi Poliaromatik Hidrokarbon (PAH) skala nanogram permikroliter. Jenis kolom yang dipakai memerlukan suatu ketepatan dan ketersesuaian yang bergantung pada PAH. Beberapa jenis PAH yang dipakai dalam membandingkan jenis kolom dalam penelitian ini adalah naftalena, asenaftene, fenantrena, florantena, pirena, Benzoantrasena dan perilena. Membandingkan dua jenis kolom Kolom Rtx-5-MS dan Kolom CP-Sil 8 CB. Tingkat selektivitas, faktor kapasitas, jumlah pelat teoritis serta waktu retensi menjadi kriteria dalam diamati. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kolom Rtx-5-MS pada kondisi kromatografi gas memberikan tingkat selektivitas, faktor kapasitas dan jumlah pelat teoritis memenuhi syarat pemisahan yang baik dan waktu retensi antara 4,60 menit – 30,00 menit, sedangkan kolom CP-Sil 8 CB (25 m x 0,23 mm) pada waktu retensi antara 4,60 menit – 25,00 menit, sedikit lebih cepat dalam terdeteksi PAH dengan tingkat selektivitas yang lebih tinggi. Kolom Rtx-5-MS memenuhi syarat pemisahan PAH dengan baik tetapi memerlukan waktu kurang lebih 5 menit lebih lama munculnya peak Perylene yang terpisah, menyulitkan menganalisis jenis PAH tersebut dibandingkan dengan pemakaian kolom CP-Sil-8 CB.

**Kata Kunci:** *selektivitas, faktor kapasitas, pelat teoritik, GC-FID, PAH*

#### **ABSTRACT**

Gas chromatography QP 2010 type is able to detect the polyaromatic hydrocarbons (PAH) on nanogram per microlitre scale. The types of column that was used require a precision and appropriate that depend on PAH. Several types of PAH used in comparing column types on this study is naphthalene, acenaphthene, phenanthrene, fluoranthene, pyrene, benzoanthracene and perylene. Comparing two types of columns, RTX-5-MS column and CP-Sil 8 CB column. Degree of selectivity, capacity factors, number of theoretical plates and retention times become criterion were observed. The results showed that RTX-5-MS column on gas chromatography provide degree of selectivity, capacity factors and theoretical plates are qualified for a good separation and retention time of 4.60 min – 30.00 min, while CP-Sil 8 CB (25 m x 0,23 mm) at the retention times of 4.60 min – 25.00 min, slightly faster in PAH detection with higher selectivity. RTX-5-MS column is qualified in PAH separation but it takes about 5 minutes longer to Perylene peak separate, it makes difficult to analyze PAH types compared CP-Sil-CB column.

**Keywords:** *selectivity, capacity factors, theoretical plates, GC-FID, PAH*

## PENDAHULUAN

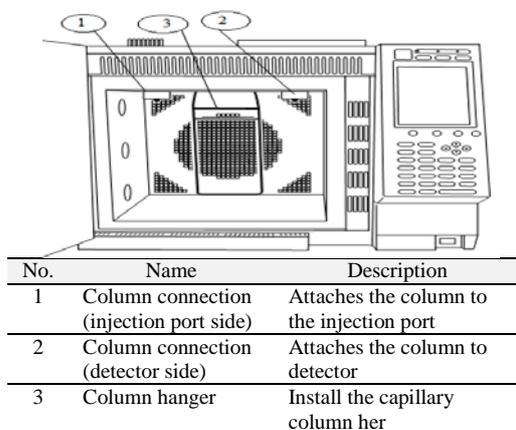
Senyawa hidrokarbon polisiklik aromatik (PAH) merupakan kelompok senyawa organik yang tersusun dari dua atau lebih cincin aromatik (benzene), di lingkungan terutama terbentuk dari pembakaran tidak sempurna bahan bakar fosil. Menurut Eadie (1983) dalam Endang Lukitaningsih, 2000, senyawa PAH yang banyak dijumpai di atmosfer maupun sedimen adalah senyawa PAH yang tidak tersubstitusi. Karena sifat senyawa PAH yang hidrofob, maka di lingkungan perairan dapat mengalami akumulasi padat bahan organik seperti sedimen maupun pada jaringan lipid biota, sehingga memungkinkan terdistribusi luas mengikuti pola rantai makanan. Hal ini dapat menimbulkan dampak negatif adanya PAH di lingkungan terutama senyawa yang memiliki cincin benzene lebih dari dua atau tiga cincin. Karena semakin banyak cincin benzene yang dimiliki setiap jenis PAH akan semakin bersifat toksik bagi lingkungan bahkan berdampak pada kesehatan makhluk hidup terutama biota dan manusia yang berada di sekitar lingkungan yang terkontaminasi dengan PAH tertentu.

Analisis secara kromatografi terkadang memiliki kendala terutama dalam hal pemisahan antar jenis PAH. Dimana PAH yang sering terdapat pada lingkungan umumnya merupakan campuran yang terdiri dari berbagai jenis dengan sifat-sifat kimia dan fisika yang hampir sama bahkan membentuk suatu deret homolog berdasarkan berat molekulnya dan jumlah cincin benzene yang terdapat di dalamnya. Sehingga memerlukan suatu ketelitian dan ketepatan dalam menganalisis PAH baik secara kualitatif maupun kuantitatif. Oleh karena itu dibutuhkan suatu alat dengan kemampuan pemisahan yang tinggi seperti

kromatografi gas QP 2010 sebagai GC tipe baru yang memiliki kolom kapiler. Kromatografi kolom kapiler memiliki spesifikasi menguntungkan yaitu lempeng teoritik (Neff) dalam kolom berkisar antara 5000 per meter. Tekanan kolom rendah sehingga dapat diperpanjang hingga 60 meter tanpa ada resiko tekanan balik, tebal lapisan fase diam berkisar 0,1-1 mikrometer sehingga memiliki efek minimum terhadap proses adsorpsi dan katalitik (Grob, 1995). Dengan menggabungkan kromatografi gas kolom kapiler dan detector ionisasi nyala (FID) diharapkan metode ini dapat diaplikasikan dalam menganalisis PAH dalam sampel lingkungan yang umumnya berkadar sangat rendah. Pemilihan jenis kolom yang tepat dapat menentukan konsentrasi dan nilai recovery sampel lingkungan terutama sedimen laut terkontaminasi PAH secara cepat dalam rentang linear konsentrasi. Kolom yang dipakai dan dibandingkan dalam penelitian ini adalah 1). Kolom Rtx-5-MS dan 2). Kolom CP-Sil-8 CB.

Kedua jenis kolom tersebut masing-masing memiliki kemampuan menganalisis PAH target yang tentunya memiliki kekurangan dan kelebihan masing-masing. Sehingga hal tersebut memerlukan ketelitian dan keakuratan dalam memilih kolom dengan tepat dan secara cepat mampu mendeteksi PAH yang ditargetkan dan dapat ditinjau berdasarkan beberapa syarat pemisahan yang baik yaitu: tingkat selektivitas, faktor kapasitas, jumlah pelat teoritik serta lama waktu retensinya dari sejumlah PAH target. Adapun jenis PAH target dalam membandingkan kedua jenis kolom terhadap syarat pemisahan yang baik dari suatu GC kapiler adalah Naphtelene, Achenaphtene, Fluoranthene, Pyrene, Benzo@antracene, dan Perylene.

Karena ketujuh jenis PAH tersebut dapat mewakili dari masing-masing PAH berdasarkan jumlah berat molekulnya dan jumlah cincin benzennya serta tingkat toksisitasnya bagi makhluk hidup terutama manusia dan biota yang berada di sekitar lingkungan tertentu misalnya pada lingkungan laut atau pantai-pantai tertentu di Indonesia. Berikut pada Gambar 1. diagram bagian dalam kolom Kromatografi Gas QP-2010.



**Gambar 1.** Diagram Kromatografi Gas QP-2010

## METODE PENELITIAN

### A. Lokasi Penelitian

Penelitian ini dilakukan di laboratorium LPPT UGM

### B. Alat dan Bahan

Mikropipet 1 buah, syring 10  $\mu$ l 1 buah, even dott 20 buah, pipet tetes 1 batang, labu takar 10 ml, 100 ml, masing-masing 1 buah, gelas ukur 10, 50, dan 100 ml masing-masing 1 buah, timbangan analitik 1 buah, serta batang pengaduk 1 buah.

Bahan yang digunakan diantaranya; diklorometana 500 ml, n-heksana 100 ml, naphthalene 2 gram, pyrene 2 gram, fluoranthene 2 gram, phenantrene 2 gram, acenaphthene 2 gram, perylene 2 gram, benzo@antracene 2 gram, tissue roll 2

buah, aquades 100 ml, alat injeksi 10 mikroliter sebanyak 2 buah, lap kasar serta lap halus.

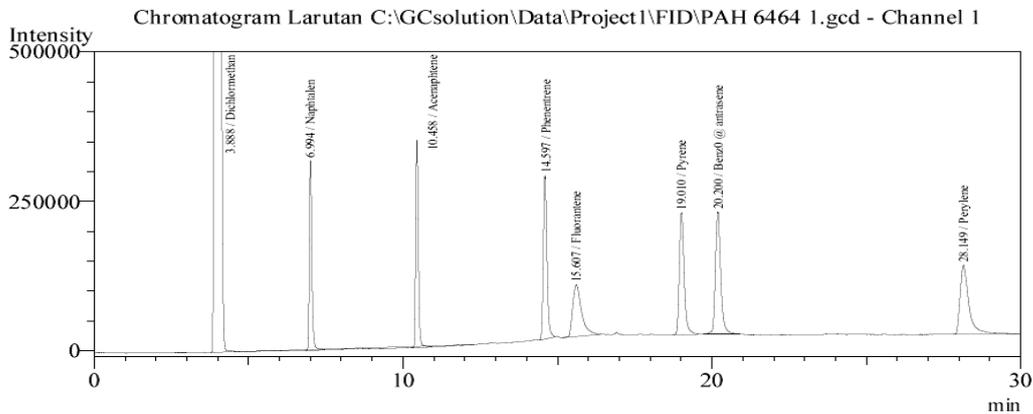
### C. Prosedur penelitian

Sampel standar masing-masing ditimbang 1 gram kemudian dilarutkan dengan diklorometana sedikit-demi sedikit ke dalam labu takar 10 ml sehingga larutan mencapai volume pada labu takar sampai tanda batas. Sebanyak 1 mikroliter dari masing larutan tersebut diinjeksikan ke dalam kromatografi gas QP 2010 menggunakan alat injeksi. Kemudian larutan yang lain masing-masing larutan tersebut dicampur dan diinjeksikan ke dalam alat kromatografi gas QP 2010. Jenis kolom yang digunakan dalam kromatografi gas adalah Rtx-5-MS dan CP-Sil-8-CB. Kondisi kromatografi gas QP 2010 menggunakan detektor-FID dengan panjang kolom 30,0 m, tebal film 0,25 mikrometer, diameter kolom 0,25 mm ID, temperatur kolom maximal 330  $^{\circ}$ C, temperatur oven : temperatur initial 180,0  $^{\circ}$ C dan hold time 1,00 min, temperatur waktu 30,00 min, laju 10,0 C/min dengan temperatur 300,0  $^{\circ}$ C dan hold time 17,00 min, jenis detektor FID dengan temperatur detektor 315  $^{\circ}$ C, gas pembawa He, laju alir gas pembawa 0,0 mL/min, laju alir H<sub>2</sub> 40,7 mL/min. Dari hasil kromatogram yang diperoleh ditentukan tingkat selektivitas, faktor kapasitas, dan jumlah pelat teoritik serta waktu retensinya

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### a. Pengukuran PAH dengan GC-FID kolom Rtx-5-MS

Hasil pengukuran beberapa PAH dengan GC-FID menggunakan kolom Rtx-5-MS diperoleh kromatogram dan data pengukuran sebagaimana pada Gambar 2.



**Gambar 2.** Kromatogram PAH standard dengan GC-FID kolom Rtx-5-MS 1000 ppm.

Dari data pengukuran berdasarkan kromatogram diatas dapat ditentukan dan dihitung faktor kapasitas ( $k'$ ) dengan persamaan;

$$k' = \frac{tr - tm}{tm}$$

sehingga diperoleh faktor kapasitas PAH sebagaimana pada Tabel 1.

**Tabel 1.** Faktor kapasitas pengukuran PAH dengan GC-FID kolom Rtx-5-MS.

Jenis PAH	tr (menit)	tm (menit)	(k')
Naphtalene	6,9940	3,888	0,799
Acenaphtene	10,454	3,888	1,689
Phenantrene	14,597	3,888	2,754
Fluoranthene	15,607	3,888	3,014
Pyrene	19,010	3,888	3,889
BenzoAntracene	20,200	3,888	4,195
Perylene	28,149	3,888	6,240

$tr$  adalah waktu retensi dari PAH  
 $tm$  adalah waktu retensi dari fase gerak 3,643 menit

Begitu juga dengan faktor Selektivitas ( $\alpha$ ) diperoleh berdasarkan data pengukuran dapat dihitung dengan persamaan;

$$\alpha = \frac{tr2 - tm}{tr1 - tm}$$

sehingga diperoleh secara keseluruhan nilai faktor selektivitas sebagaimana pada Tabel 2.

**Tabel 2.** faktor selektivitas pengukuran PAH dengan GC-FID kolom Rtx-5-MS.

Jenis PAH	tr (menit)	Pemisahan PAH	(k')
Naphtalene	6,9940	Naphtalene dan Acenaphtene	2,115
Acenaphtene	10,454	Acenaphtene dan Phenantrene	1,629
Phenantrene	14,597	Phenantrene dan Fluorantene	1,094
Fluoranthene	15,607	Fluorantene dan Pyrene	1,290
Pyrene	19,010	Pyrene dan Benzoantracene	1,079
BenzoAntracene	20,200	Benzoantracene dan Perylene	1,487
Perylene	28,149	Perylene	

(tr) waktu retensi PAH dengan (tm) waktu retensi fase gerak 3,888 menit

Dari penentuan faktor selektivitas di atas menunjukkan nilai dari keseluruhan pengukuran PAH standar nilai factor selektivitas lebih besar dari 1, hal tersebut memenuhi syarat sebagai syarat selektivitas dari suatu pemisahan antara dua puncak yang berdekatan cukup baik. Selanjutnya dari segi perhitungan jumlah plat teoritis juga memenuhi syarat pemisahan karena melebihi dari nilai 2 sebagai harga persyaratan analisis pemisahan PAH sebagaimana terlihat pada Tabel 3.

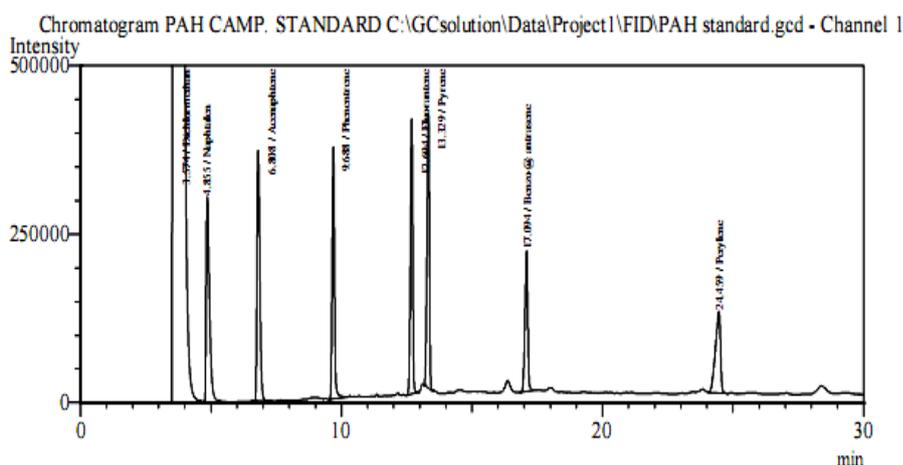
### b. Pengukuran PAH dengan GC-FID Kolom CP-Sil 8 CB

Hasil pengukuran beberapa PAH dengan GC-FID menggunakan kolom CP-Sil 8 CB diperoleh kromatogram dan data pengukuran sebagaimana pada Gambar 3.

**Tabel 3.** Jumlah Plat Teoritis pengukuran PAH dengan GC-FID kolom Rtx-5-MS.

Jenis PAH	Jumlah Plat teoritis ( $N_{req}$ )
Naphtalene	$16 \left( \frac{3}{0.1} \right)^2 = 14400,00$
Acenaphtene	$16 \left( \frac{6.5}{0.1} \right)^2 = 67600,00$
Phenantrene	$16 \left( \frac{10.9}{0.2} \right)^2 = 47524,00$
Fluoranthene	$16 \left( \frac{12.1}{0.5} \right)^2 = 9370,24$
Pyrene	$16 \left( \frac{15.1}{0.3} \right)^2 = 40535,11$
BenzoAntracene	$16 \left( \frac{16.03}{0.3} \right)^2 = 47233,78$
Perylene	$16 \left( \frac{24.1}{0.7} \right)^2 = 16965,23$

Dari semua jenis PAH di atas nilai  $N_{req}$  memenuhi syarat yaitu lebih dari 7000 sehingga diharapkan frekuensi terjadinya kesetimbangan analit dalam fase diam dan fase gerak dapat memungkinkan tercapainya pemisahan PAH secara sempurna (Grob., 1995).



**Gambar 3.** Kromatogram PAH standard dengan GC-FID kolom CP-Sil 8-CB 1000 ppm.

Dari data pengukuran berdasarkan kromatogram diatas dapat ditentukan dan dihitung faktor kapasitas ( $k'$ ) dengan persamaan;

$$k' = \frac{tr - tm}{tm}$$

sehingga diperoleh faktor kapasitas PAH sebagaimana pada Tabel 4.

**Tabel 4.** Faktor kapasitas pengukuran PAH dengan GC-FID kolom CP-Sil 8 CB.

Jenis PAH	tr (menit)	tm (menit)	(k')
Naphtalene	4,8550	3,574	0,358
Acenaphtene	6,8080	3,574	0,855
Phenantrene	9,6880	3,574	1,711
Fluoranthene	12,694	3,574	1,636
Pyrene	13,329	3,574	2,719
BenzoAntracene	17,094	3,574	3,783
Perylene	24,459	3,574	5,844

tr adalah waktu retensi dari PAH

tm adalah waktu retensi dari fase gerak 3,643 menit

Begitu juga dengan faktor Selektivitas ( $\alpha$ ) diperoleh berdasarkan data pengukuran dapat dihitung dengan persamaan;

$$\alpha = \frac{tr2 - tm}{tr1 - tm}$$

sehingga diperoleh secara keseluruhan nilai faktor selektivitas sebagaimana pada Tabel 5.

**Tabel 5.** faktor selektivitas pengukuran PAH dengan GC-FID kolom CP-Sil 8 CB.

Jenis PAH	tr (menit)	Pemisahan PAH	Faktor Kapasitas (k')
Naphtalene	4,855	Naphtalene dan Acenaphtene	2,525
Acenaphtene	6,808	Acenaphtene dan Phenantrene	1,891
Phenantrene	9,688	Phenantrene dan Fluorantene	1,492
Fluoranthene	12,694	Fluorantene dan Pyrene	1,069
Pyrene	13,329	Pyrene dan Benzoantracene	1,386
BenzoAntracene	17,094	Benzoantracene dan Perylene	1,545
Perylene	24,459	Perylene	

(tr) waktu retensi PAH dengan (tm) waktu retensi fase gerak 3,888 menit

Dari penentuan faktor selektivitas di atas menunjukkan nilai dari keseluruhan pengukuran PAH standar nilai faktor selektivitas lebih besar dari 1, hal tersebut juga memenuhi syarat sebagai syarat selektivitas dari suatu pemisahan antara dua puncak yang berdekatan cukup baik. Selanjutnya dari segi perhitungan jumlah plat teoritis juga memenuhi syarat pemisahan karena melebihi dari nilai 2 sebagai harga persyaratan analisis pemisahan PAH sebagaimana terlihat pada Tabel 6.

Dari data tersebut di atas  $N_{req}$  Naphtalene = 15.376, Acenaphtene = 23.104, Phenantrene = 23.104, Fluorantene = 28.224, Pyrene = 29.584, Benzoantracene = 7.744, dan Perylene = 567. Dari data tersebut hanya Perylene yang belum memenuhi syarat yaitu lebih kecil dari 7000 sedangkan PAH target lainnya memenuhi syarat dan diharapkan frekuensi terjadinya kesetimbangan analit dalam fase diam

dan fase gerak dapat memungkinkan tercapainya pemisahan PAH secara sempurna (Grob., 1995).

**Tabel 6.** Jumlah Plat Teoritis pengukuran PAH dengan GC-FID kolom CP-Sil 8 CB

Jenis PAH	Jumlah Plat teoritis ( $N_{req}$ )
Naphtalene	$16 \left(\frac{3.1}{0.1}\right)^2 = 15376,00$
Acenaphtene	$16 \left(\frac{3.8}{0.1}\right)^2 = 23104,00$
Phenantrene	$16 \left(\frac{3.8}{0.1}\right)^2 = 23104,00$
Fluoranthene	$16 \left(\frac{4.2}{0.1}\right)^2 = 28224,00$
Pyrene	$16 \left(\frac{4.3}{0.1}\right)^2 = 29584,00$
BenzoAntracene	$16 \left(\frac{2.2}{0.1}\right)^2 = 7744,00$
Perylene	$16 \left(\frac{1.2}{0.2}\right)^2 = 567,00$

Perbandingan data faktor kapasitas dan faktor selektivitas serta plat teoritis dari kolom CP-SIL 8 CB dengan kolom Rtx-5-MS dalam analisis PAH menggunakan GC-FID diketahui dari hasil analisa data bahwa kolom CP-Sil 8 CB mempunyai faktor selektivitas lebih tinggi dibandingkan dengan kolom Rtx-5-MS. Kedua kolom tersebut dalam memisahkan semua jenis PAH di atas memenuhi syarat tidak kurang dari nilai 2 dalam angka perhitungan plat teoritis.

Dari data tersebut di atas juga untuk  $N_{req}$  terhadap GC-FID menggunakan kolom CP-Sil-8-CB mempunyai nilai pelat teoritik Naphtalene 15.376, Acenaphtene 23.104, Phenantrene 23.104, Fluorantene 28.224, Pyrene 29.584, Benzoantracene 7.744, dan Perylene 567, dimana jumlah pelat teoritik dari semua PAH target tersebut memenuhi syarat yaitu lebih dari 7000 kecuali pada perylene. Sedangkan data terhadap pemakaian GC-FID dengan kolom Rtx-5-MS mempunyai nilai pelat teoritik Naphtalene 14.400, Acenaphtene 67.600, Phenantrene 47.524, Fluorantene 9370,24, Pyrene 9370,24, Benzoantracene 47233,78, dan Perylene 16965,225, jumlah pelat teoritik dari semua PAH target tersebut memenuhi syarat yaitu lebih dari 7000 sehingga diharapkan frekuensi terjadinya kesetimbangan analit dalam fase diam dan fase gerak dapat memungkinkan tercapainya pemisahan PAH secara sempurna (Grob., 1995).

## KESIMPULAN

Kolom Rtx-5-MS dan kolom CP-Sil-8-CB semuanya memenuhi syarat dalam memisahkan senyawa PAH (*Naphtalene, Acenaphtene, Phenantrene, Fluorantene, Pyrene,*

*Benzo@antracene, dan Perylene*) ditinjau dari faktor kapasitas, selektivitas dan jumlah pelat teoritisnya. Hanya pada kolom CP-Sil 8 CB mempunyai tingkat selektivitas lebih tinggi dan waktu retensi pada perylene sebagai peak terakhir lebih cepat teridentifikasi (selisih kurang lebih 5 menit) dibandingkan dengan kolom Rtx-5-MS pada analisis PAH target menggunakan GC-FID QP 2010, Sehingga pada analisis PAH dalam suatu sampel / matriks di lingkungan terutama Naphtalene, Acenaphtene, Phenantrene, Fluorantene, Pyrene, Benzo@antracene, dan Perylene pada sampel lingkungan dapat menggunakan GC-FID QP 2010 dengan menggunakan kolom CP-Sil 8-CB.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Diucapkan terima kasih atas pihak LPPT UGM terhadap semua fasilitas laboratorium terutama alat instrumen yang digunakan dalam penelitian ini, pihak Dikti yang telah memberikan BPPS (2008-2011) dan kepada Bapak Bambang Suheryanto selaku analis laboratorium, Bapak Prof.Dr.Narsito selaku Promotor, Bapak Dr.rer.nat. Nurul Hidayat Aprilita selaku Co-Promotor-1 dan Ibu Dra.Tutik Dwi Wahyuningsih selaku Co-Promotor-2 pada Prodi S2/S3 Ilmu Kimia FMIPA UGM, serta teman-teman di Jurusan Kimia FMIPA UNM dan yang tidak sempat disebutkan namanya dalam melakukan penelitian ini.

## DAFTAR PUSTAKA

Damas,E.C., *et.al.* 2009. *Validation of Analytical Methodology for the Quantitative analysis of Petroleum Hydrocarbon Marine Sediment Samples.* Quim Nova Vol.32.,No.4, 855-860,

- Harmita. 2004. *Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya*. Majalah Ilmu Kefarmasian, Vol.I.No.3, Desember 2004,117-135.
- Grob.R.L. 1995. *Modern Practice of Gas Chromatography*. 3<sup>nd</sup>.ed. John Wiley and Sons Inc, USA.
- Lukitaningsih,E., 1999. *Studi Pemisahan PAH Secara Kromatografi dan Penerapannya pada Penetapan Kandungan PAH dalam Sedimen di Perairan Cilacap*. Tesis Pascasarjana. Jurusan Farmasi FMIPA UGM. Universitas Gadjah Mada.
- Lukitaningsih,E.& Noegrohati,S., 2000. *Studi Pemisahan Senyawa Hidrokarbon Poliaromatik Secara Kromatografi Gas Kolom Kapiler*. Majalah Farmasi Indonesia. UGM. Yogyakarta.
- Noor, A., 1997. *Pengantar Kromatografi Gas*. Lab.Kimia Radiasi. FMIPA. UNHAS.
- Nurkaromah,A., dkk. 2011. *Validasi Metode Analitik Kalsium dalam Tanah dengan AAS*. Jurnal Sains dan Teknologi Kimia. UPI. Bandung.