

Pengujian Polychlorinated Biphenyls (PCBs) Aroclor 1242 dan Aroclor 1254 dalam Sampel Air Sungai dan Ikan

Polychlorinated Biphenyls (PCBs) Testing as Aroclor 1242 and Aroclor 1254 in River Water and Fish Sample

Yunesfi Syofyan¹, Sherly Artanti Savaningsih², Riyan Ardhiansyah², dan Retno Puji Lestari¹

¹Pusat Standardisasi Instrumen Kualitas Lingkungan Hidup (PSIKLH)-KLHK, Kawasan PUSPIPTEK Gedung 210, Serpong – Tangerang Selatan 15310, T/F 021-7560981

²Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Syarif Hidayatullah Jakarta4
E-mail: yunesfi74@gmail.com

Diterima 2 September 2022, direvisi 27 September 2022, disetujui 4 Oktober 2022

ABSTRAK

Pengujian Polychlorinated Biphenyls (PCBs) Aroclor 1242 dan Aroclor 1254 dalam Sampel Air Sungai dan Ikan. Polychlorinated biphenyls (PCBs) merupakan senyawa organoklorin yang berbahaya bagi manusia dan makhluk hidup, karena dapat terbioakumulasi pada tubuh makhluk hidup. Laboratorium PSIKLH telah melakukan validasi metode pengujian terhadap campuran PCBs komersil, dikenal dengan nama *Aroclor* dalam air sungai dan ikan. Pengukuran PCBs jenis *Aroclor* 1242 dan 1254 mengacu pada USEPA metode 8082A dimodifikasi dengan USEPA method 3541, yaitu pada proses soxletasi otomatis menggunakan alat ekstraksi SOXTHERM® dan DEXTech ver 1.3 *automatic clean-up system*, dianalisis menggunakan Gas Chromatography–Electron Capture Detector Agilent 7890B dengan kolom RTx5 non polar (panjang 30 m, id 0,25 mm, ketebalan 0.25 µm) untuk sampel air dan kolom HP 5 Agilent non polar (panjang 30 m, id 0,32 mm, ketebalan 0.25 µm) untuk sampel ikan. Pengaturan program suhu pada detektor 300°C, suhu kolom 70°C, suhu injektor 250°C, dan mode injeksi *splitless*. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui konsentrasi PCBs jenis *Aroclor* di lingkungan dan memvalidasi metode pengujian PCBs jenis *Aroclor* 1242 dan 1254 pada air sungai dan ikan. Parameter validasi yang dilakukan adalah *method detection limit* (MDL), *limit of quantification* (LoQ), presisi (repeatabilitas dan reproduktibilitas), serta akurasi. Hasil validasi pengujian *Aroclor* 1242 dalam sampel air sungai menunjukkan nilai MDL 5,6 dan LoQ 18 µg/L, sementara nilai MDL dan LoQ *Aroclor* 1254 adalah 7,6 dan 24 µg/L. Konsentrasi *Aroclor* 1242 dan 1254 dalam air Sungai Muara Angke diketahui sebesar 12,197-12,413 µg/L, melebihi baku mutu PCBs dalam air berdasarkan PP No.22/2021 (10 µg/L). Hasil validasi pengujian *Aroclor* 1242 pada sampel ikan menunjukkan nilai MDL dan LoQ sebesar 4,15 dan 13 ng/g, sementara nilai MDL dan LoQ *Aroclor* 1254 sebesar 2,47 dan LoQ 7,8 ng/g. Konsentrasi *Aroclor* 1242 dan *Aroclor* 1254 yang diperoleh pada sampel ikan yaitu antara 0,07–0,14 ppm, berada di bawah nilai ambang batas maksimum yang diperbolehkan sesuai *Food and Drugs Administration* (FDA) yaitu sebesar 2 ppm.

Kata kunci: *polychlorinated biphenyls, aroclor, organoklorin, lingkungan hidup, validasi.*

ABSTRACT

Polychlorinated Biphenyls (PCBs) Testing as Aroclor 1242 and Aroclor 1254 in River Water and Fish Sample. Polychlorinated biphenyls (PCBs) are group of organochlorine compounds which is harmful to human and living things because it could be bioaccumulated in their bodies. Laboratory of PSIKLH has validated the method for commercial PCBs, known as *Aroclor* in river water and fish. Testing of PCBs *Aroclor* 1242 and 1254 refers to USEPA 8082A method which is modified with USEPA method 3541, in an automatic preparation process using SOXTHERM® extraction equipment and DEXTech ver 1.3 automatic cleaning system, then analyzed by Gas Chromatography - Electron Capture Detector Agilent 7890B using RTx5 non polar column (length 30 m, id 0.25 mm, 0.25 µm thickness) for river sample and HP 5 Agilent non polar column (length 30 m, id 0,32 mm, 0.25 µm thickness) for fish

sample. Temperature program was set to the detector temperature of 300°C, column temperature of 70°C, injector temperature of 250°C, and splitless injection mode. This study is aimed to determine the level of PCBs Aroclor in environment and to validate PCBs determination in river water and fish. The parameter of validation which was conducted were method detection limit (MDL), limit of quantification (LoQ), precision (repeatability and reproducibility), and accuracy. The validation result of Aroclor 1242 in river water showed that MDL and LoQ values were 5,6 and 18 µg/L, while the MDL and LoQ of Aroclor 1254 were 7,6 and 24 µg/L. The level of Aroclor 1242 and Aroclor 1254 on Muara Angke river water were 12,197-12,413 µg/L, higher than the quality standards of PCBs in water based on Government Regulation No 22/2021 (10 µg/L). The validation result of Aroclor 1242 in fish sample showed that MDL and LoQ values were 4,2 and 13 ng/g, while the MDL and LoQ of Aroclor 1254 were 2,47 and 7,8 ng/g. The level of Aroclor 1242 and 1254 in fish samples were 0,07-0,14 ppm, lower than permissible threshold of PCBs based on Food and Drugs Administration (FDA) for fish which is 2 ppm.

Keywords: Polychlorinated biphenyls, aroclor, organochlorine, persistent, environment, validation.

1. Pendahuluan

Polychlorinated biphenyls (PCBs) adalah senyawa organoklorin buatan manusia yang dapat menimbulkan efek membahayakan bagi makhluk hidup dan lingkungan (ATSDR, 2000; Hu *et al.*, 2011; Loganathan & Masunaga, 2020; Robertson & Hansen, 2014). Sifat persistensi PCBs, sulit terurai, dan memiliki waktu paruh yang lama di lingkungan mengakibatkan pencemaran PCBs berdampak buruk terhadap lingkungan (Hens & Hens, 2018). Kestabilan PCBs menyebabkan senyawa tersebut tahan terhadap hidrolisis, oksidasi, dan perubahan suhu. PCBs mudah terakumulasi dalam jaringan lemak hewani karena bersifat hidrofobik dan lipofilik. PCBs mampu berpindah melalui berbagai media lingkungan, baik di udara, air, atau spesies hewan, melewati lintas batas wilayah negara secara global (Silvani *et al.*, 2019; Travis & Hester, 1991).

PCBs sengaja diproduksi secara komersial sebagai campuran untuk aplikasi industri seperti cairan dielektrik dalam kapasitor dan transformator, namun dapat juga ditemukan sebagai pengotor dalam tinta, plastik, dan pelarut cat (ATSDR, 2000; Loganathan & Masunaga, 2020). Seluruh makhluk hidup dapat terpapar PCBs

dari berbagai sumber, termasuk makanan, minuman, udara, tanah, air, maupun bahan-bahan yang terkontaminasi PCBs (Ilyas *et al.*, 2011; Jahnke & Hornbuckle, 2019; Ogata *et al.*, 2009).

PCBs di pasaran terbuat dari campuran masing-masing PCBs tunggal/*congeners*. Campuran ini biasa dibuat dengan menambahkan klorin dalam jumlah spesifik ke dalam cincin bifenil hingga mencapai persentase target tertentu. PCBs campuran ini biasanya disebut sebagai *Aroclor*. *Aroclor* merupakan salah satu nama dagang PCBs yang paling dikenal oleh kalangan industri berupa campuran PCBs tunggal yang pertama kali dibuat sekitar tahun 1930-an. Di dalam USEPA 8082 terdapat sekitar 15 jenis *Aroclor*, tetapi hanya 7 yang masuk ke dalam spesifikasi regulasi *Environmental Protection Agency* (EPA), di antaranya *Aroclor* 1016, *Aroclor* 1221, *Aroclor* 1232, *Aroclor* 1242, *Aroclor* 1248, *Aroclor* 1254, dan *Aroclor* 1260. Sifat fisik dari *Aroclor* berbeda-beda tergantung dari komposisi campuran PCBs tersebut. *Aroclor* 1242 merupakan cairan bening dengan kandungan PCBs lebih ringan, lebih mudah menguap dan mengalami degradasi, sedangkan *Aroclor* 1254 memiliki tekstur berupa cairan kental berwarna kuning muda

dengan kadungan PCBs congeners lebih tinggi sehingga sangat stabil secara thermal dan tahan terhadap asam basa (Loganathan & Masunaga, 2020; Shields *et al.*, 2015; Stohs, 2014).

Bioakumulasi senyawa PCBs secara *in vivo* memiliki efek buruk pada kesehatan, baik dalam jangka pendek maupun jangka panjang. PCBs dalam bentuk orto-substitusi dan koplanar bersifat karsinogenik sehingga berpotensi menimbulkan kanker (WHO, 2016). Peraturan Pemerintah No.74/2001 tentang Pengelolaan Bahan Berbahaya dan Beracun melarang penggunaan PCBs di Indonesia (KLHK, 2001). Aturan tersebut menegaskan bahwa senyawa PCBs tidak boleh lagi ditemukan dalam berbagai kegiatan seperti impor, ekspor, produksi, atau penggunaan, namun demikian studi di Indonesia menunjukkan bahwa PCBs masih terdeteksi di lingkungan, meskipun tidak banyak informasi mengenai kontaminasi PCBs jenis *Aroclor*. Kajian pengaruh paparan PCBs *Aroclor* terhadap distribusi jaringan dilakukan terhadap ikan Lele, *channel catfish* (*Ictalurus punctatus*) menunjukkan bahwa paparan tersebut meningkatkan efek toksisitas jaringan ikan (White *et al.*, 2020).

Selama ini tidak terlalu banyak kajian mengenai PCBs jenis *Aroclor* dalam matriks lingkungan. Biasanya PCBs jenis *Aroclor* digunakan dalam minyak pelumas, sehingga beberapa kajian yang ditemukan berkaitan dengan matriks oli/minyak pelumas. Selain untuk mengetahui konsentrasi PCBs jenis *Aroclor* di lingkungan, kegiatan ini juga sekaligus bertujuan untuk melakukan verifikasi dan validasi metode USEPA 8082A dan USEPA 3541 untuk pengujian jenis PCBs *Aroclor* 1242 dan 1254 dalam sampel air sungai dan ikan.

Pengujian PCBs jenis *Aroclor* 1242 dan *Aroclor* 1254 dalam sampel air sungai dan ikan menggunakan modifikasi metode USEPA 3541 untuk preparasi dengan soxhletasi otomatis dan US EPA metode 8082A untuk metode pengujian PCBs jenis

Aroclor menggunakan GC-ECD. Modifikasi dilakukan dengan memakai sistem ekstraksi berbeda dari acuan metode, dan perubahan pada suhu *oven instrument* yang sesuai dengan kondisi alat GC-ECD 7890B *Agilent Technology* milik laboratorium PSIKLH. Dalam USEPA metode 3541, digunakan alat ekstraksi Soxtec dengan suhu ekstraksi 140°C, sedangkan pada modifikasi digunakan SOX THERM Gerhardt dengan suhu ekstraksi 100°C, tanpa adanya perbedaan waktu dan pelarut yang digunakan. Modifikasi terhadap USEPA metode 8082 A, dilakukan pada bagian suhu injektor dan suhu kolom, dimana terdapat perbedaan yaitu suhu injektor sebesar 220°C dan suhu kolom 100-270°C dalam metode standar, sedangkan pada metode modifikasi menjadi 280°C dan suhu kolom dengan rentang 70-300°C.

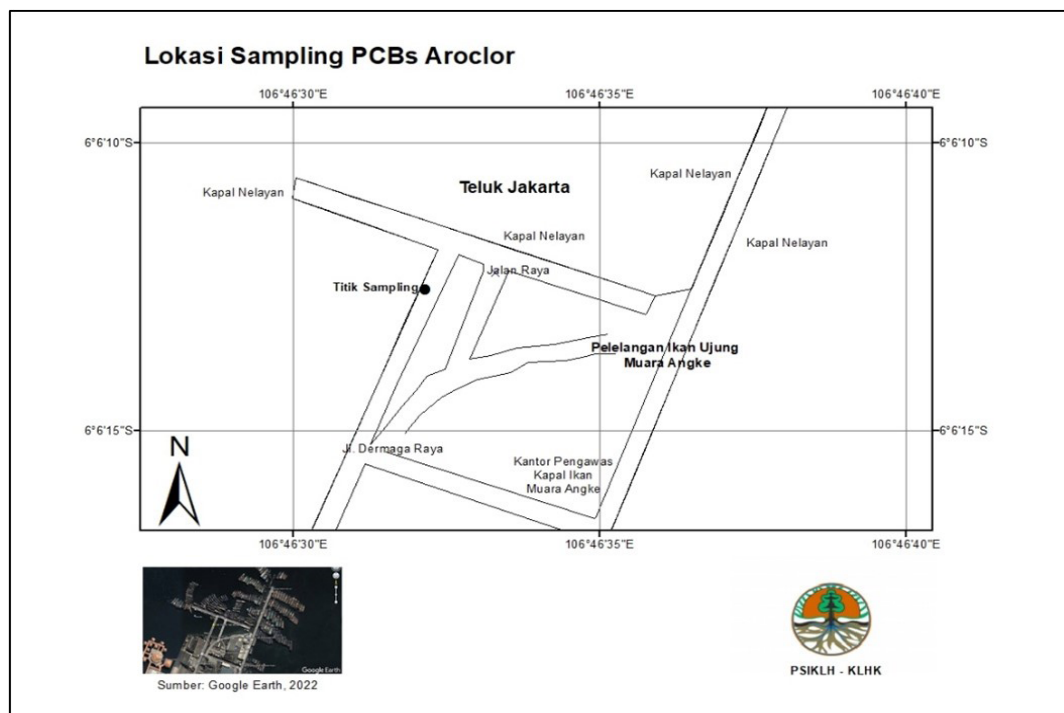
2. Metodologi

2.1. Peralatan dan bahan

Peralatan yang digunakan adalah GC-ECD *Agilent* 7890B dilengkapi dengan kolom non polar HP-5 (panjang 30 m, diameter 0,32 mm, ketebalan 0,25µm), kolom non polar RTx5 (panjang 30 m, ID 0,25 mm, ketebalan 0,25 µm), *shaker*, alat ekstraksi otomatis SOX THERM®, *rotary evaporator High-VAP Expert Heidolph*, soxhlet, neraca analitik, vial, alat sampling air, dan alat-alat gelas. Bahan-bahan yang digunakan adalah standar campuran PCBs *Aroclor* 1242 dan *Aroclor* 1254, heksan *Suprasolv*, heksan *Emsure*, aseton *Suprasolv*, aseton *Emsure*, larutan KMnO₄ 5%, larutan H₂SO₄ 1 : 1, Na₂SO₄ anhidrat, kertas saring, batu didih, silika gel 60 (0.063–0.200 mm) *Merck deactivated*, kapas, aquades, dan gas N₂. Sampel yang diujikan adalah sampel air Sungai Muara Angke dan ikan laut dari tempat pelelangan ikan (TPI) Muara Angke.

2.2. Pengambilan contoh uji

Sampling air sungai yang dilakukan di Jalan Pendaratan Ikan Muara Angke,



Sumber: Data Primer, 2022

Gambar 1. Lokasi Sampling Air Sungai

Jakarta Utara (titik koordinat: 6°06'13,2”S 106°46'32,0”E) merupakan sampling sesaat (*grab*) yang diambil pada permukaan air sungai. Pengambilan dan pengawetan sampel dilakukan menggunakan alat sampling sederhana berupa gayung aluminium bertangkai panjang. Sampel kemudian dituangkan pada botol kaca 2,5 L yang telah dibilas aseton dan heksan, lalu disimpan pada suhu kurang dari 4°C. Kegiatan tersebut mengacu pada metode SNI 6989.59:2008 tentang pengambilan contoh air limbah.

Sampling ikan diambil secara acak untuk setiap jenisnya. Jenis ikan yang digunakan adalah ikan Kuwe (*Caranx ignobilis*), ikan Baronang (*Siganus canaliculatus*), dan ikan Bawal (*Bramidae*) yang merupakan hasil tangkapan nelayan. Rata-rata berat ikan yang diambil adalah 3 kg dengan panjang berkisar antara 20-35 cm. Penanganan sampel ikan dilakukan dengan dibungkus aluminium foil dan ditempatkan pada *freezer*.

2.3. Analisis

2.3.1 Pengujian Sampel Air Sungai

Sebanyak 1 L sampel air sungai dimasukkan ke dalam corong pemisah 2 L, ditambah 30 g NaCl, lalu dihomogenkan. Setelah itu, ditambahkan 50 ml heksan dan dikocok menggunakan shaker selama 10 menit sampai terbentuk 2 lapisan, yaitu lapisan air dan heksan. Heksan sebanyak 50 ml ditambahkan ke dalam lapisan air, dikocok lagi selama 10 menit sehingga diperoleh 2 lapisan. Lapisan heksan yang diperoleh dijadikan satu dan dibilas dengan 100 ml akuades sebanyak 2 kali, kemudian dilakukan *clean up* menggunakan metode US EPA Method 8082A. Hasil *clean up* dievaporasi sampai diperoleh volume 5 ml, dan diuapkan menggunakan gas N₂ hingga volume 1 ml. Sampel dipindahkan ke dalam vial 1 ml menggunakan *syringe*, dan dianalisis menggunakan GC ECD. Instrumen dilengkapi dengan kolom kapiler non polar RTx 5 (panjang 30 m, ID 0,25 mm, ketebalan 0,25 µm), dengan volume *syringe*



Sumber: google

Gambar 2. Sampe Ikan



Sumber: Savaningsih, 2022

Gambar 3. Preparasi Sampel Ikan

10 μ l dan aliran split vent 40 mL/min. Program pengaturan GC ECD dilakukan dengan gas pembawa He 99,999%, suhu injektor 280°C, suhu detektor 300°C, suhu kolom 70°C (AWWA, 2017).

2.3.2 Pengujian Sampel Ikan

Daging ikan dipotong dalam bentuk fillet secara hati-hati supaya tidak terkena isi perut ikan. Sampel dihaluskan menggunakan mortar dan diaduk supaya homogen. Sebanyak 5 g sampel ditambah 5 g Na_2SO_4 anhidrat, diekstraksi menggunakan campuran 150 ml Heksan:Aseton (1:1) menggunakan alat otomatis SOXTHERM® selama 3 jam 20 menit sampai volume akhir ± 5 ml. Hasil ekstraksi dimurnikan menggunakan $\text{KMnO}_4/\text{H}_2\text{SO}_4$ dan dengan kolom kromatografi, kemudian disambungkan dengan alat *rotary evaporator* (tekanan 212 mbar, kecepatan putaran 70 rpm, dan suhu 50°C). Larutan diuapkan dengan mengalirkan gas N_2

ke dalam labu jantung hingga volume 1 mL. Larutan ditepatkan dengan heksan sebelum diinjeksikan ke GC-ECD. Program temperatur GC-ECD menggunakan kolom non-polar HP-5 Agilent model 19091J-413 panjang 30 m x diameter 320 μ m x ketebalan 0,25 μ m dengan volume *syringe* 10 μ l dan aliran *split vent* 40 mL/min adalah suhu detektor 300°C, suhu kolom 70°C, suhu injektor 250°C, dan mode injeksi *splitless*.

2.4. Perhitungan

Konsentrasi masing-masing PCBs *Aroclor* 1242 dan *Aroclor* 1254 diperoleh dari hasil perhitungan melalui kurva kalibrasi melalui persamaan regresi linear:

$$y = ax + b \dots \dots \dots (1)$$

Pelaporan hasil akhir adalah dalam bentuk total konsentrasi PCBs yang terdiri dari PCBs jenis *Aroclor* 1242 dan *Aroclor* 1254.

2.5. Validasi Metode

Estimasi limit deteksi instrument (IDL=3xSD) dilakukan dengan menginjeksikan standar terkecil 10 ppb sebanyak 7 kali. Penentuan limit deteksi metode (MDL=3,14xSD) dilakukan dengan melakukan 7 kali pengulangan sampel yang diukur dengan *spiked* sampel. Penentuan limit kuantifikasi (LoQ=10xSD) dihitung dengan mengukur 7 kali pengulangan sampel, dengan kriteria penerimaan sebagai berikut: MDLx10>spike, MDL< spike, MDL< baku mutu, %R=70-125%, %RSD \leq 2/3 Horwitz. Uji presisi (%RSD) harus memenuhi kriteria <0,5 Horwitz. Uji akurasi dilakukan dengan menambahkan larutan standar *Aroclor* 1242 dan *Aroclor* 1254 di awal preparasi sampel menjadi konsentrasi tertentu. Kriteria keberterimaan berdasarkan AOAC (2016) untuk standar yang digunakan sebesar 1 ppb adalah 40-120%. Uji reproduibilitas dilakukan oleh 2 orang analis berbeda pada waktu berbeda dengan peralatan yang sama. Tiap analis melakukan uji verifikasi, RSD dan nilai Horwitz dihitung berdasarkan rata-rata hasil uji dari analis 1 dan analis 2, dengan kriteria RSD < 0,67 Horwitz. Kompetensi analis dihitung dengan menghitung SD dan menentukan uji F (AOAC, 2016).

2.6. Pengukuran Kadar Lemak dalam Ikan

Preparasi sampel ikan dilakukan dengan menggunakan metode acuan dari AOAC-2000 *Official Method* 981.11 *Oils and Fat*. Kadar lemak diukur berdasarkan AOAC-2005 *Official Method* 991.36 *Fat (Crude) in Meat Products*. Tabung soxhlet kosong ditimbang hingga diperoleh berat konstan, dikeringkan dalam oven dan dimasukkan ke dalam desikator. Tabung tersebut kemudian digunakan untuk ekstraksi menggunakan alat Soxtherm Gerhardt® selama 4-6 jam hingga pelarut heksan habis. Tabung dimasukkan ke dalam oven, kemudian di desikator dan ditimbang kembali hingga diperoleh berat konstan. Kadar lemak (%) diperoleh dari data

penimbangan berat tabung soxhlet sebelum dan sesudah dilakukan ekstraksi.

3. Hasil dan Pembahasan

Sebelum dilakukan pengukuran larutan hasil preparasi dalam rangka validasi metode, dibutuhkan proses optimasi dan penentuan waktu retensi. Hal ini dilakukan untuk mengetahui peak yang sesuai dan dikonfirmasi dengan pola kromatogram yang terdapat pada *Certified Reference Material* RESTEK untuk larutan standar *Aroclor* 1242 dan *Aroclor* 1254 (RESTEK, 2019). Optimasi dilakukan dengan cara menginjeksikan masing-masing larutan standar *Aroclor* 1242 dan *Aroclor* 1254 sebesar 1000 ppb ke dalam instrument GC-ECD sesuai instruksi kerja laboratorium tanah dan limbah padat PSIKLH. Hasil kromatogram dapat dilihat pada Gambar 4.

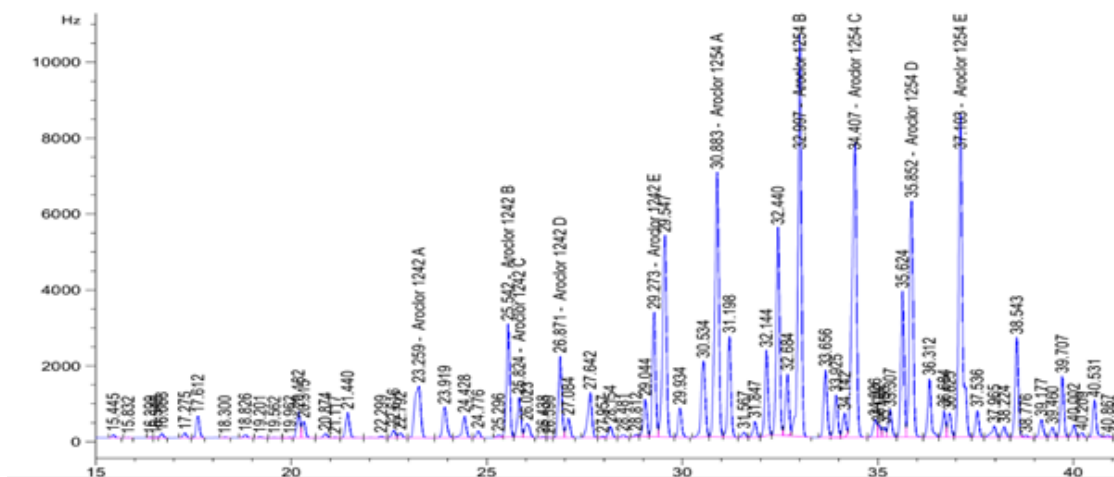
Waktu retensi ditentukan dengan cara memilih 5 puncak tertinggi yang representatif dan memiliki resolusi tinggi untuk tiap senyawa *Aroclor* 1242 dan *Aroclor* 1254 (USEPA, 2007). Hal ini ditandai dengan nilai penentuan plat teoritis (N) yang besar dan resolusi (R)>1,5 (Rubiyanto, 2016; Snyder *et al.*, 2010), seperti terlihat pada Tabel 1.

3.1. Validasi Metode

3.1.1. Validasi Metode Parameter *Aroclor* 1242 dan *Aroclor* 1254 dalam Sampel Air Sungai

Validasi dilakukan menggunakan sampel cairan yang diekstraksi menggunakan heksan dengan corong pemisah, kemudian ditambahkan H₂SO₄ atau KMnO₄ berdasarkan US EPA *Method* 3665, selanjutnya dilakukan pemurnian menggunakan kolom kromatografi dengan silika gel deaktivasi berdasarkan US EPA *Method* 3630C. Teknik pemurnian ini akan menghilangkan banyak organoklorin komponen tunggal atau pestisida organofosfor.

Tahapan validasi metode dilakukan dengan pembuatan kurva kalibrasi pada



Sumber: Savaningsih, 2022

Gambar 4. Kromatogram Larutan Standar Aroclor 1242 dan Aroclor 1254 1000 ppb

Tabel 1. Waktu Retensi dan Hasil Uji Kesesuaian Sistem Senyawa *Aroclor* 1242 dan *Aroclor* 1254

Senyawa	Waktu Retensi (Menit)	Lebar	Plat Teoritis (N)	Resolusi (R)
<i>Aroclor</i> 1242 A	23,259	0,144	417.423,7	3,824
<i>Aroclor</i> 1242 B	25,542	0,094	1.173.833	2,478
<i>Aroclor</i> 1242 C	25,824	0,097	1.143.438	2,954
<i>Aroclor</i> 1242 D	26,871	0,096	1.258.800	2,964
<i>Aroclor</i> 1242 E	29,273	0,093	1.571.668	2,418
<i>Aroclor</i> 1254 A	30,883	0,106	1.371.052	3,161
<i>Aroclor</i> 1254 B	32,997	0,094	1.992.717	3,418
<i>Aroclor</i> 1254 C	34,407	0,112	1.515.409	2,625
<i>Aroclor</i> 1254 D	35,852	0,106	1.844.246	2,363
<i>Aroclor</i> 1254 E	37,103	0,114	1.709.804	2,688

Sumber: (Savaningsih, 2022)

rentang kerja metode untuk menghitung MDL dan LoQ melalui pengujian presisi dan akurasi dengan menambahkan larutan *spike* sebesar 50 µg/L ke dalam contoh uji. Pengujian *Aroclor* 1242 menghasilkan % kedadaptulangan sebesar 74%, sementara *Aroclor* 1254 sebesar 110%. Nilai tersebut dibandingkan dengan rentang yang dipersyaratkan dalam AOAC 2016, yaitu untuk konsentrasi dalam satuan ppb diperbolehkan dalam rentang 40-120%. Hasil uji kedadaptulangan antara analisis 1 dan analisis 2 memiliki nilai di bawah 0,5 nilai Horwitz yaitu 5,625<12,362 µg/L dan 5,186<12,381 µg/L untuk *Aroclor* 1242,

sementara untuk *Aroclor* 1254 sebesar 6,351<13,091 µg/L dan 1,067<13,208 µg/L. Hasil uji reproduksibilitas dengan syarat keberterimaan %RSD ≤0,67 Horwitz, menunjukkan nilai didapatkan untuk *Aroclor* 1242 sebesar 5,23<16,58 µg/L, dan untuk *Aroclor* 1254 sebesar 5,44<17,61 µg/L.

3.1.2. Validasi Metode Parameter *Aroclor* 1242 dan *Aroclor* 1254 dalam Sampel Ikan

Pengukuran PCBs dalam sampel ikan mengacu pada USEPA metode 8082A dan dimodifikasi pada proses preparasi. Alat Soxterm meminimalisasi waktu preparasi

sehingga tahap pengujian menjadi lebih singkat dan sederhana. Modifikasi metode standar ini membutuhkan proses validasi untuk mengkonfirmasi bahwa metode ini mampu memenuhi kriteria keberterimaan yang dipersyaratkan sebelum digunakan di laboratorium (BSN, 2017).

Tahapan validasi metode dilakukan dengan pembuatan kurva kalibrasi pada rentang kerja metode untuk menghitung MDL dan LoQ melalui pengujian presisi dan akurasi dengan menambahkan larutan spike sebesar 20 ng/g ke dalam contoh uji. Pengujian *Aroclor* 1242 menghasilkan %kedapatulangan sebesar 75,6%, sementara *Aroclor* 1254 sebesar 53,1%. Nilai tersebut dibandingkan dengan rentang yang dipersyaratkan dalam AOAC 2016, yaitu untuk konsentrasi dalam satuan ppb diperbolehkan dalam rentang 40-120%. Hasil uji kedapatulangan antara analisis 1 dan analisis 2 memiliki nilai di bawah 0,5 nilai Horwitz yaitu 7,667<14,746 ng/g dan 9,846<15,375 ng/g untuk *Aroclor* 1242, sementara untuk *Aroclor* 1254 sebesar

7,665<15,944 ng/g dan 9,846<15,375 ng/g. Hasil uji reproduisibilitas dengan syarat keberterimaan %RSD ≤0,67 Horwitz, menunjukkan nilai didapatkan untuk *Aroclor* 1242 sebesar 16,54<20,15 ng/g, dan untuk *Aroclor* 1254 sebesar 9,22<21,25 ng/g.

Validasi metode pengujian sampel air sungai dan sampel ikan menunjukkan hasil yang baik dalam kriteria keberterimaan (presisi, akurasi, dan reproduisibilitas) untuk parameter *Aroclor* 1242 dan *Aroclor* 1254.

3.2. Konsentrasi Aroclor dalam Air Sungai

Pencemar PCBs dapat terakumulasi dalam air, terikat pada sedimen ataupun mengalami bioakumulasi pada tubuh biota akuatik. Pengujian dilakukan terhadap air Sungai Muara Angke, karena pada belum tersedia data dari penelitian sebelumnya. Air Sungai Ciliwung terdeteksi mengandung pencemar PCBs kongener dengan konsentrasi 3,10 µg/L – 406,77 µg/L (Shoiful *et al.*, 2014).

Hasil pengujian menunjukkan konsentrasi total PCBs *Aroclor* pada sampel

Tabel 2. Hasil Validasi Metode Aroclor 1242 dan Aroclor 1254 dalam Sampel Air Sungai

Nama senyawa	Kriteria keberterimaan*			MDL (µg/L)	LOQ (µg/L)
	Presisi	Akurasi	Reproduisibilitas		
Aroclor 1242	√	√	√	5,577	17,746
Aroclor 1254	√	√	√	7,572	24,091

*Memenuhi syarat keberterimaan yaitu:

Presisi: %RSD≤0,5 nilai Horwitz

Akurasi: 40-120%

Reproduisibilitas: %RSD≤0,67 nilai Horwitz

Tabel 3. Hasil Validasi Metode Aroclor 1242 dan Aroclor 1254 dalam Sampel Ikan

Nama senyawa	Kriteria keberterimaan*			MDL (ng/g)	LOQ (ng/g)
	Presisi	Akurasi	Reproduisibilitas		
Aroclor 1242	√	√	√	4,145	13,187
Aroclor 1254	√	√	√	2,466	7,845

*Memenuhi syarat keberterimaan yaitu:

Presisi: %RSD≤0,5 nilai Horwitz

Akurasi: 40-120%

Reproduisibilitas: %RSD≤0,67 nilai Horwitz

air Sungai Muara Angke sebesar 12,197-12,413 µg/L, melebihi baku mutu PCBs dalam air berdasarkan PP No.22 tahun 2021 yaitu sebesar 0,01 mg/L atau 10 µg/L. Apabila dibandingkan dengan baku mutu air berdasarkan *Agency For Toxic Substances And Disease Registry* yaitu 1500 µg/L, konsentrasi total PCBs *Aroclor* tersebut tidak melebihi baku mutu PCBs pada air (ATSDR, 2018). Masih terdeteksinya PCBs *Aroclor* di air sungai tersebut diduga berasal dari tumpahan oli pada badan air akibat beroperasinya kapal nelayan. PCBs juga dapat terdeteksi akibat adanya penggunaan alat elektronik seperti transformator maupun kapasitor model lama, atau limpasan limbah yang masih menggunakan PCBs (Urbaniak, 2013).

3.3. Konsentrasi Aroclor dan Kadar Lemak dalam Sampel Ikan

Akumulasi PCBs dalam suatu badan air akan masuk ke dalam rantai makanan dalam lingkungan tersebut, dan mengalami biomagnifikasi sesuai dengan tingkatan trofik rantai makanan tersebut hingga akhirnya mengakibatkan efek buruk bagi manusia (Ottonello *et al.*, 2014; Urbaniak, 2013). PCBs merupakan senyawa yang sangat lipofilik (larut dalam lemak) dan

cepat terakumulasi pada organisme perairan. PCBs dapat tersimpan di dalam organ-organ ikan yang tinggi lemak, seperti hati, insang, ginjal, usus, dan kelamin (Bekele *et al.*, 2021). Kontaminasi senyawa PCBs yang paling tinggi diketahui berada di organ hati dengan persentase sebesar 24% dari keseluruhan berat kontaminan (Brázová *et al.*, 2012).

PCBs jenis *Aroclor* 1242 dan *Aroclor* 1254 pada sampel ikan akan meningkat seiring dengan pertambahan berat ikan dan kadar lemak dari ikan. Ikan bawal dengan massa lebih rendah dibandingkan dengan ikan baronang dan kuwe, memiliki kadar lemak paling kecil yaitu 0,0286%, sehingga konsentrasi PCBs jenis *Aroclor* 1242 dan *Aroclor* 1254 yang didapat juga lebih kecil yaitu 7,1 ppb atau 0,007 ppm. Dengan besarnya ukuran ikan, maka jaringan lemak pada ikan tersebut semakin banyak, dan seiring dengan lamanya waktu hidup ikan tersebut akan semakin senyawa PCBs yang diserap (Edward, 2016).

4. Simpulan

Hasil validasi metode USEPA metode 8082A: *Polychlorinated Biphenyls* (PCBs) by *Gas Chromatography* yang dimodifikasi dengan penggunaan alat ekstraksi otomatis

Tabel 4. Konsentrasi Aroclor dalam Air Sungai

	Aroclor 1242 µg/L	Aroclor 1254 µg/L	Total Aroclor µg/L
Pengujian 1	6,980	5,217	12,197
Pengujian 2	8,352	4,061	12,413

Sumber: (Ardhiansyah, 2022)

Tabel 5. Konsentrasi Aroclor dan Kadar Lemak dalam Sampel Ikan

Sampel	Aroclor 1242 ng/g	Aroclor 1254 ng/g	Total Aroclor ng/g	Kadar lemak (%)
Kuwe 1	12,253	0,978	13,231	0,0626
Kuwe 2	13,259	0,996	14,255	0,0619
Bawal	5,883	1,178	7,061	0,0286
Baronang	10,225	2,901	13,126	0,0366

Sumber: (Savaningsih, 2022)

SOX THERM dan DEX Tech ver 1.3 *automatic clean-up system* saat preparasi sampel menunjukkan bahwa metode tersebut dapat tervalidasi sesuai tujuannya yaitu untuk pengujian PCBs *Aroclor* 1242 dan *Aroclor* 1254. Senyawa PCBs *Aroclor* 1242 dan *Aroclor* 1254 masih terdeteksi di air Sungai Muara Angke sebesar 12,197 – 12,413 µg/L, melebihi baku mutu PCBs dalam air yaitu 10 µg/L. Konsentrasi *Aroclor* 1242 dan *Aroclor* 1254 masih terdeteksi dalam beberapa jenis ikan dengan variasi 7,061–14,255 ng/g (ppb), yang masih berada di bawah limit kadar yang diperbolehkan FDA pada ikan yaitu 2 ppm.

5. Ucapan Terima Kasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada PSIKLH atas fasilitas dan sumber daya laboratorium yang digunakan dalam kegiatan ini. Ucapan terima kasih khususnya ditujukan kepada Sri Endah Kartiningasih dan Yuriska Andiri atas bantuan teknis dalam hal pengujian selama pelaksanaan kegiatan.

6. Kepengarangan

Seluruh anggota tim penulis berkontribusi sesuai dengan keahlian masing-masing dan menjadi suatu kesatuan yang tidak terpisahkan. Penulis kesatu sebagai penanggungjawab kegiatan, konseptor, dan melakukan verifikasi data, penulis kedua dan ketiga melakukan pengujian, pengumpulan literatur, dan penyusunan naskah, sementara penulis keempat melakukan pengumpulan literatur dan perekapan data untuk penyusunan naskah jurnal.

Daftar Pustaka

- AOAC. (2016). Guidelines for standard method performance requirements Appendix F. Rockville, MD: AOAC International.
- Ardhiansyah, R. (2022). *Validasi Metode Pengujian Polychlorinated Biphenyls (PCBs) Aroclor pada Air Sungai Muara Angke menggunakan Gas Chromatography Electron Capture Detector (GC-ECD)*. (Skripsi), UIN Syarif Hidayatullah Jakarta, Jakarta.
- ATSDR. (2000). *Toxicological profile for Polychlorinated Biphenyls (PCBs)*. Atlanta, Georgia: ATSDR.
- ATSDR. (2018). Agency for Toxic Substance and Disease Registry Case Studies in Environmental Medicine Polychlorinated Biphenyls (PCBs) Toxicity. Washington: US Department of Health and Human Service.
- AWWA. (2017). Standard Method 6410B for the Examination of Water and Wastewater. Washington: APHA.
- Bekele, T. G., Zhao, H., & Wang, Q. (2021). Tissue distribution and bioaccumulation of organophosphate esters in wild marine fish from Laizhou Bay, North China: Implications of human exposure via fish consumption. *Journal of Hazardous Materials*, 401, 123410.
- Brázová, T., Hanzelová, V., & Miklisová, D. (2012). Bioaccumulation of six PCB indicator congeners in a heavily polluted water reservoir in Eastern Slovakia: tissue-specific distribution in fish and their parasites. *Parasitology Research*, 111(2), 779-786.
- BSN. (2017). SNI ISO/IEC 17025:2017 *Persyaratan Umum Kompetensi Laboratorium Pengujian dan Laboratorium Kalibrasi*. Jakarta: BSN.
- Edward, E. (2016). Kontaminasi senyawa poliklorobifenil (PCB) pada kerang hijau, *Perna viridis* dari Teluk Jakarta. *DEPIK: Jurnal Ilmu-Ilmu Perairan, Pesisir dan Perikanan*, 5(1).
- Hens, B., & Hens, L. (2018). Persistent threats by persistent pollutants: chemical nature, concerns and future policy regarding PCBs—what are we heading for? *Toxics*, 6(1), 1.
- Hu, D., Martinez, A., & Hornbuckle, K. C. (2011). Sedimentary records of non-*Aroclor* and *Aroclor* PCB mixtures in

- the Great Lakes. *Journal of Great Lakes Research*, 37(2), 359-364.
- Ilyas, M., Sudaryanto, A., Setiawan, I. E., Riyadi, A. S., Isobe, T., Ogawa, S., . . . Tanabe, S. (2011). Characterization of polychlorinated biphenyls and brominated flame retardants in surface soils from Surabaya, Indonesia. *Chemosphere*, 83(6), 783-791.
- Jahnke, J. C., & Hornbuckle, K. C. (2019). PCB emissions from paint colorants. *Environmental Science & Technology*, 53(9), 5187-5194.
- KLHK. (2001). *Peraturan Pemerintah No.74/2001 tentang Pengelolaan Bahan Berbahaya dan Beracun*. Jakarta.
- Loganathan, B. G., & Masunaga, S. (2020). PCBs, dioxins, and furans: human exposure and health effects *Handbook of toxicology of chemical warfare agents* (pp. 267-278): Elsevier.
- Ogata, Y., Takada, H., Mizukawa, K., Hirai, H., Iwasa, S., Endo, S., . . . Nakashima, A. (2009). International Pellet Watch: Global monitoring of persistent organic pollutants (POPs) in coastal waters. 1. Initial phase data on PCBs, DDTs, and HCHs. *Marine Pollution Bulletin*, 58(10), 1437-1446.
- Otonello, G., Ferrari, A., & Magi, E. (2014). Determination of polychlorinated biphenyls in fish: optimisation and validation of a method based on accelerated solvent extraction and gas chromatography–mass spectrometry. *Food chemistry*, 142, 327-333.
- RESTEK. (2019). Certified Reference Material *Aroclor 1242 and 1254*. Retrieved from Bellefonte (U.S):
- Robertson, L. W., & Hansen, L. G. (2014). PCBs: recent advances in environmental toxicology and health effects.
- Rubiyanto, D. (2016). *Teknik Dasar Kromatografi*. Yogyakarta: CV Budi Utama.
- Savaningsih, S. (2022). *Validasi Metode Pengujian Polychlorinated Biphenyls (PCBs) Jenis Aroclor 1242 dan 1254 dalam Sampel Ikan Menggunakan Kromatografi Gas–Detektor Penangkap Elektron (GC-ECD)*. (Skripsi), UIN Syarif Hidayatullah, Jakarta.
- Shields, W. J., Saba, T., Boehm, P. D., & Pietari, J. (2015). *Congeners: A forensics analysis Introduction to environmental forensics* (pp. 347-393): Elsevier.
- Shoiful, A., Nugroho, R., Fujita, H., & Honda, K. (2014). Konsentrasi Polychlorinated Biphenyls (Pcbs) dan Polychlorinated Dibenzo-p-dioxins/polychlorinated Dibenzofurans (Pcdds/fs) dalam Air dari Daerah Perkotaan Jabodetabek. *Jurnal Air Indonesia*, 7(1).
- Silvani, L., Hjartardottir, S., Bielská, L., Škulcová, L., Cornelissen, G., Nizzetto, L., & Hale, S. E. (2019). Can polyethylene passive samplers predict polychlorinated biphenyls (PCBs) uptake by earthworms and turnips in a biochar amended soil? *Science of the Total Environment*, 662, 873-880.
- Snyder, L. R., Kirkland, J. J., & Dolan, J. W. (2010). *Introduction to modern liquid chromatography* John Wiley & Sons. Inc., Hoboken, New Jersey, Canada, 202.
- Stohs, S. (2014). Polychlorinated biphenyls (PCBs).
- Travis, C. C., & Hester, S. T. (1991). Global chemical pollution. *Environmental science & Technology*, 25(5), 814-819.
- Urbaniak, M. (2013). *Biodegradation of PCDDs/PCDFs, and PCBs*. Retrieved from Warsawa:
- USEPA. (1999). *EPA-841-B-99-002 Rapid Bioassessment Protocols for Use in Streams and Wadeable Rivers: Periphyton, Benthic Macroinvertebrates and Fish, Second Edition*. Washington DC: EPA.
- USEPA. (2007). SW-846 Method 8082A: Polychlorinated Biphenyls (PCBs) by Gas Chromatography. Washington.
- White, S. L., DeMario, D. A., Iwanowicz, L. R., Blazer, V. S., & Wagner, T. (2020). Tissue distribution and immunomodulation in channel catfish (*Ictalurus punctatus*) following dietary exposure to polychlorinated biphenyl *aroclor* and food deprivation. *International Journal of Environmental Research and Public Health*, 17(4), 1228.

WHO. (2016). Polychlorinated Biphenyls and Polybrominated Biphenyls, IARC Monographs on the Evaluation of Carcinogenic Risks to Humans.