

Verifikasi Metode Pengujian *Polycyclic Aromatic Hydrocarbons* (PAHs) dalam Limbah Padat secara *Toxicity Characteristic Leaching Procedure* (TCLP) menggunakan Kromatografi Gas-Spektrometri Massa (KG-SM)

Method Verification of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons (PAHs) Testing in Solid Waste Sample by Toxicity Characteristic Leaching Procedure (TCLP) using Gas Chromatography - Mass Spectrometry (GC-MS)

Yunesfi Syofyan, Yuriska Andiri, dan Sri Endah Kartiningsih

Pusat Standardisasi Instrumen Kualitas Lingkungan Hidup. Kawasan BJ Habibie BRIN Gedung 210
Jln. Raya Serpong Tangerang Selatan.153114 Banten, Indonesia

Diterima 29 Mei 2024, direvisi 31 Mei 2024, disetujui 31 Mei 2024

ABSTRAK

Verifikasi Metode Pengujian *Polycyclic Aromatic Hydrocarbons* (PAHs) dalam Limbah Padat secara *Toxicity Characteristic Leaching Procedure* (TCLP) menggunakan Kromatografi Gas – Spektrofometri Massa. Senyawa *Polycyclic Aromatic Hydrocarbons* (PAHs) adalah salah satu kelompok senyawa organik semivolatil yang terdapat dalam Peraturan Pemerintah Nomor 22 Tahun 2021. Sifat sangat hidrofobik dari PAHs menyebabkan senyawa tersebut mudah menempel pada bahan organik dari partikel padat membentuk mikropolutan. Tanah yang terkontaminasi PAHs berpotensi untuk menyebabkan gangguan pada kesehatan manusia dan lingkungan. Penentuan sifat racun dari limbah dapat dilakukan dengan menggunakan metode TCLP (*Toxicity Characteristic Leaching Procedure*) yang prosedurnya diterapkan untuk penentuan mobilitas baik dari analit organik (organoklorin, PCBs, PAHs, dan VOC) maupun analit anorganik (logam berat dan anion) yang berada di dalam limbah cair, padat, dan multifasa. Metode yang digunakan untuk penetapan PAHs secara TCLP adalah US-EPA 1311 yang dilanjutkan dengan metode APHA 6440 dimana tahap ekstraksi mengacu pada APHA 6410B dan tahap clean up mengacu pada APHA 6440B. Kegiatan verifikasi metode berlangsung pada bulan Maret – Agustus 2019, pengambilan contoh uji dilakukan di area pembakaran aki bekas di Cinangka, Bogor. Hasil menunjukkan dari 15 (lima belas) senyawa yang diverifikasi terdapat 9 (sembilan) senyawa yang memenuhi syarat keberterimaan (diterima) yaitu Fluorene, Fluoranthene, Benzo(a)anthracene, Benzo(b)fluorantene, Benzo(k)fluorantene, Benzo(a)pyrene, Indeno[1,2,3-cd]pyrene, Dibenz[a,h]anthracene, dan Benzo(g,h,i)perylene, sementara itu terdapat 6 (enam) senyawa yang tidak masuk batas keberterimaan yaitu senyawa Naphtalene, Acenaphthylene, Acenaphthene, Phenantrene, Pyrene, dan Chrysene. Hasil pengujian menunjukkan contoh uji mengandung Benzo(a)pyrene sebesar 0,0005 µg/L, Naphtalene sebesar 0,0059 µg/L, dan Benzo(a)anthracene sebesar 0,0029 µg/L.

Kata kunci: *Polycyclic Aromatic Hydrocarbons*, PAHs, TCLP, limbah padat, kromatografi gas spektrometri massa.

ABSTRACT

Method Verification of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons (PAHs) Testing in Solid Waste Sample by Toxicity Characteristic Leaching Procedure (TCLP) using Gas Chromatography Mass Spectrophotometry (GC-MS). *Polycyclic Aromatic Hydrocarbons (PAHs) compounds are a group of semi volatile organic compounds included in Government Regulation Number 22 of 2021. The very hydrophobic nature of PAHs causes these compounds to easily attach to organic materials from solid particles to form micropollutants. Soil contaminated with PAHs has the potential to cause harm to human health and the environment. Determining the toxic properties of waste can be carried out using the TCLP (Toxicity Characteristic Leaching Procedure) method, which is a procedure applied to measure*

the mobility of both organic analytes (organochlorines, PCBs, PAHs and VOCs) and inorganic analytes (heavy metals and anions) contained in the waste. liquid, solid and multiphase waste. The method used for determining PAHs using TCLP is US-EPA 1311 followed by the APHA 6440 method where the extraction stage refers to APHA 6410B and the cleanup stage refers to APHA 6440B. Method verification activities took place in March – August 2019, sampling was taken in the area of used battery burning in Cinangka, Bogor. The results showed that of the 15 (fifteen) verified compounds there are 9 (nine) compounds that meet the acceptance requirements, namely Fluorene, Fluoranthene, Benzo(a)anthracene, Benzo(b)fluoranthene, Benzo(k)fluoranthene, Benzo(a)pyrene, Indeno[1,2,3-cd]pyrene, Dibenz[a,h] anthracene, and Benzo(g,h,i)perylene, meanwhile there are 6 (six) compounds that could not meet the criteria of the acceptance limit, namely compounds Naphtalene, Acenaphthylene, Acenaphtene, Phenantrene, Pyrene, and Chrysene. The result showed that sample contained Benzo(a)pyrene of 0.0005 µg/L, Naphthalene of 0.0059 µg/L, and Benzo(a)anthracene of 0.0029 µg.

Keywords: Polycyclic Aromatic Hydrocarbons, PAHs, TCLP, solid waste, gas chromatography mass spectrometry.

1. Pendahuluan

Polycyclic Aromatic Hydrocarbon (PAHs) merupakan senyawa kimia yang tersusun atas dua atau lebih cincin aromatic linier atau tersusun mengelompok. PAHs memiliki berat molekul besar, berbentuk datar, dan memiliki struktur dengan banyak cincin aromatik. Senyawa ini hanya mengandung unsur karbon (C) dan hidrogen (H), dan juga unsur nitrogen (N), sulfur (S), dan oksigen (O) yang tersubstitusi pada cincin benzene membentuk senyawa heterocyclic aromatik. PAHs berasal dari pembakaran tidak sempurna dan pirolisis dari bahan organik. Aktivitas yang melepaskan PAHs ke lingkungan antara lain kebakaran hutan, letusan gunung, emisi kendaraan, pembakaran kayu, dan pembakaran bahan bakar fosil (CDC, 2017; Howsam & Jones, 1998; Sahoo et al., 2020; Wilcke, 2000).

Sumber senyawa PAHs berasal dari 3 (tiga) proses yaitu pirolisis, petrogenik (pembentukan batuan), dan sumber diagenetik yang berlangsung dalam jangka waktu pendek. Pirolisis dan petrogenik menghasilkan PAHs yang memiliki 3, 4, dan 5-6 cincin PAHs. PAHs dengan 3 cincin dihasilkan oleh proses petrogenik, sedangkan PAHs dengan 4 dan 5-6 cincin oleh proses

pirolisis (Kim et al., 2013; Syahrir, 2016). Di lingkungan perairan konsentrasi PAHs sangat dipengaruhi oleh tingkat solubilitas dan keberadaan gugus nonpolar yang bersifat hidrofobik. PAHs memiliki solubilitas cenderung rendah, sehingga cenderung berikatan dengan partikel organik dan anorganik dibandingkan berada dalam bentuk terlarut (Kumar et al., 2021). Ikatan PAHs dengan partikel menyebabkan terjadinya proses koagulasi, berat partikel makin bertambah dan kemudian jatuh ke sedimen (Kassegne et al., 2020; Kumar et al., 2021). Ukuran partikel yang semakin besar menyebabkan semakin banyak PAHs yang berasosiasi dan semakin tinggi konsentrasi PAHs yang mengalami sedimentasi. Hal tersebut mengakibatkan konsentrasi PAHs di sedimen lebih besar dibandingkan PAHs di kolam air (Bhutto et al., 2021; Dai et al., 2022).

Pengujian senyawa PAHs secara TCLP ini mengacu pada metode APHA 6440 *Polynuclear Aromatic Hydrocarbons In: Standard Methods For the Examination of Water and Wastewater* (APHA, 2018b) dimana tahap ekstraksi mengacu pada APHA 6410B *Extractable Semivolatile Organics by GC-MS* (APHA, 2018a) dan tahap *clean up*

mengacu pada APHA 6440B *PAHs in Water by HPLC* (APHA, 2018c). Keberadaan unsur pencemar organik maupun anorganik dapat ditentukan melalui pengujian TCLP dalam limbah cair, padat dan multi fasa (Wilk, 2007). TCLP merupakan proses peluluan (*leaching*), dimana hal ini terjadi karena air tanah atau permukaan bergerak melalui suatu bahan maka masing-masing unsur utama air tersebut akan larut dengan kecepatan tertentu (EPA, 1992). Air yang terkontaminasi tersebut diatas disebut “*leachate*” dan air terkontaminasi yang bergerak melintasi limbah disebut “*leachate*”, sedangkan kapasitas limbah untuk meluluh melalui limbah tersebut disebut “*leachability*” (Bergendahl, 2005; EPA, 1992). Pengujian TCLP dapat digunakan untuk mengevaluasi mobilitas baik kontaminan anorganik maupun organik. Uji TCLP merupakan acuan standar yang digunakan untuk menentukan apakah limbah cocok untuk suatu jenis pembuangan limbah tertentu (EPA, 1992). Verifikasi metode pengujian PAHs secara TCLP dalam limbah padat menggunakan kromatografi gas – spektrometri massa (KG-SM) menggunakan beberapa parameter yaitu limit deteksi (IDL, MDL dan LOQ), ketepatan (akurasi) dan presisi (repeatabilitas, reproduisibilitas) (AOAC, 2016).

Verifikasi metoda analisis merupakan tindakan penilaian terhadap parameter tertentu, berdasarkan percobaan laboratorium, untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk penggunaannya (AOAC, 2016). Parameter analisis yang harus dipertimbangkan dalam verifikasi metode adalah limit deteksi (MDL dan LoQ), ketepatan (akurasi), dan presisi (repeatabilitas dan reproduisibilitas). Penentuan limit deteksi diperoleh dari perhitungan 3 kali standar deviasi, dan MDL diperoleh dari 5 kali standar deviasi. Nilai MDL diperoleh dengan mengalikan nilai deviasi dari konsentrasi target dengan nilai yang didapat dari *t table*,

dimana nilai *t table* tergantung dari jumlah pengulangan sampel atau spike. Nilai LOQ sendiri diperoleh dengan mengalikan nilai deviasi dari konsentrasi target dengan 10. Dalam menentukan nilai MDL dan LOQ ada beberapa syarat keberterimaan yang harus dipenuhi yaitu nilai MDL yang diperoleh lebih dari 10% konsentrasi spike dan kurang dari konsentrasi spike yang ditambahkan ($10\% \text{ spike} < \text{MDL} < \text{spike}$), nilai persen recovery (persen kedapatulangan) berada di rentang 70-125% ($\%R = 70-125\%$), dan nilai persen RSD kurang dari atau sama dengan 2/3 nilai Horwitz ($\%RSD \leq 2/3 \text{Horwitz}$) (AOAC, 2016).

2. Metodologi

Prinsip pengujian PAHs secara TCLP adalah melakukan ekstraksi contoh uji menggunakan pelarut organik, kemudian dilakukan pemurnian dan pemekatan sebelum dianalisis menggunakan alat KG-SM. Senyawa yang akan terdeteksi muncul sesuai dengan urutan kepolaran dan titik uap dimana senyawa dengan titik uap paling rendah dan paling polar akan terdeteksi terlebih dahulu. Kegiatan berlangsung pada bulan Maret – Agustus 2019, contoh uji diambil di tempat pembakaran aki bekas Cinangka - Bogor dan pengujian dilakukan di laboratorium tanah dan limbah padat PSIKLH.

2.1 Peralatan dan Bahan

Peralatan yang digunakan adalah timbangan analitik, alat ekstraksi (agitator) dengan kecepatan rotasi 30 ± 2 rpm; alat-alat gelas, pH meter, kolom kromatografi gelas, *rotary evaporator*, *shaker*, instrumen kromatografi gas spektrometri massa. Bahan yang digunakan adalah kertas saring serat gelas borosilikat, aquades, HCl, NaOH, CH_3COOH , *hexane for gas chromatography*, *DCM for gas chromatography*, aseton, H_2SO_4 , sikloheksan, pentana, Na_2SO_4 , *activated silica gel*, *glass wool*, standar

PAHs, standar *surrogate* PAHs, dan standar internal p-Terpenil-d14.

2.2 Prosedur

Langkah-langkah yang dilakukan adalah penentuan pH contoh uji sesuai prosedur TCLP, kemudian contoh uji diekstraksi selama 18±2 jam dengan kecepatan rotasi 30±2 rpm pada temperatur kamar. Hasil ekstraksi ditampung dalam botol kaca gelap. Untuk pengujian PAHs dilakukan ekstraksi dari 1000 ml contoh uji ke dalam corong pemisah. Dilakukan penambahan pelarut DCM, n-heksan sesuai metode sampai siap dipekatkan dan dilakukan *solvent exchange* menggunakan sikloheksan. Proses pencucian (*clean up*) dilakukan dengan cara elusi menggunakan campuran solven DCM:pentana (2:3), kemudian dipekatkan menggunakan gas N2 menjadi volume 1 ml sebelum dianalisis. Adapun kondisi operasional alat kromatografi gas spektrometri massa sebagai berikut:

Kolom kapiler: DB-5MS (30 m x 0.25 um, 0.25 mm Id) atau yang setara

Gas pembawa : Helium UHP (99.999%)

Kecepatan gas pembawa : 1-2 mL/menit

Program temperatur untuk analisis organoklorin dengan GCMS adalah

Temperatur injektor : 280 °C

Temperatur detektor : 280 °C

Temperatur kolom :

Level I : suhu 70°C selama 2 menit

Level II : suhu 280°C dengan kecepatan 10°C

Level III : Setelah mencapai suhu 280°C ditahan selama 2 menit.

2.3 Perhitungan konsentrasi PAHs

$$A = \frac{C \times V_A \times f_p}{V_s} \dots\dots\dots (1)$$

dimana :

A = konsentrasi PAHs (ng/ml)

C = konsentrasi PAHs yang diperoleh dari kurva kalibrasi (ng/ml)

VA = volume akhir (ml)

fp = faktor pengenceran (bila tanpa pengenceran maka fp = 1)

VS = volume contoh uji (ml)

3. Hasil dan Pembahasan

Analisis PAHs dalam limbah padat secara TCLP dilakukan dengan mengacu pada APHA 6440 tahun 2017 dimana tahap ekstraksi mengacu pada 6410B dan tahap *clean up* mengacu pada 6440B. Larutan standar yang digunakan merupakan larutan campuran senyawa PAHs yang terdiri dari senyawa Naphtalene, Acenaphtylene, Acenaphtene, Fluorene, Phenantrene, Fluoranthene, Pyrene, Chrysene, Benzo(a) anthracene, Benzo(b)fluorantene, Benzo(k) fluorantene, Benzo(a)pyrene, Indeno[1,2,3-cd]pyrene, Dibenz[a,h]anthracene, Benzo(g,h,i)perylene, dengan *surrogate* yang ditambahkan adalah Naphtalene-d8, Acenaphtene-d10, Phenantrene-d10, Chrysene-d12, dan Perylene-d12, sementara standar internal yang digunakan adalah p-Terpenyl-d14.

Pengkajian metode analisis PAHs dalam limbah padat secara TCLP ini merupakan kelanjutan dari kegiatan yang dilakukan oleh PSIKLH sebelumnya, yaitu mengukur PAHs secara total konsentrasi, bukan secara TCLP. Pada tahun 2018, pengujian PAHs secara TCLP dilakukan dengan mengacu pada USEPA D1311 dan USEPA 8270D, namun masih belum memenuhi persyaratan verifikasi. Diketahui bahwa dengan menggunakan pelarut pentana sebagaimana yang tertera pada metode APHA 6440 menghasilkan data analisis yang lebih baik. Informasi terkait ion target dan referensi senyawa PAHs yang dianalisis disajikan pada Tabel 1.

Hasil verifikasi pengujian PAHs secara TCLP yang menyajikan data MDL dan LOQ ditunjukkan dalam Tabel 2. Dari 15 (lima belas) senyawa yang diverifikasi terdapat 9 (sembilan) senyawa yang memenuhi syarat keberterimaan (diterima) yaitu Fluorene,

Tabel 1. *Ion target dan ion reference* senyawa PAHs

Senyawa	Ion target (m/z)	Ion referensi (m/z)
Naphtalene	128	136, 127
Acenaphtylene	152	151, 153
Acenaphtene	153	154, 152
Fluorene	166	165, 167
Phenantrene	178	179, 176
Fluoranthene	202	101, 200
Pyrene	202	200, 101
Chrysene	228	226, 229
Benzo(a)antracene	252	264, 250
Benzo(b)fluorantene	252	126, 250
Benzo(k)fluorantene	252	250, 207
Benzo(a)pyrene	252	207, 253
Indeno[1,2,3-cd]pyrene	276	207, 281
Dibenz[a,h]anthracene	278	207, 281
Benzo(g,h,i)perylene	276	207, 281
Naphtalene-d8*	136	128,000
Acenaphtene-d10*	164	162, 160
Phenantrene-d10*	188	94, 800
Chrysene-d12*	240	120, 236
Perylene-d12*	264	207, 132
p-therpenyl-d14**	244	243, 245

*Standar surrogate

**Standar internal

Sumber: Data primer, 2019

Tabel 2. Hasil Perhitungan MDL dan LoQ Senyawa PAHs

Senyawa	Kons. Spike (µg/L)	Rerata kons. target (µg/L)	%R	SD	MDL (µg/L)	LoQ (µg/L)	%RSD	2/3 Nilai Horwitz
Naphtalene	0,08	-	-	-	-	-	-	-
Acenaphtylene	0,08	-	-	-	-	-	-	-
Acenaphtene	0,08	-	-	-	-	-	-	-
Fluorene	0,08	0,060	74,55	0,0024	0,008	0,024	4,050	46,349
Phenantrene	0,08	-	-	-	-	-	-	-
Fluoranthene	0,08	0,068	85,41	0,0073	0,023	0,073	10,698	45,410
Pyrene	0,08	-	-	-	-	-	-	-
Chrysene	0,08	-	-	-	-	-	-	-
Benzo(a)antracene	0,08	0,092	115,62	0,0026	0,008	0,028	2,775	43,387
Benzo(b)fluorantene	0,08	0,087	108,45	0,0038	0,012	0,038	4,354	43,806
Benzo(k)fluorantene	0,08	0,088	109,94	0,0033	0,010	0,033	3,792	43,717
Benzo(a)pyrene	0,08	0,083	103,90	0,0048	0,015	0,048	5,736	44,090
Indeno[1,2,3-cd]pyrene	0,08	0,083	103,71	0,0084	0,026	0,084	10,076	44,102
Dibenz[a,h]anthracene	0,08	0,088	109,87	0,0094	0,030	0,094	10,692	43,721
Benzo(g,h,i)perylene	0,08	0,084	104,94	0,0085	0,027	0,085	10,094	44,024

Sumber: Data primer, 2019

Fluoranthene, Benzo(a)anthracene, Benzo(b)fluorantene, Benzo(k)fluorantene, Benzo(a)pyrene, Indeno[1,2,3-cd]pyrene, Dibenz[a,h]anthracene, dan Benzo(g,h,i)perylene, sementara itu terdapat 6 (enam) senyawa yang tidak masuk batas keberterimaan yaitu senyawa Naphtalene, Acenaphtylene, Acenaphtene, Phenantrene, Pyrene, dan Chrysene. Penyebab tidak masuknya batas keberterimaan laboratorium kemungkinan dalam pemilihan ion target dan referensi. Selain itu pemisahan kurang sempurna karena kondisi pada alat GCMS yang kurang optimal. Hal ini membutuhkan uji coba lebih lanjut. Hasil pengujian akurasi dan presisi pada pengujian ini memenuhi persyaratan pada verifikasi metode pengujian PAHs dalam limbah padat.

Benzo(a)pyrene yang merupakan senyawa paling toksik dalam kelompok PAHs. Senyawa PAHs terdapat dalam regulasi terkait pengelolaan limbah B3. Dalam regulasi terdapat persyaratan baku mutu secara TCLP dan total konsentrasi (TK) sebagaimana terlampir pada Lampiran XIII PP Nomor 22 Tahun 2021 tentang Pengelolaan Tanah Terkontaminasi Limbah Bahan Berbahaya dan Beracun. Dalam kriteria senyawa organik, terdapat baku mutu untuk Benzo(a)pyrene, baik untuk TCLP maupun total konsentrasi namun baku mutu PAHs total hanya dipersyaratkan untuk pengujian secara total konsentrasi sedangkan untuk TCLP tidak dipersyaratkan.

Hasil pengujian menunjukkan bahwa di area pembakaran aki bekas di Cinangka ini mengandung Benzo(a)pyrene sebesar 0,0005 µg/L, Naphtalene sebesar 0,0059 µg/L, dan Benzo(a)anthracene sebesar 0,0029 µg/L. PAH dengan berat molekul rendah (naftalena, fenantrena) dominan di semua aliran produk, sedangkan PAH dengan berat molekul tinggi ditemukan dalam konsentrasi yang dapat diabaikan (Devi & Dalai, 2023). Limbah tanah yang mengandung PAHs

selain ditemukan di tempat spesifik seperti industri pertanian, pembakaran aki bekas, dan lainnya juga ditemukan dalam limbah perkotaan. Sebuah kajian mengenai limbah perkotaan dan industri secara TCLP yang dilakukan di Greater Thessaloniki, wilayah Yunani utara menunjukkan kandungan PAHs dari limbah rumah tangga lebih tinggi dibanding limbah industri (Mantis et al., 2005).

4. Simpulan

Berdasarkan analisis data dapat disimpulkan bahwa laboratorium PSIKLH telah melakukan verifikasi metode pengujian PAHs dalam limbah padat secara TCLP dengan menggunakan kromatografi gas spektrometri massa untuk beberapa senyawa yang masuk batas keberterimaan laboiratorium yaitu senyawa Fluorene, Fluoranthene, Benzo(a) anthracene, Benzo(b) fluorantene, Benzo(k) fluorantene, Benzo(a) pyrene, Indeno[1,2,3-cd] pyrene, Dibenz[a,h] anthracene, dan Benzo(g,h,i) perylene.

5. Ucapan Terima Kasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang terlibat dalam kegiatan ini, yaitu PSIKLH-KLHK yang menyediakan fasilitas, sumber daya, dan dana pemantauan, serta seluruh tim yang melakukan sampling dan analisis.

6. Kepengarangan

Seluruh penulis merupakan suatu kesatuan tim tak terpisahkan yang memberikan kontribusi dalam tiap bagiannya. Seluruh penulis melakukan observasi, kegiatan pengujian verifikasi metode, pengolahan, dan penyusunan tulisan.

Daftar Pustaka

- AOAC. (2016). Guidelines for standard method performance requirements Appendix F. Rockville, MD: AOAC International.
- APHA. (2018a). 6410 B: Extractable Semivolatile Organics by GC-MS *Standard Methods For the Examination of Water and Wastewater*: American Public Health Association.
- APHA. (2018b). 6440 Polynuclear Aromatic Hydrocarbons *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*: American Public Health Association.
- APHA. (2018c). 6440B : PAHs in Water by HPLC.
- Bergendahl, J. (2005). Batch leaching tests: Colloid release and PAH leachability. *Soil & Sediment Contamination*, 14(6), 527-543.
- Bhutto, S. U. A., Xing, X., Shi, M., Mao, Y., Hu, T., Tian, Q., . . . Qi, S. (2021). Occurrence and distribution of OCPs and PAHs in water, soil and sediment of Daye lake. *Journal of Geochemical Exploration*, 226, 106769.
- CDC. (2017). Polycyclic Aromatic Hydrocarbons (PAHs) Factsheet. Retrieved from https://www.cdc.gov/biomonitoring/PAHs_FactSheet.html.
- Dai, C., Han, Y., Duan, Y., Lai, X., Fu, R., Liu, S., . . . Zhou, L. (2022). Review on the contamination and remediation of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in coastal soil and sediments. *Environmental Research*, 205, 112423.
- Devi, P., & Dalai, A. K. (2023). Occurrence, distribution, and toxicity assessment of polycyclic aromatic hydrocarbons in biochar, biocrude, and biogas obtained from pyrolysis of agricultural residues. *Bioresource Technology*, 384, 129293.
- EPA. (1992). Method 1311 Toxicity Characteristic Leaching Procedure.
- Howsam, M., & Jones, K. C. (1998). Sources of PAHs in the environment. *PAHs and Related Compounds: Chemistry*, 137-174.
- Kassegne, A. B., Okonkwo, J. O., Berhanu, T., Daso, A. P., Olukunle, O. I., & Asfaw, S. L. (2020). Ecological risk assessment of organochlorine pesticides and polychlorinated biphenyls in water and surface sediment samples from Akaki River catchment, central Ethiopia. *Emerging Contaminants*, 6, 396-404.
- Kim, K.-H., Jahan, S. A., Kabir, E., & Brown, R. J. (2013). A review of airborne polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) and their human health effects. *Environment International*, 60, 71-80.
- Kumar, M., Bolan, N. S., Hoang, S. A., Sawarkar, A. D., Jasemizad, T., Gao, B., . . . Kumar, S. (2021). Remediation of soils and sediments polluted with polycyclic aromatic hydrocarbons: to immobilize, mobilize, or degrade? *Journal of Hazardous Materials*, 420, 126534.
- Mantis, I., Voutsas, D., & Samara, C. (2005). Assessment of the environmental hazard from municipal and industrial wastewater treatment sludge by employing chemical and biological methods. *Ecotoxicology and Environmental Safety*, 62(3), 397-407. doi:<https://doi.org/10.1016/j.ecoenv.2004.12.010>.
- Sahoo, B. M., Ravi Kumar, B. V., Banik, B. K., & Borah, P. (2020). Polyaromatic hydrocarbons (PAHs): structures, synthesis and their biological profile. *Current Organic Synthesis*, 17(8), 625-640.
- Syahrir, M. (2016). Pengembangan SOP Analisis Polisiklik Aromatik Hidrokarbon: Universitas Negeri Makassar.
- Wilcke, W. (2000). Synopsis polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in soil—a review. *Journal of Plant Nutrition and Soil Science*, 163(3), 229-248.
- Wilk, C. M. (2007). Principles and use of solidification/stabilization treatment for organic hazardous constituents in soil, sediment, and waste. *WM*, 7, 1-10.