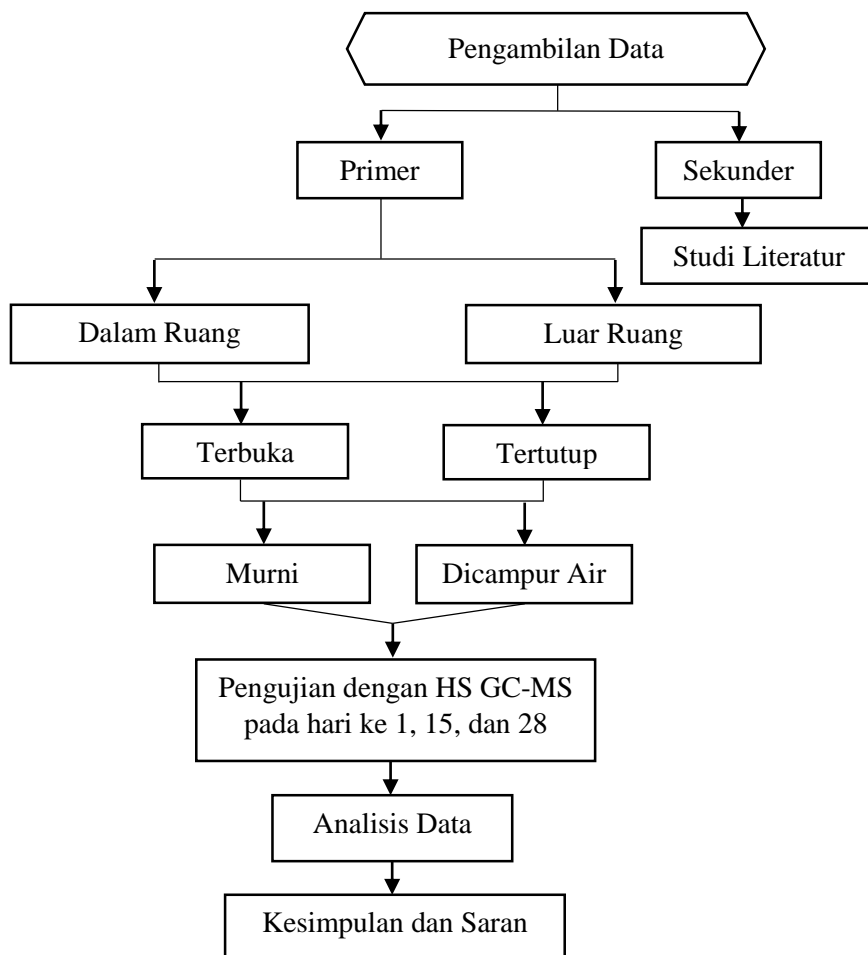


BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Diagram Alir Penelitian

Tahapan dari penelitian ini dimulai dengan pengambilan data primer yang berasal dari pengujian sampel Bahan Bakar Minyak (BBM) dalam hal ini Pertamina dan Peralite. Data sekunder diambil dari survei, studi literatur, buku dan jurnal.



Gambar 3.1 Alur penelitian

3.2 Lokasi Pengambilan Sampel

Lokasi pengambilan sampel terletak di SPBU X dengan koordinat $110^{\circ}24'23.76''T$ $7^{\circ}47'00.87''S$ yang berada di Kabupaten Sleman, Kawasan Perkotaan Yogyakarta. Lokasi pengambilan sampel merupakan SPBU yang telah diteliti sebelumnya oleh Sari, (2016).

Selain itu, penelitian dilaksanakan di Laboratorium Kualitas Lingkungan Program Studi Teknik Lingkungan, Universitas Islam Indonesia. Jalan Kaliurang Km. 14,5 Sleman, Daerah Istimewa Yogyakarta.

3.3 Subjek dan Objek Penelitian

Subjek penelitian dalam tugas akhir ini adalah konsentrasi dalam bahan bakar minyak (benzena, toluena, etilbenzena dan xilena) sedangkan objek penelitian dalam tugas akhir ini adalah Pertamina dan Peralite.

3.4 Variabel Penelitian

1. Variabel Bebas:

Variabel bebas dalam penelitian ini adalah cuaca dan performa instrumen HS GC-MS.

2. Variabel Terikat:

Analisis konsentrasi BTEX.

3.5 Pengambilan Data

Data yang digunakan adalah data primer dan sekunder. Data primer diperoleh dari hasil pengujian sampel BBM dari SPBU X, yaitu Pertamina dan Peralite. Sedangkan data sekunder diperoleh dari studi literatur BPS Kota Sleman dan Sleman dalam Angka 2017 sebagai data pembantu untuk analisis.

3.5.1 Pengambilan Data Primer

3.5.1.1 Preparasi Perlakuan Sampel

1. Sampel sebanyak 2 liter diperoleh pada hari yang berbeda hal ini dilakukan agar tidak terjadi benturan pengujian sampel dengan perlakuan hari yang berbeda.
2. Sampel dimasukkan ke dalam botol kaca gelap sebanyak 100 ml untuk kondisi bensin murni dan perbandingan 1:1, yaitu 50 ml bensin murni dicampur 50 ml aquadest untuk kondisi bensin dengan perlakuan.
3. Penelitian ini meliputi keadaan di dalam dan di luar ruangan.
4. BBM yang ditempatkan di dalam dan di luar ruangan tersebut dibagi menjadi 12 jenis, antara lain:

Tabel 3.1 Perlakuan BBM Murni dan BBM dengan Penambahan Air

Ruangan	BBM Murni		BBM dengan Air		Sampel Air	
	Tutup Tertutup	Tutup Terbuka	Tutup Tertutup	Tutup Terbuka	Tutup Tertutup	Tutup Terbuka
Dalam	Aa1	Aa2	Ba1	Ba2	Ca1	Ca2
Luar	Ab1	Ab2	Bb1	Bb2	Cb1	Cb2

Keterangan:

- A : Sampel murni
 B : Sampel dicampur air
 C : Sampel air
 a : Di dalam
 b : Di luar
 1 : Tertutup
 2 : Terbuka

3.5.1.2 Perlakuan Sampel

1. Vial yang digunakan sebagai botol uji adalah vial Agilent 20 ml.
2. Perlakuan sampel dilaksanakan selama temporal waktu yang telah ditentukan yaitu 1 hari, 15 hari, dan 28 hari.
3. Pengujian sampel bensin dilakukan dengan mengambil sebanyak 1 mikroliter bensin yang ditempatkan pada *microcaps* kemudian dimasukkan

ke dalam vial. Sedangkan sampel air yang diambil sebanyak 5 ml langsung dimasukkan ke dalam vial.

4. Uji linearitas dilakukan menggunakan metode kurva kalibrasi. Pembuatan kurva kalibrasi menggunakan deret larutan standar BTEX mulai dari 16 ppb, 40 ppb, 80 ppb, 160 ppb, 240 ppb, 400 ppb, dan 800 ppb. Deret larutan standar ini ditambahkan aquades sampai 5 ml.

3.5.2 Pengambilan Data Sekunder

3.5.2.1 Kondisi HS GC-MS

Penentuan kondisi optimum HS GC-MS dilakukan dengan studi literatur untuk mendapatkan kondisi HS GC-MS yang paling optimum untuk mendeteksi standar BTEX yang telah ditentukan konsentrasinya. Berdasarkan penelitian oleh Arsyad, (2017), dalam menentukan metode analisis HS GC-MS dilakukan beberapa kali pengukuran standar campuran BTEX untuk menentukan kondisi pengukuran optimum yaitu respon terbesar dan *peak* terbaik untuk senyawa BTEX. Dalam penelitian ini, senyawa BTEX dianalisis dengan metode yang telah dikembangkan oleh Chen (2008), Arsyad (2017) dan Bariroh (2017).

3.5.2.2 Waktu Retensi

Waktu retensi puncak t_R (X) adalah waktu (biasanya diukur dalam menit) dari injeksi sampel ke dalam sistem kromatografi sampai waktu elusi senyawa X. Waktu diambil pada puncak maksimum kromatografi (Caiali, dkk. 2017). Waktu retensi merupakan waktu yang diperlukan antara injeksi sampel dengan munculnya *peak* atau puncak komponen pada detektor dari kromatografi. Berdasarkan waktu retensi dan massanya (m/z) dapat ditentukan senyawa apa saja yang terdeteksi. Berikut merupakan waktu retensi untuk senyawa BTEX:

Tabel 3.2 Waktu Retensi Senyawa BTEX

Senyawa	Waktu Retensi (menit)
Benzena	2,601
Toluena	4,423
Etilbenzena	6,598
p-Xilena	6,790
o-Xilena	7,333
m-Xilena	7,499

(Sumber: Bariroh, 2017)

3.6 Penentuan Linieritas, LOD dan LOQ

3.6.1 Linearitas

Deret larutan standar dengan konsentrasi yang berbeda dibuat untuk menentukan linearitas. Kemudian dibuat kurva kalibrasi dengan deret tersebut dan menghitung persamaan regresi linear untuk mendapatkan nilai linearitas, LOD dan LOQ. Linearitas ditentukan dengan cara sebagai berikut:

- Membuat deret larutan standar dengan konsentrasi ppb dan ppm.
- Menguji deret-deret tersebut menggunakan HS GC-MS
- Membuat kurva kalibrasi dan regresi linear larutan standar BTEX.

Linearitas dihitung dengan regresi linier $y = bx + a$ kemudian diperoleh koefisien korelasi (R) dan koefisien determinasi (R^2).

$$R = \frac{n(\Sigma XY) - (\Sigma X)(\Sigma Y)}{\sqrt{[n(\Sigma X^2) - (\Sigma X)^2][n(\Sigma Y^2) - (\Sigma Y)^2]}} \dots\dots (iii)$$

$$R^2 = R \times R \dots\dots\dots(iv)$$

3.6.2 Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi (LOD dan LOQ)

Batas deteksi dan batas kuantitasi bertujuan untuk menentukan konsentrasi terendah yang dapat dideteksi dan dikuantisasi oleh HS GC-MS. Penentuan batas deteksi dan batas kuantitasi ini dapat dilakukan dengan evaluasi visual dari instrumen HS GC-MS dengan mencari standar deviasi dari respon instrumen untuk mencari nilai LOD dan LOQ.

$$LOD = \frac{3Sa}{b} \dots\dots\dots(v)$$

$$LOQ = \frac{10Sa}{b} \dots\dots\dots(vi)$$

Sa adalah standar deviasi dan b adalah *slope* (Riyanto, 2014).

3.7 Pengujian Senyawa BTEX

Pengujian senyawa BTEX dilakukan dengan menggunakan HS GC-MS yang telah dioptimasi (paling optimal). Tahap-tahap pengujian sampel dijelaskan pada lampiran.

3.8 Pengolahan Data Statistik

Data primer berupa luasan puncak diperoleh dari hasil pembacaan pengujian sampel menggunakan HS GC-MS. Data tersebut masih merupakan data mentah sehingga diperlukan pengolahan data supaya data dapat digunakan. Metode pengolahan data secara statistik yaitu dengan mencari konsentrasi parameter BTEX menggunakan *software* Microsoft Excel.

Kurva regresi linear dibuat dari deret larutan standar BTEX dengan menggunakan *software* Microsoft Excel sehingga didapatkan persamaan $y = bx+a$. Selanjutnya untuk mencari nilai konsentrasi senyawa BTEX, data asil pembacaan instrumen dimasukkan ke dalam persamaan tersebut sehingga didapatkan x sebagai konsentrasi.