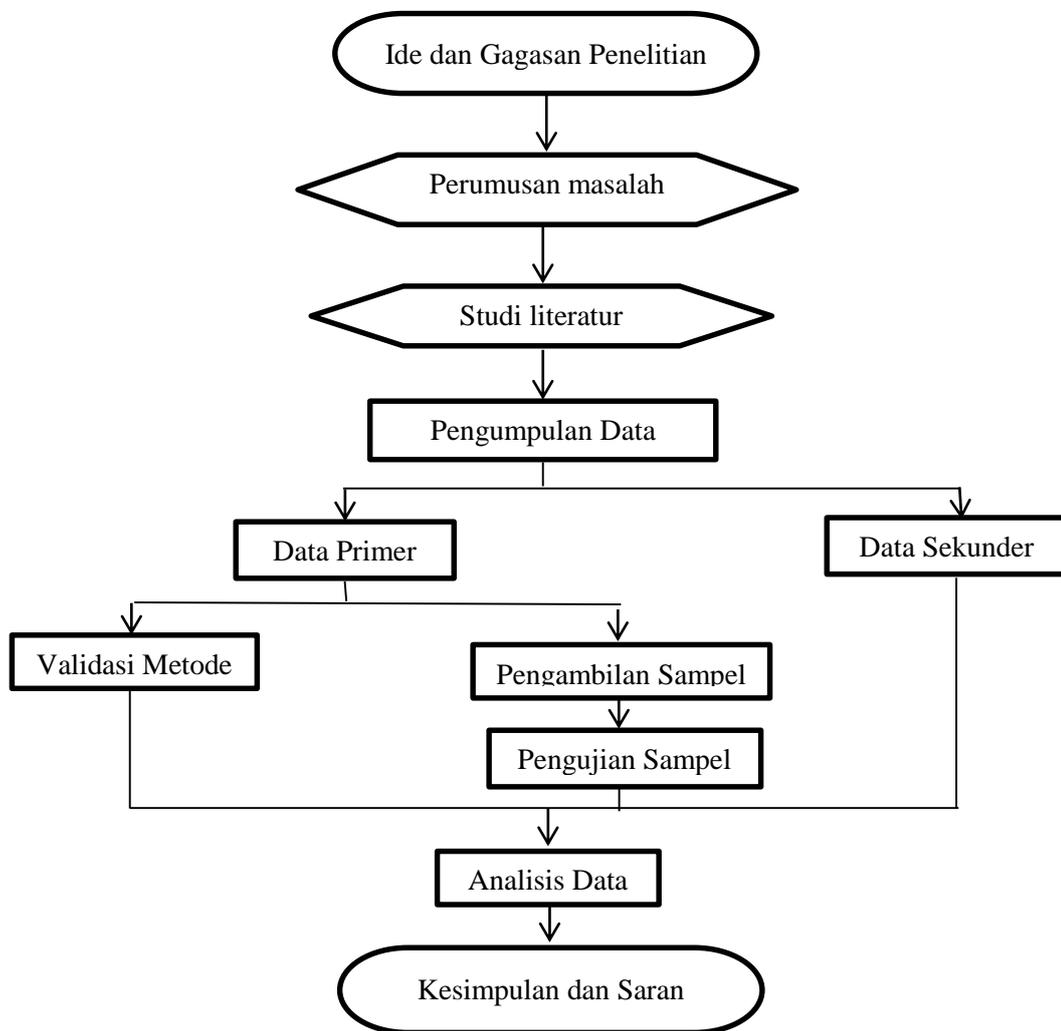


BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Tahapan Penelitian

Dalam pelaksanaan penelitian ini diagram alir penelitian sebagai berikut:



Gambar 3.1 Diagram Alir Tahapan Penelitian

3.2 Pengumpulan Data

Data yang dikumpulkan berupa data primer dan sekunder. Data primer meliputi data hasil dari observasi ke lokasi pengambilan sampel, optimasi alat dan pengujian sampel, sedangkan data sekunder berasal dari data penelitian-penelitian sebelumnya.

3.2.1 Validasi Metode

Validasi metode analisis pembacaan sampel meliputi beberapa parameter yaitu : linearitas, batas deteksi dan batas kuantifikasi (*Limit of Detection/LOD*, *Limit of Quantification/LOQ*). Penentuan konsentrasi larutan baku dilakukan dengan studi literatur yang dilakukan dan optimasi GC-MS. Berikut prosedur yang dilakukan.

- a. Membuat larutan standar dengan konsentrasi sebesar 16, 40, 80, 160, 240, 400, 800 ppb
- b. Mengukur tiap larutan standar dengan HS-GC-MS
- c. Membuat kurva kalibrasi dan regresi linear larutan standar BTEX.

3.2.2 Pengambilan Sampel

Sampel yang diambil adalah BBM jenis pertalite dan pertamax. Jumlah total sampel yang diambil sebanyak 32 sampel dengan 16 sampel pertalite dan 16 sampel pertamax. Pengambilan sampel dilakukan dengan cara mengambil langsung dari dispenser BBM yang ada di SPBU dan ditampung dalam botol. Pengambilan sampel dilakukan pada malam hari untuk mengurangi adanya interaksi sampel dengan cahaya. Pewadahan sampel ditempatkan pada botol yang sudah dibersihkan berwarna gelap dan pada tutupnya dililitkan selotip hal ini untuk menghindari penguapan. Sampel yang mengandung VOC disimpan dengan gelas gelap yang sudah dibersihkan dan untuk pengawetannya didinginkan dengan suhu $4 \pm 2^{\circ}\text{C}$ dan pengawetan ini bertahan hingga 14 hari. SPBU di Yogyakarta yang dijadikan titik sampling seperti yang disebutkan di tabel 3.1.

Tabel 3.1 Titik Pengambilan Sampel

No	NAMA	KOORDINAT
1	SPBU A	110°24'23.76''T 7°47'00.87''S
2	SPBU B	110°22'09.20''T 7°45'36.52''S
3	SPBU C	110°23'07.70''T 7°48'05.72''S
4	SPBU D	110°25'52.29''T 7°42'18.34''S
5	SPBU E	110°21'45.52''T 7°44'20.15''S
6	SPBU F	110°22'49.02''T 7°43'40.56''S
7	SPBU G	110°23'58.95''T 7°43'41.68''S
8	SPBU H	110°24'45.66''T 7°43'07.33''S

Lokasi penelitian ini dilakukan di 8 SPBU yang ada di Yogyakarta. Lokasi ini dipilih berdasarkan penelitian sebelumnya tentang “*Screening* Potensi Pencemaran Hidrokarbon di Kawasan Perkotaan Yogyakarta” (Sari, 2016). Penelitian sebelumnya meneliti sebanyak 28 SPBU. Titik sampling ini dipilih karena mempunyai skor yang tergolong cukup.

3.2.3 Pengujian Sampel

Persiapan yang harus dilakukan sebelum pengujian sampel adalah pengondisian HS-GC-MS. Pengondisian dilakukan dengan cara:

- **Pengaturan Metode**

Metode yang digunakan di HS-GC-MS adalah metode yang dikembangkan oleh (Bariroh dan Arsyad, 2017) dan sedikit dimodifikasi. Instrument yang digunakan adalah HS-GC-MS dengan spesifikasi instrumen HS Agilent 7697 A, GC Agilent 7820 dan MS Agilent 5977B MSD dengan kolom HP-5 MS. Penggunaan Headspace (HS) digunakan untuk ekstraksi memisahkan senyawa volatil dari sampel yang ada di dalam vial. Proses ekstraksi terjadi karena adanya pemanasan di HS. Suhu HS diatur dengan suhu 80°C agar pelarut dalam sampel tidak ikut menguap dan mengganggu pembacaan senyawa volatil.

- **Pembuatan Sequence**

Pembuatan sequence digunakan untuk menginput identitas sampel ke komputer. Identitas yang harus diisi didalam sequence adalah nama sampel, metode yang dipakai, folder penyimpanan, nomor vial tempat sampel, dan nama file yang akan tersimpan.

Pengujian sampel dilakukan dengan dua cara yaitu menentukan nomor C dan komposisi BTEX, berikut adalah caranya:

- **Nomor C**

Penentuan nomor C dilakukan dengan cara pengujian sampel dengan instrumen HS-GC-MS. Pembacaan sampel dilakukan secara duplo dan setiap pembacaan sampel setelahnya dilakukan pembacaan blanko. Detektor yang digunakan untuk membaca sampel adalah *scan mode*. *Scan mode* adalah teknik untuk membaca keseluruhan senyawa yang terkandung dalam sampel. Penentuan nomor C dilakukan dengan memisahkan komposisi senyawa dalam sampel berdasarkan nomor C nya. Komposisi terbesar menunjukkan nomor C sampel.

- **Komposisi BTEX**

Penentuan komposisi BTEX dalam sampel dilakukan dengan cara pengujian sampel dengan instrumen HS-GC-MS. Sampel dilakukan secara duplo dan setiap pembacaan sampel setelahnya dilakukan pembacaan blanko. Detektor yang digunakan untuk membaca sampel adalah *scan mode*. *Scan mode* adalah teknik untuk membaca keseluruhan senyawa yang terkandung dalam sampel. komposisi BTEX dalam sampel akan diketahui setelah pembacaan senyawa yang terkandung dalam sampel.

3.3 Analisis Data

Pengolahan data dilakukan dengan menentukan linieritas dan batas kuantifikasi (*Limit of Detection/LOD*, *Limit of Quantification/LOQ*), nomor C dalam sampel dan penentuan komposisi BTEX:

3.3.1 Penentuan Linieritas, LOD dan LOQ

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

$$a = \frac{(\Sigma Y)(\Sigma X^2) - (\Sigma X)(\Sigma XY)}{(n(\Sigma X^2) - (\Sigma X)^2)} \dots\dots\dots(3.1)$$

$$b = \frac{n(\Sigma XY) - (\Sigma X)(\Sigma Y)}{(n(\Sigma X) - (\Sigma X)^2)} \dots\dots\dots(3.2)$$

$$R = \frac{n(\Sigma XY) - (\Sigma X)(\Sigma Y)}{\sqrt{[n(\Sigma X^2) - (\Sigma X)^2][n(\Sigma Y^2) - (\Sigma Y)^2]}} \dots\dots\dots(3.3)$$

$$R^2 = R \times R \dots\dots\dots(3.4)$$

Keterangan:

X = konsentrasi larutan standar

Y = respon

Penentuan LOD dan LOQ menggunakan kurva kalibrasi linear, diasumsikan bahwa respon instrumen y berhubungan linier dengan konsentrasi x standar untuk rentang yang terbatas konsentrasi. Hal ini dapat dinyatakan dalam model seperti $y = bx + a$. Model ini digunakan untuk menghitung sensitivitas b dan LOD dan LOQ. Oleh karena itu LOD dan LOQ dapat dinyatakan sebagai:

$$\text{LOD} = 3Sa/b \dots\dots\dots(3.5)$$

$$\text{LOQ} = 10 Sa/b \dots\dots\dots(3.6)$$

Dimana:

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

3.3.2 Penentuan Komposisi BTEX

Penentuan komposisi BTEX dapat dilakukan dengan rumus sederhana perbandingan antar luas area senyawa yang dimaksud dengan total luas area seluruh senyawa. rumus yang digunakan sebagai berikut:

$$\% = \frac{\text{luas area } n}{\Sigma \text{luas area}} \dots\dots\dots(3.7)$$

Keterangan

Luas area n : luas area senyawa n

Σ luas area : luas area total

3.3.3 Penentuan Nomor C dalam Sampel

Penentuan nomor C ini menggunakan persentase dari setiap senyawa yang terbaca di GC-MS. Nilai C yang terbaca di alat dan itulah rentang nomor karbon dari sampel.

