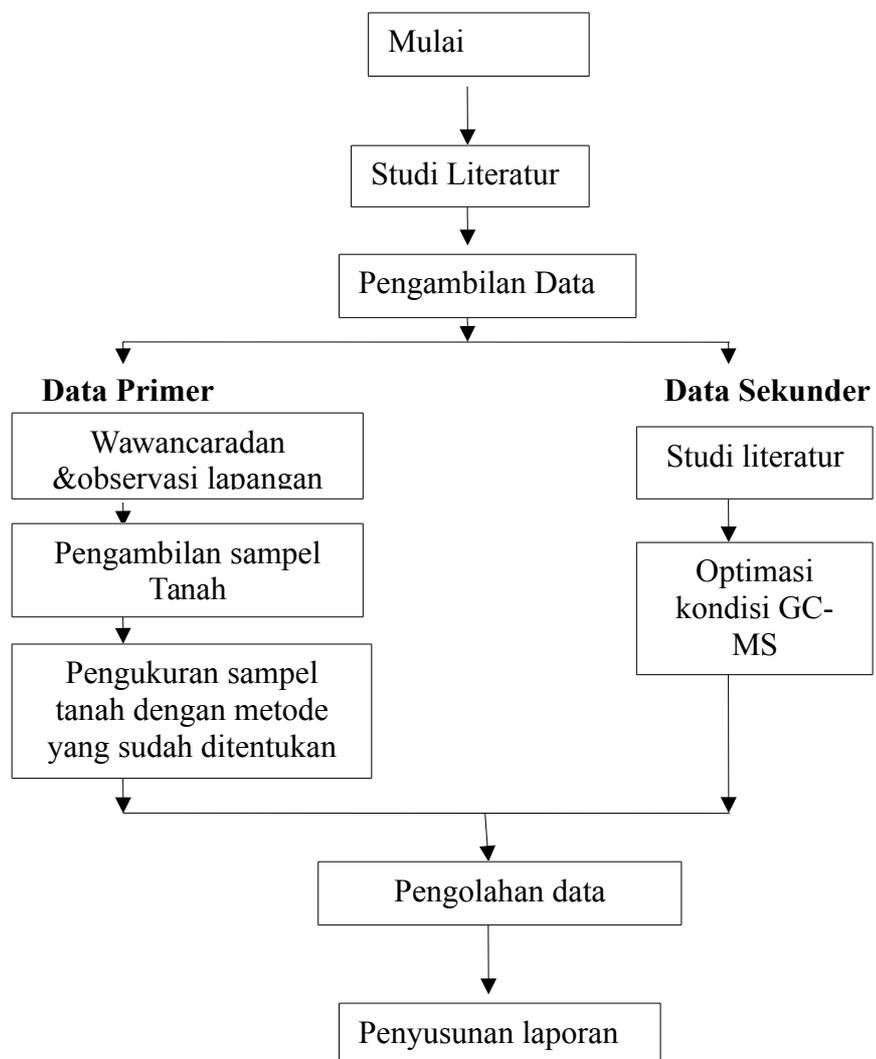


## BAB III

### METODOLOGI PENELITIAN

#### 3.1. Diagram Alir Penelitian

Tahapan dari penelitian ini dimulai dengan pengambilan data primer yang berasal dari pengujian sampel tanah sumur dalam hal ini tanah sumur di sekitar 4 SPBU di wilayah Yogyakarta dan wawancara masyarakat di sekitar SPBU. Data sekunder diambil dari survei, studi literatur, buku dan jurnal.



Gambar 3.1. Diagram Alir Tahapan Penelitian

### 3.2. Lokasi Penelitian

1. Lokasi Stasiun Bahan Bakar Umum (SPBU) di Kawasan Perkotaan Yogyakarta sebanyak 95 SPBU. Namun yang dipilih sebagai lokasi penelitian sebanyak 4 SPBU. SPBU ini yang akan digunakan sebagai sampel penelitian diantaranya adalah :

Lokasi Penelitian ditentukan berdasarkan titik paling dekat dengan SPBU yang memiliki sejarah kebocoran *Underground Storage Tank* (UST) dan titik yang potensi pencemaran yang besar berdasarkan penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Muryani, (2012) tentang Zonasi Potensi Pencemaran Bahan Bakar Minyak terhadap Airtanah Bebas (Studi Kasus SPBU X Yogyakarta). Lokasi yang dipilih juga merupakan lokasi SPBU yang memiliki sejarah kebocoran Benzene pada penelitian sebelumnya yaitu SPBU A, B, dan D dilakukan oleh Hanifah, (2016), sementara SPBU C dilakukan oleh Sari, (2016).

Tabel 3.1. Koordinat Lokasi Sampling

Nama	Koordinat SPBU	Koordinat Titik Sampling	Jarak Titik Sampling ke SPBU
SPBU A	110°24'23.76" T7°47'00.87"S	110°22'08.62" T7°45'00.37.99"S	35 m
SPBU B	110°22'09.20" T7°45'36.52"S	110°25'53.04" T7°42'18.03"S	30 m
SPBU C	110°23'07.70" T7°48'05.72"S	110°21'44.90" T7°44'18.50"S	40 m
SPBU D	110°25'52.29" T7°42'18.34"S	110°22'42.59" T7°48'06.42"S	45 m

2. Laboratorium Rancang Bangun 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 BTEX pada tanah sedangkan objek penelitian dalam tugas akhir ini adalah tanah di sekitar 4 SPBU di Yogyakarta, yaitu; SPBU 44.555.17, SPBU 44.552.08, SPBU 44.551.15, dan SPBU 44.555.19.

### **3.4. Metode Pengumpulan Data**

Data yang digunakan adalah data primer dan sekunder. Data Primer diperoleh dari hasil pembacaan pengujian sampel tanah sumur dari 4 SPBU melalui HS GC-MS dan wawancara serta pembagian kuisioner terhadap masyarakat di sekitar SPBU. Sedangkan data sekunder diperoleh dari survei dan beberapa buku.

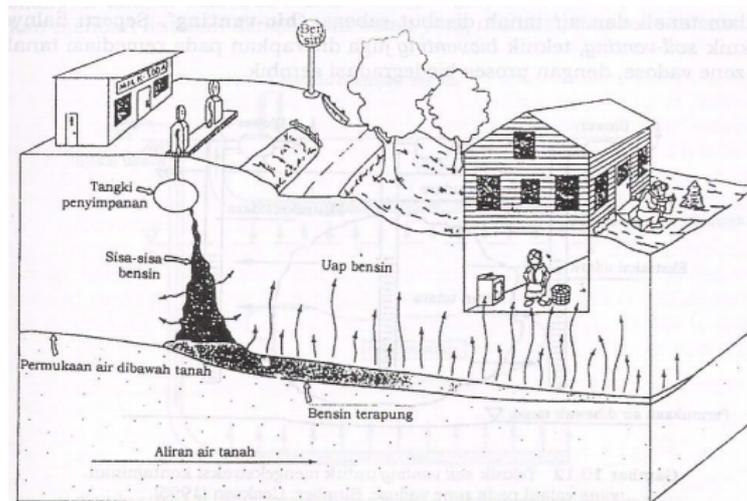
### **3.5. Pengambilan Sampel Tanah**

Pengambilan sampel tanah dilakukan di lokasi 4 SPBU. Penanganan sampel harus dilakukan sebaik mungkin karena senyawa BTEX termasuk senyawa volatil yang mudah menguap. Oleh karena itu harus digunakan wadah tertutup dan disimpan pada suhu yang relatif rendah.

Kedalaman UST pada SPBU lokasi pengambilan sampel diperkirakan sekitar 3 meter. Jumlah titik sampling adalah 4 titik sampling utama yakni 1 titik di setiap SPBU dengan variasi kedalaman 0,5 m, 1 m, 1,5 m, 2m, 2,5 m, 3 m, 3,5 m, 4 m, 4,5 m dan 5m. Titik sampling tanah di sekitar sumur ini dipilih berkaitan dengan kondisi air sumur di lokasi tersebut dengan pertimbangan jika air tanah di dalam sumur tersebut positif terdapat kandungan BTEX nya bagaimana kondisi tanah di sekitar sumur tersebut mengandung kandungan BTEX yang lebih tinggi atau sebaliknya dari air tanah. Selain kemungkinan kandungan BTEX dalam tanah berasal dari kebocoran tangki UST yang polutannya bergerak menuju tanah di lokasi juga dapat berasal dari tumpahan air sumur yang dapat terjadi dari aktivitas warga di sekitar sumur seperti mencuci baju,menimba air, dll.

Variasi kedalaman sampel tanah dilakukan dengan pertimbangan semakin dalam tanah potensi pencemaran nya semakin banyak, oleh karena itu diusahakan diambil pada titik lebih dalam dari kedalaman UST. Perembesan

bensin dari tangki UST penyimpan terjadi secara bertahap, sehingga biasanya tidak diketahui dan tidak terdeteksi (Darmono, 2001). Polutan ini bergerak secara vertikal melalui profil tanah dan secara horisontal melalui aliran air tanah (Franzmann, et al.2002).



Gambar 3.2. Mekanisme Pencemaran Oleh Kebocoran UST

(Sumber: Notodarmodjo, 2005)

Berikut adalah prosedur untuk pengambilan sampel tanah menggunakan alat sampling tanah sederhana (bor tangan):

1. Pasangkan mata bor dengan tongkat bor.
2. Putar bor tangan sampai kedalaman yang diinginkan.
3. Ambil dengan segera tanah dalam mata bor kedalam botol kaca.
4. Tutup rapat botol kaca tersebut dan simpan dalam *box* agar didapatkan suhu penyimpanan suhu kamar



Gambar 3.3. Pengambilan Sampel Tanah

### 3.6. Penentuan Kondisi Optimum 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.

### **3.7. Pengujian Sampel Tanah**

Parameter yang diuji dalam pengujian sampel tanah dibagi menjadi dua bagian yaitu pengujian parameter utama dan parameter pendukung. Parameter utama yang diuji dari sampel tanah adalah kandungan senyawa BTEX dengan parameter pendukung adalah kadar air dalam tanah dan *Total Organic Carbon* (TOC) dalam tanah.

#### **3.7.1. Pembuatan Tanah Steril**

Tanah Steril dibuat untuk membuat deret standar berbentuk *slurry*. Tanah banko diambil pada lokasi yang sama dengan lokasi pengambilan sampel. Berdasarkan penelitian yang dilakukan Ezquerro, *et al.* (2004) tanah yang akan digunakan untuk pembuatan deret standar diayak hingga menyisakan tanah dengan ukuran < 2 mm. Setelah itu tanah dipanaskan dalam oven bersuhu 110°C selama 3 X 24 jam. Diharapkan tanah tersebut steril dari senyawa BTEX.

#### **3.7.2. Analisis Senyawa BTEX dalam Tanah dengan *Headspace Gas Chromatography – Mass Spectrometry*.**

Prosedur analisis senyawa BTEX dalam tanah menggunakan Headspace yang tersambung dengan GC – MS dilakukan berdasarkan penelitian yang dilakukan Romero M, *et al.* (2016). (Prosedur rinci dilampirkan pada halaman lampiran)

#### **3.7.3. Analisis Kandungan Air dalam Tanah**

Analisis kandungan air dalam tanah dilakukan dengan metode gravimetric sesuai dengan Standar Nasional Indonesia (SNI) 1965:2008 tentang Cara Uji Penentuan Kadar Air untuk Tanah dan Batuan di Laboratorium. Dalam metode ini kadar air didapatkan dari berat tanah yang hilang setelah proses pemanasan pada oven bersuhu 110°C. (Prosedur rinci dilampirkan pada halaman lampiran)

#### **3.7.4. Analisis Kandungan *Total Organic Carbon* (TOC) dalam Sampel Tanah**

Analisis kandungan TOC dalam tanah menggunakan metode spektrofotometri dimana karbon sebagai senyawa organik akan mereduksi

$\text{Cr}^{6+}$  yang berwarna jingga menjadi  $\text{Cr}^{3+}$  yang berwarna hijau dalam suasana asam. Intensitas warna hijau yang terbentuk senilai dengan kadar karbon dan diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 561 nm. Berikut merupakan langkah-langkah pengujian nya :

1. Timbang sampel tanah berukuran <0,5 mm sebanyak 0,05 gram
2. Masukkan kedalam labu ukur 10 mL
3. Tambahkan 0,5 mL  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  1 N lalu kocok
4. Tambahkan 0,75 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  lalu kocok dan diamkan selama 30 menit
5. Tambahkan air sampai tanda batas labu ukur.
6. Mengukur absorbansi larutan dengan spektrofotometer dengan panjang gelombang 561 nm.
7. Niali absorbansi sampel tanah dibandingkan dengan deret larutan standar glukosa dengan konsentrasi 0 – 250 ppm.
8. Hitung persentase TOC dalam tanah

### **3.8. Metode Pengolahan Data**

Data primer diperoleh dari hasil pembacaan pengujian sampel menggunakan HS GC MS yang berupa data mentah. Diperlukan metode pengolahan data supaya agar data dapat digunakan. Metode pengolahan data yaitu dengan mencari luasan *peak* atau puncak setiap parameter BTEX menggunakan Microsoft Excel.

#### **3.8.1. Analisis Senyawa BTEX dalam Tanah dengan *Headspace Gas Chromatography – Mass Spectrometry***

Metode yang digunakan dalam mengolah data hasil analisis senyawa BTEX dalam tanah dengan GC/MS adalah dengan membuat kuva regresi linier dari deret larutan standar BTEX dengan menggunakan software microsoft excel sehingga didapatkan persamaan  $y = bx + a$ . Setelah itu untuk mengetahui konsentrasi senyawa BTEX dalam sampel tanah dengan memasukan besarnya respon hasil analisis GC – MS sebagai y kedalam persamaan regresi linier deret larutan standar.

### 3.8.2. Perhitungan Kandungan Air dalam Sampel Tanah

Perhitungan kandungan air dalam sampel tanah dilakukan sesuai dengan SNI 1965:2008 sebagai berikut:

$$W = \frac{W_1 - W_2}{W_2 - W_3} \times 100$$

Dengan ,

W : Kadar Air (%)

W1 : Berat Cawan dan Tanah Basah (gram)

W2 : Berat Cawan dan Tanah Kering (gram)

W3 : Berat Cawan Kosong (gram)

### 3.8.3. Perhitungan Kandungan *Total Organic Carbon* (TOC) dalam Sampel Tanah.

Perhitungan kandungan TOC dalam sampel tanah dilakukan dengan menghitung konsentrasi TOC dalam *part permillion* (ppm) dan persentase. Dalam perhitungan konsentrasi TOC dalam ppm dihitung dengan memasukan absorbansi dari sampel sebagai y kedalam persamaan regresi linear  $y = bx+a$  dari deret larutan standar glukosa dengan konsentrasi 0 – 250 ppm. Setelah itu dihitung persentase TOC dengan rumus sebagai berikut :

$$C\text{-Organik (\%)} = ( \text{ppm kurva} \times \text{mL ekstraks/1000 mL} ) \times (100/\text{mg sampel}) \times \text{fk}$$

Dengan fk adalah faktor koreksi kadar air yang dihitung dengan rumus berikut :

$$\text{fk} = 100 / (100 - \% \text{ Kadar Air}).$$

### 3.8.4. Perhitungan Koefisien Distribusi (Kd)

Koefisien distribusi adalah nilai matematis digunakan untuk memprediksi mobilitas dan transport dari kontaminan didalam tanah. Semakin besar nilai Kd maka kontaminan tersebut semakin terikat dengan tanah. Berikut adalah cara perhitungan koefisien distribusi :

$$Kd = Koc \times f_{oc}$$

Dalam perhitungannya nilai koc merupakan nilai tetapan koefisien adsorpsi setiap senyawa BTEX dan foc merupakan nilai dari hasil perhitungan persentase TOC dibagi 100 (Odermatt, 1993)

### 3.9. Pengelolaan Data Kuisioner

Dalam pengolahan data kuisioner indikator yang digunakan adalah tentang terkaitannya kesehatan dengan penggunaan tanah sumur sekitar lokasi penelitian. Berikut adalah indikator yang di gunakan dalam kuisioner :

Tabel 3.2. Indikator Pertanyaan dalam Kuisioner

INDIKATOR PERTANYAAN	DETAIL PERTANYAAN
Identitas Antropometri dan Sosio Demografi	Nama, Alamat, Umur, Berat Badan,
	Tinggi Badan, Pendidikan Terakhir, Pekerjaan, Jumlah Keluarga, Status Perkawinan
Pola Aktivitas	Lama Tinggal Di Lokasi, Lama Aktivitas di Sekitar Tanah Sumur, Anggota Keluarga Yang Masih Anak-Anak, Aktivitas Harian Menggunakan Tanah, Kualitas Tanah yang Digunakan Anak-Anak Bermain, Kuantitas Tanah yang Digunakan Anak-Anak Bermain, Jumlah Konsumsi Tanah yang Digunakan Sehari-hari
Kondisi Lingkungan	Suhu, Cuaca, Keadaan Tanah, Kebiasaan Mencuci Tangan, Kebiasaan Mandi, Kebiasaan Berwudhu
Waktu Retensi Anak- Anak Bermain Tanah	Sering, Kadang-Kadang, Jarang

Pemilihan sampel dilakukan dengan metode *Proporsive Sampling*, dimana pengambilan sampel dilakukan dengan menetapkan karakteristik atau kriteria yang

sesuaikan dengan tujuan peneliti. Sampel yang dipilih adalah warga yang menggunakan tanah terutama anak kecil yang bermain tanah.

### 3.10. Perhitungan *Intake*

Analisis pemajanan atau *exposure assessment* yang disebut juga penilaian kontak atau *intake*, bertujuan untuk mengenali jalur-jalur pajanan *risk agent* agar jumlah asupan yang diterima individu dalam populasi berisiko bisa dihitung. Data dan informasi yang dibutuhkan untuk menghitung asupan adalah semua variabel yang terdapat dalam persamaan berikut (ATSDR, 2007).

$$I = \frac{C \times R \times tE \times fE \times Dt}{Wb \times tavg}$$

Keterangan :

I : Asupan (Intake), mg/kg/hari

C : Konsentrasi risk agent, mg/m<sup>3</sup> untuk medium udara, mg/L untuk media air minum, mg/kg untuk makanan dan pangan.

R : Laju asupan atau konsumsi, m<sup>3</sup> /jam untuk inhalasi, L/hari untuk air minum, g/hari untuk makanan.

tE : Waktu pajanan

fE : Frekuensi pajanan

Dt : Durasi pajanan, tahun (real time atau proyeksi, 30 tahun untuk nilai *default* residensial)

W : Berat badan, kg

ta vg : Periode waktu rata-rata (Dt x 365 hari/tahun untuk zat non karsinogen, 70 tahun x 365 hari/tahun untuk zat karsinogen.

Dalam perhitungan ini beberapa komponen perhitungan berasal dari data kuisisioner dan beberapa merupakan nilai *default*.

1. Konsentrasi risk agent (C)

Nilai C didapat dari hasil perhitungan LOD senyawa *benzene, toluene, ethylbenzene, dan xylene* dikarenakan konsentrasi sampel dibawah deteksi alat.

2. Laju asupan atau konsumsi (R)

Nilai R didapat dari hasil wawancara dengan masyarakat terkait banyak nya asupan tanah yang terpajan pada anak-anak ketika mereka bermain tanah. Berdasarkan wawancara yang dilakukan diperkirakan asupan tanah/hari pada anak-anak adalah sebanyak 2 genggam tanah dimana diasumsikan pada 1 genggam tanah=  $6,875 \times 10^{-3}$  kg yang dapat menempel pada kulit anak-anak, sehingga 2 genggam=  $13,73 \times 10^{-3}$  kg

3. Waktu Pajanan (Te)

Nilai tE didapatkan dari hasil wawancara yaitu 1 hari.

4. Frekuensi Pajanan (Ef)

Nilai Ef didapatkan dari hasil wawancara dimana anak-anak setiap hari bermain tanah dalam 1 tahun nya yaitu 365hari/tahun.

5. Durasi Pajanan (Dt)

Nilai Dt merupakan nilai *default* dari masing-masing perhitungan intake yakni :

Durasi pajanan intake *realtime* : 8 tahun

Durasi pajanan intake *95 percentile* : 30 tahun

Durasi pajanan intake *lifetime* : 70 tahun

6. Berat Badan (W)

Nilai W didapatkan dari kuisisioner dimana berat badan anak-anak yang bermain tanah adalh 26 kg.

7. Periode Waktu Rerata (tavg)

Nilai tavg didapatkan dari nilai *default* untuk zat karsinogen yakni, 70 tahun x 365 hari/tahun= 25550 hari

Selanjutnya perhitungan analisis risiko lingkungan dilanjutkan dengan menggunakan nilai ECR dan RQ, perhitungan nilai ECR dan RQ untuk risiko karsinogenik dan non-karsinogenik data yang digunakan adalah CSF (*Cancer Slope Faktor*). Nilai CSF yang digunakan adalah nilai yang diadopsi dari US-EPA dan berdasarkan hasil dari penelitian yang dilakukan oleh Rothman et al, (US-EPA, 1996) yaitu dengan nilai *slope* faktor pada senyawa bahan kimia umum untuk Benzena adalah 0,029 (Watts, 1997). Risiko kanker merupakan risiko untuk populasi tertentu yang digunakan dalam penelitian penentuan oral *unit risk* yang diambil oleh IRIS US-EPA, dan dapat ditentukan nilai *Cancer Slope Factor* (CSF) dengan rumus sebagai berikut:

$$\text{Express Cancer Risk (ECR)} : \\ \text{Intake Karsinogenik} \times \text{CSF Benzena (0,029)}$$

Dimana,

ECR : *Express Cancer Risk*

Ik : *Intake* / asupan kronis (sepanjang hayat, yaitu 70 tahun)

CSF : *Cancer Slope Factor*

Perhitungan selanjutnya *Risk Quotient* (RQ, tingkat risiko) untuk efek-efek nonkarsinogenik (IPCS, 2010) . Penelitian ini menggunakan nilai RfD yang telah menjadi indikator yang banyak digunakan dalam toksisitas kronis, dan telah ditetapkan untuk nilai oral dan inhalasi terhadap senyawa berbahaya paling umum, yaitu dengan nilai RfD (0,029) untuk senyawa Benzena (Watts, 1997). Nilai RfD (*Reference Dose*) 0,029 ini yang akan digunakan dalam perhitungan risiko kesehatan nonkanker akibat pajanan benzena dengan nilai RfD yang sudah dilakukan pada penelitian sebelumnya, sedangkan nilai RfD untuk senyawa etilbenzena , toluena dan xilena menggunakan nilai dari ketentuan *Environmental Protection Agency* (EPA, 1996) dengan nilai RfD toluena 0,08, etilbenzena 0,01, dan xilena 0,02 dengan satuan mg/kg-hari. Penentuan RQ dihitung dengan rumus sebagai berikut :

$$\text{RQ} = \frac{\text{I}}{\text{RfD atau RfC}}$$

Dengan :

RQ = *Risk Qoutient*  
I = *Intake* ( mg/kg x hari)  
RfD = *reference dose* (mg/kg x hari)

Risiko kesehatan dinyatakan ada dan perlu dikendalikan jika  $RQ > 1$ . Namun apabila  $RQ \leq 1$ , risiko tidak perlu dikendalikan tetapi perlu dipertahankan agar nilai numerik RQ tidak lebih dari 1 (Rahman et al, 2004).

Penilaian asupan karsinogenik dengan nonkarsinogenik tidak sama karena perbedaan bobot waktu rata-ratanya ( $t_{avg}$ ). *Cancer slope factor* didefinisikan sebagai hubungan kuantitatif antara dosis dan respon, yang memperkirakan besar peluang seseorang (individu) berkembang menjadi kanker karena terpajan (seumur hidup) oleh suatu agen kanker yang potensial (Louvar dan Louvar, 1998). Pada penelitian ini perhitungan risiko kanker hanya dilakukan pada pajanan oleh senyawa *benzene* karena *benzene* merupakan senyawa karsinogenik golongan A (karsinogenik pada manusia) (IARC, 2005).

