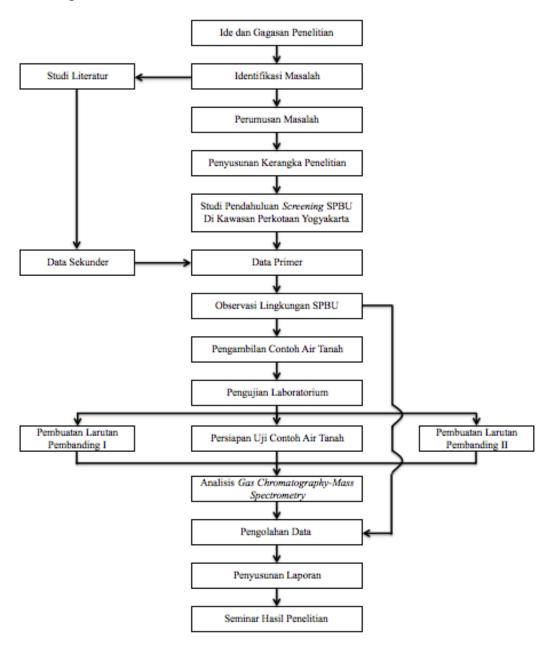
## BAB III METODE PENELITIAN

## 3.1 Tahapan Penelitian



Gambar 3.1 Diagram Alir Tahapan Penelitian

## 3.1.1 Ide dan Gagasan Penelitian

Masyarakat di Kawasan Perkotaan Yogyakarta masih banyak menggunakan air tanah sebagai pemenuh kebutuhan domestik. Namun seiring perkembangan pembangunan, kualitas air tanah semakin menurun.

#### 3.1.2 Identifikasi Masalah

Penurunan kualitas air tanah salah satunya disebabkan oleh pencemaran. Melihat jumlah Stasiun Pengisian Bahan Bakar Umum (SPBU) di Kawasan Perkotaan Yogyakarta yang terus bertambah, maka memperbesar kemungkinan tercemarnya air tanah oleh bahan bakar minyak. Banyak faktor yang mempengaruhi terjadinya pencemaran. Yang menjadi fokus penyebab terjadinya pencemaran didalam penelitian ini adalah dari kebocoran *underground storage tank* maupun jaringan perpipaan bahan bakar minyak di lingkungan SPBU.

#### 3.1.3 Studi Literatur

Studi literatur dilakukan untuk mempelajari dan mengumpulkan data yang berasal dari buku, jurnal, karya ilmiah, dan penelitian yang telah dilakukan sebelumnya yang terkait dengan analisa pencemaran bahan bakar hidrokarbon didalam air tanah. Selanjutnya digunakan sebagai dasar teori maupun juga sebagai data sekunder.

#### 3.1.4 Perumusan Masalah

Menyusun dan merumuskan berbagai permasalahan yang telah diidentifikasi, kemudian disesuaikan dengan dasar teori maupun penelitian-penelitian yang telah dilakukan sebelumnya. Sehingga dalam memecahkan permasalahan terkait penelitian yang akan dilakukan menjadi lebih jelas, spesifik, dan sistematis.

## 3.1.5 Penyusunan Kerangka Penelitian

Menyusun kerangka penelitian yang meliputi tahapan dan metode penelitian yang akan dilakukan.

# 3.1.6 Studi Pendahuluan *Screening* SPBU Di Kawasan Perkotaan Yogyakarta

Dilakukan penelitian awal terhadap 45 (empat puluh lima) SPBU yang ada di Kawasan Perkotaan Yogyakarta. Menggunakan metode kuisioner dan wawancara terhadap pengelola maupun pengawas SPBU tersebut. Kemudian didapat 4 (empat) SPBU yang memiliki potensi atau kemungkinan terbesar akibat kegiatan operasionalnya dapat mempengaruhi kualitas air tanah setempat. Selanjutnya dengan metode *Geographic Information System* (GIS), memetakan 4 (empat) lokasi SPBU tersebut yang di*overlay* dengan peta hidrologi dan peta geologi. Sehingga dapat diketahui arah pencemaran bahan bakar minyak apabila terjadi kebocoran didalam air tanah. Kemudian digunakan sebagai rekomendasi titik lokasi pengambilan contoh air tanah.

#### 3.1.7 Data Primer dan Sekunder

Data yang didapat dibedakan menjadi 2 (dua), yakni data primer dan data sekunder. Data primer didapatkan dari hasil penelitian dan observasi langsung yang dilakukan selama penelitian. Sedangkan data sekunder didapatkan dari studi literature, serta informasi-informasi yang didapatkan dari warga masyarakat sekitar SPBU. Data sekunder ini hanya digunakan sebai pendukung data primer.

## 3.1.8 Observasi Lingkungan SPBU

Melakukan pengamatan langsung di SPBU dan lingkungan sekitarnya untuk mencari titik lokasi pengambilan contoh air tanah, menyesuaikan dengan pemetaan arah pencemaran sebelumnya dengan keberadaan sumur yang ada di lapangan.

## 3.1.9 Pengambilan Contoh Air Tanah

Melakukan pengambilan contoh air tanah di titik lokasi pengambilan yang telah ditentukan sebelumnya. Metode pengambilan contoh air tanah mengacu pada Standar Nasional Indonesia (SNI) 6989.58:2008 tentang metoda pengambilan contoh air tanah.

## 3.1.10 Pengujian Laboratorium

Dalam pengujian laboratorium, dibagi menjadi 3 (tiga) tahap persiapan uji, yang nanti ketiga-tiganya dianalisis menggunakan metode *Gas Cromatography-Mass Spectrometry* (GC-MS). Tahapan tersebut diantaranya:

## • Pembuatan Larutan Pembanding I

Membuat perlakuan yang sama terhadap air sumur yang bebas kontaminasi, dengan seolah-olah terjadi pencemaran bahan bakar minyak dengan konsentrasi yang telah ditentukan. Dengan tujuan larutan ini setelah dianalisis menggunakan GC-MS dapat diketahui bagaimana kelarutanya didalam air tanah, yang digunakan sebagai pembanding keberadaan senyawa hidrokarbon didalam contoh air tanah yang sesungguhnya di lingkungan sekitar SPBU. Tahap ini meliputi pencampuran antara air tanah dengan produk bahan bakar minyak hingga tahap persiapan contoh uji untuk *inject* ke GC-MS.

## • Pembuatan Larutan Pembanding II

Membuat larutan standar dari produk murni bahan bakar minyak (*premium*, *pertalite*, dan *pertamax*) yang dilarutkan dalam pelarut (n-Hexane) dengan konsentrasi yang ditentukan. Digunakan untuk membuat kurva kalibrasi untuk mengukur berapa konsentrasi bahan bakar minyak yang terkandung dalam contoh air tanah di lingkungan SPBU.

## Persiapan Uji Contoh Air

Melakukan persiapan uji terhadap contoh air tanah yang diambil di lingkungan SPBU hingga siap untuk *inject* pada GC-MS.

Kemudian dilakukan analisis menggunakan *Gas Chromatography-Mass Spectrometry* untuk mengetahui senyawa hidrokarbon yang terkandung dalam masing-masing contoh uji maupun larutan pembanding tersebut.

## 3.1.11 Pengolahan Data

Melakukan pengolahan data-data yang didapat dari hasil observasi lingkungan SPBU serta hasil analisis laboratorium terhadap contoh air tanah. Dengan membandingkan hasil uji antara contoh uji pembanding, serta contoh air tanah, kemudian didapatkan hasil apakah terjadi pencemaran oleh bahan bakar minyak pada air tanah setempat dan jenis bahan bakar apa yang mencemarinya.

## 3.1.12 Penyusunan Laporan

Menyusun hasil penelitian yang telah dilakukan berupa dokumen laporan yang berisi pendahuluan, tinjauan pustaka, metode penelitian, hasil dan pembahasan, serta kesimpulan dan saran.

#### 3.1.13 Seminar Hasil Penelitian

Mengadakan forum ilmiah untuk mempresentasikan hasil penelitian tugas akhir dihadapan dosen penguji dan mahasiswa. Serta melakukan diskusi tanya jawab terkait penelitian yang telah dilakukan.

#### 3.2 Lokasi Penelitian

Penelitian dilakukan di 4 (empat) lokasi Stasiun Pengisian Bahan Bakar Umum (SPBU) di Kabupaten Sleman dan Kotamadya Yogyakarta, pemilihan lokasi penelitian didasarkan pada penelitian yang telah dilakukan sebelumnya mengenai *screening* potensi pencemaran hidrokarbon pada SPBU di Kawasan Perkotaan Yogyakarta (KPY), yang meliputi Kotamadya Yogyakarta dan beberapa Kecamatan di Kabupaten Sleman dan Bantul. Untuk menjaga nama baik pihak SPBU terkait, maka dalam penelitian ini digunakan inisial untuk beberapa SPBU tersebut, diantaranya:

- a. SPBU I, dengan lokasi titik koordinat 110°24'23.76"T 7°47'00.87"S
- b. SPBU II, dengan lokasi titik koordinat 110°22'09.20"T 7°45'36.52"S
- c. SPBU III, dengan lokasi titik koordinat 110°23'08.83"T 7°48'06.51"S
- d. SPBU IV, dengan lokasi titik koordinat 110°25'52.29"T 7°42'18.34"S

## 3.3 Subjek dan Objek Penelitian

## 3.3.1 Subjek Penelitian

Subjek penelitian dalam tugas akhir ini adalah air tanah dangkal di lingkungan stasiun pengisian bahan bakar umum (SPBU). Diambil dari 1 (satu) sumur yang ada di SPBU tersebut, serta 2 (dua) sumur warga di sekitarnya. Penentuan lokasi sumur berdasarkan arah aliran air tanah secara umum pada lokasi penelitian.

## 3.3.2 Objek Penelitian

Objek penelitian dalam tugas akhir ini adalah senyawa hidrokarbon yang berasal dari produk bahan bakar minyak bensin (premium, pertalite, dan pertamax) yang mungkin terdapat pada air tanah di sekitar stasiun pengisian bahan bakar umum (SPBU).

## 3.4 Variabel Penelitian

#### 3.4.1 Variabel Bebas

Variabel bebas dalam penelitian ini meliputi:

- Titik lokasi pengambilan contoh air tanah.
- Cuaca pada saat pengambilan contoh air tanah.
- Metode pengambilan contoh air tanah hingga penyimpanan.
- Kondisi geologi dan geohidrologi pada lokasi penelitian.
- Metode pengujian pada laboratorium.

### 3.4.2 Variabel Terikat

Variabel terikat dalam penelitian ini adalah keberadaan dan besaran konsentrasi senyawa hidrokarbon didalam contoh air tanah pada lokasi penelitian. Khususnya senyawa hidrokarbon yang berasal dari produk bahan bakar minyak.

## 3.5 Pengembangan Metode Penelitian

Diperlukan metode yang tepat untuk dapat menganalisis keberadaan pencemar senyawa hidrokarbon khususnya yang berasal dari bahan bakar minyak didalam suatu contoh air tanah. Untuk mendapatkan metode analisis yang tepat dilakuakan trial and error pada setiap tahapan penelitian. Pengembangan metode yang dilakukan adalah dengan melakukan analisis senyawa hidrokarbon pada contoh air tanah dengan membandingkan pada suatu larutan pembanding. Larutan pembanding yang dibuat memiliki perlakuan yang sama seperti air tanah yang terkontaminasi masing-masing produk bahan bakar minyak Membandingkan dengan cara melihat hasil analisis GC/MS antara contoh air tanah dengan larutan pembanding. Dari hasil perbandingan tersebut maka dapat dilihat keberadaan senyawa hidrokarbon yang muncul berasal dari premium, pertalite, maupun pertamax. Dengan demikian, secara kualitatif dapat dilihat apakah terdapat senyawa hidrokarbon yang berasal dari produk bahan bakar minyak bensin pada contoh air tanah di lokasi penelitian.

## 3.6 Metode Pengumpulan Data

#### 3.6.1 Observasi Lingkungan SPBU

Untuk mendapatkan data mengenai lingkungan SPBU dan sekitarnya, dilakukan observasi di masing-masing 4 (empat) SPBU yang dijadikan lokasi penelitian. Observasi dilakukan menjadi 2 tahap, yakni dengan melakukan wawancara dengan pihak-pihak terkait seperti pengelola SPBU dan warga masyarakat sekitar, kemudian melakukan pengamatan langsung terhadap lingkungan sekitar SPBU untuk mendapatkan data dan lokasi yang tepat melakukan pengambilan contoh air tanah. Pada Gambar 3.2 adalah dokumentasi penelitian yang menunjukan wawancara yang dilakukan pada masyarakat sekitar dan pengelola SPBU guna mendapatkan data yang diperlukan terkait penelitian.

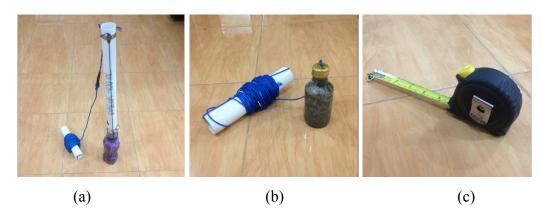


Gambar 3.2 Wawancara Masyarakat Sekitar SPBU dan Pengelola SPBU (Sumber: Dokumentasi Penelitian)

## 3.6.2 Pengambilan Contoh Air Tanah

Pengambilan contoh air tanah dilakukan pada sumur air di masing-masing lingkungan SPBU yang dijadikan lokasi penelitian. Penentuan jumlah lokasi pengambilan atau titik sampling didasarkan dari data yang diperoleh ketika melakukan observasi lingkungan SPBU. Pengambilan contoh air tanah mengacu pada SNI 6989.58:2008 tentang Metoda Pengambilan Contoh Air Tanah. Berikut adalah langkah-langkah pengambilan contoh air tanah:

- a) Tentukan lokasi pengambilan air tanah sesuai dengan arah aliran air tanah di sekitar SPBU.
- b) Ukur kedalaman sumur dengan menjatuhkan alat pengukur kedalaman kemudian ukur panjang tali yang masuk kedalam sumur.
- c) Ukur tinggi muka air tanah dari permukaan tanah dengan menggunakan meteran.
- d) Ukur dimensi sumur seperti tinggi mulut sumur dan diameter sumur.
- e) Catat hasil pengukuran pada lembar data lapangan.
- f) Persiapkan wadah penyimpanan contoh air tanah yang dilakukan pembersihan dan pembilasan dengan air tanah setempat.
- g) Masukan bailer kedalam sumur hingga kedalaman dasar kemudian angkat hingga seluruh lapisan air tanah pada sumur terwakili.
- h) Masukan kedalam wadah penyimpanan dan pastikan tidak terjadi gelembung didalamnya.
- i) Tutup rapat dan masukan pada tempat penyimpanan  $\pm 4^{\circ}$ C dalam ice box.



Gambar 3.3 Alat-Alat Pengambilan Contoh Air Tanah

(a) Bailler Modifikasi; (b) Pengukur Kedalaman Sumur; (c) Meteran

(Sumber: Dokumentasi Penelitian)

## 3.6.3 Pengujian Laboratorium

## 3.6.3.1 Pembuatan Larutan Pembanding I dan Larutan Pembanding II

Sebagai larutan pembanding terhadap hasil uji contoh air tanah, terdapat 2 larutan pembanding yang memiliki fungsi masing-masing. Larutan pembanding I adalah sebagai larutan yang diperlakukan seperti air tanah yang terkontaminasi bahan bakar minyak bensin sebesar 5%. Kemudian larutan pembanding II merupakan larutan bahan bakar minyak dalam konsntrasi 0,5%. Nanti hasil analisis keduanya akan dibandingkan untuk mendapatkan senyawa-senyawa yang nantinya dipergunakan untuk pembanding dengan hasil uji contoh air tanah.

Pembuatan larutan pembanding I meliputi tahap pembuatan larutan dan persiapan uji hingga siap untuk dianalisis menggunakan GC/MS. Berikut adalah tahapan pembuatan larutan pembanding I:

- a) Mengammbil 300 mL air sumur yang bebas kontaminasi.
- b) Untuk mendapatkan larutan pembanding I dengan konsentrasi sebesar 5%, larutkan 5 mL masing-masing produk bahan bakar minyak bensin (premium, pertalite, dan pertamax) kedalam 95 mL air tanah.
- c) Menghomogenkan selama ±2 jam untuk melarutkan beberapa senyawa hidrokarbon kedalam air tanah.

- d) Melakukan ekstraksi dengan menggunakan pelarut *n-Hexane* sebanyak 50 mL dalam corong pisah. Ekstraksi dilakukan dalam dua tahap (Fátima M. and partners, 2001).
- e) Melakukan *clean up* ekstrak tahap pertama dengan melewatkan ekstrak melalui kolom kaca yang telah terisi media penyaring, yang meliputi Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> sebanyak 0,5 gram, silica gel yang telah dihaluskan dan dilakukan pengeringan dalam oven 105<sup>0</sup>C sebanyak 1 gram, silica gel butir sebanyak 15 gram, dan untuk penyangga digunakan glass wool.
- f) Melakukan *clean up* ekstrak tahap kedua dengan melewatkan ekstrak melelui kolom kaca yang telah terisi media penyaring berupa Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> sebanyak 0,5 gram, florisil sebanyak 1,5 gram, dan untuk penyangga digunakan glass wool (David F. and Partners, 2011).
- g) Kemudian masing-masing ekstrak dilakukan pemekatan sebesar 5 (lima) kali dengan menggunakan alat rotary evaporator dengan suhu didih air 69°C dan putaran 30 rpm. Sehingga volume masing-masing ekstrak menjadi 10 mL.
- h) Menyimpan ekstrak dalam botol vial yang tertutup rapat dalam suhu  $\pm 4^{\circ}$ C.
- i) Kemudian masing-masing ekstrak larutan pembanding I siap dianalisis dalam GC/MS.

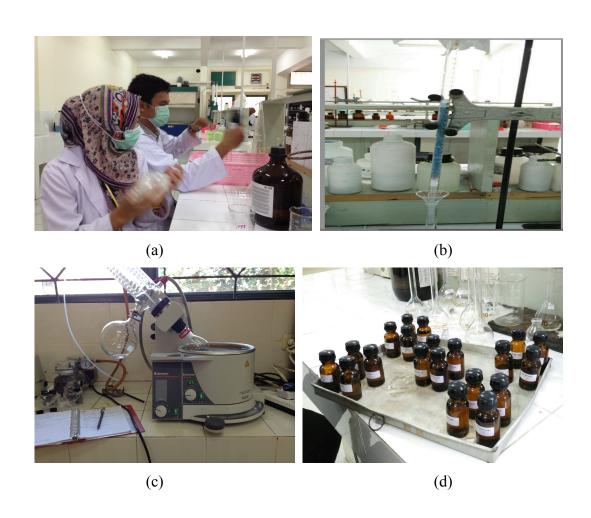
Kemudian pembuatan larutan pembanding II dengan melarutkan masingmasing produk bahan bakar minyak bensin kedalam pelarut *n-Hexane* dengan konsentrasi 0,5%. Berikut adalah langkah-langkah pembuatan larutan pembanding II:

- a) Melarutkan 0,05 mL masing-masing produk bahan bakar minyak bensin (premium, pertalite, dan pertamax) dalam 10 mL pelarut *n-Hexane*.
- b) Menghomogenkan selama  $\pm 10$  menit hingga terlarut.
- c) Menyimpan larutan pembanding II pada botol vial yang tertutup rapat dalam suhu  $\pm 4^{\circ}$ C.
- d) Kemudian masing-masing larutan pembanding II siap dianalsisis dalam GC/MS.

## 3.6.3.2 Persiapan Uji Contoh Air Tanah

Air tanah yang telah diambil dari masing-masing lokasi pengambilan, kemudian dilakukan persiapan uji untuk selanjutnya dianalisis dalam GC/MS. Langkah-langkah persiapan uji contoh air tanah adalah sebagai berikut:

- a) Mengambil 600 mL contoh air tanah dari masing-masing lokasi pengambilan contoh air tanah (Thomas D. and Delfino J., 1991).
- b) Melakukan ekstraksi dengan menggunakan corong pisah dalam pelarut *n-Hexane* sebanyak 60 mL. Ekstraksi dilakukan dalam 3 tahap (Fátima M. and partners, 2001).
- c) Melakukan *clean up* dengan melewatkan ekstrak contoh air tanah melelui kolom kaca yang telah terisi media penyaring berupa Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> sebanyak 0,5 gram, florisil sebanyak 1,5 gram, dan untuk penyangga digunakan glass wool (David F. and Partners, 2011).
- d) Kemudian masing-masing ekstrak dilakukan pemekatan sebesar 6 (enam) kali dengan menggunakan alat rotary evaporator dengan suhu didih air 69<sup>0</sup>C dan putaran 30 rpm. Sehingga volume masing-masing ekstrak contoh air tanah menjadi 10 mL.
- e) Menyimpan ekstrak dalam botol vial yang tertutup rapat dalam suhu  $\pm 4^{\circ}$ C.
- f) Kemudian masing-masing ekstrak contoh air tanah pada masing-masing lokasi pengambilan siap dianalisis dalam GC/MS.



Gambar 3.4 Persiapan Uji Contoh Air Tanah

(a) Liquid-Liquid Extraction; (b) Clean-up; (c) Pemekatan Ekstrak;

(d) Penyimpanan

(Sumber: Dokumentasi Penelitian)

## 3.6.3.3 Pengujian Gas Chromatography Mass Spectrometry (GC/MS)

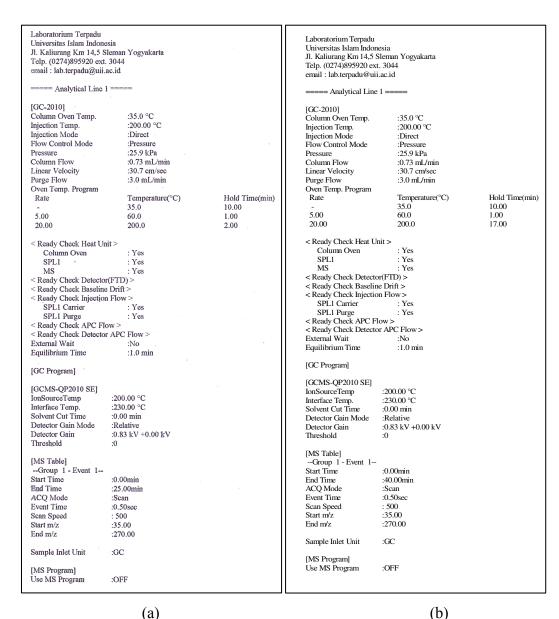
Setelah melakukan persiapan uji untuk masing-masing produk bahan bakar minyak bensin (premium, pertalite dan pertamax) dalam larutan pembanding I dan II, kemudian dilakukan analisis menggunakan GC/MS untuk mengetahui senyawa-senyawa hidrokarbon apa saja yang terdapat didalamnya. Demikian juga pada contoh air tanah yang telah dilakukan persiapan uji, selanjutnya dianalisis

menggunakan alat GC/MS. GC/MS yang digunakan adalah Shimadzu GCMS-QP2010 SE dengan kolom yang digunakan adalah Rtx-5MS. Dengan Helium digunakan sebagai gas pembawa.



Gambar 3.5 Alat Gas Chromatography Mass Spectrometry (GC/MS) (Sumber: Dokumentasi Penelitian)

Untuk kondisi pengukuran dan optimasi alat, diatur dengan mengadaptasi dari penelitian-penelitian yang telah dilakukan untuk menganalisis senyawa hidrokarbon. Karena penelitian ini masih dalam tahap pengembangan metode, sehinngga untuk mendapatkan memperoleh hasil analisis GC/MS yang terbaik maka masih *trial and error* dalam menentukan kondisi pengukuranya.



Gambar 3.6 Kondisi Pengukuran dan Optimasi Alat GC/MS

(a) Kondisi I; (b) Kondisi II

(Sumber: Dokumentasi Penelitian)

Gambar 3.6 menunjukan kondisi pengukuran dan optimasi alat yang digunakan pada saat analisis. Kondisi pengukuran I digunakan untuk menganalisis larutan pembanding I. kondisi ini mampu menunjukan hasil analisis senyawa hidrokarbon dengan baik. Namun memiliki waktu retensi yang terlalu pendek yakni hanya hingga menit ke 25. Diprediksikan bahwa masih terdapat senyawa

hidrokarbon pada waktu retensi selanjutnya, maka pengaturan kondisi pengukuran dan optimasi alat GC/MS dirubah menjadi kondisi pengukuran II. Kondisi pengukuran II hanya memiliki perbedaan waktu retensi yang lebih lama, yakni hingga menit ke 40.

## 3.7 Metode Pengolahan Data

Metode yang digunakan untuk mengolah data hasil analisis GC/MS adalah dengan membandingkan senyawa-senyawa yang sama dalam larutan pembanding I dan larutan Pembanding II. Kemudian senyawa-senyawa yang sama dalam kedua larutan pembanding ini dibandingkan kembali dengan senyawa-senyawa yang muncul pada hasil analisis GC/MS di contoh uji air tanah. Untuk melihat kesamaan senyawa tersebut adalah dengan melihat waktu retensi (r<sub>t</sub>) yang sama. Kemudian apabila ditemukan senyawa yang sama antara hasil uji contoh air tanah dengan senyawa yang terdapat pada larutan pembanding, maka dapat dikatakan bahwa senyawa yang muncul pada contoh air tanah berasal dari jenis produk bahan bakar tersebut.