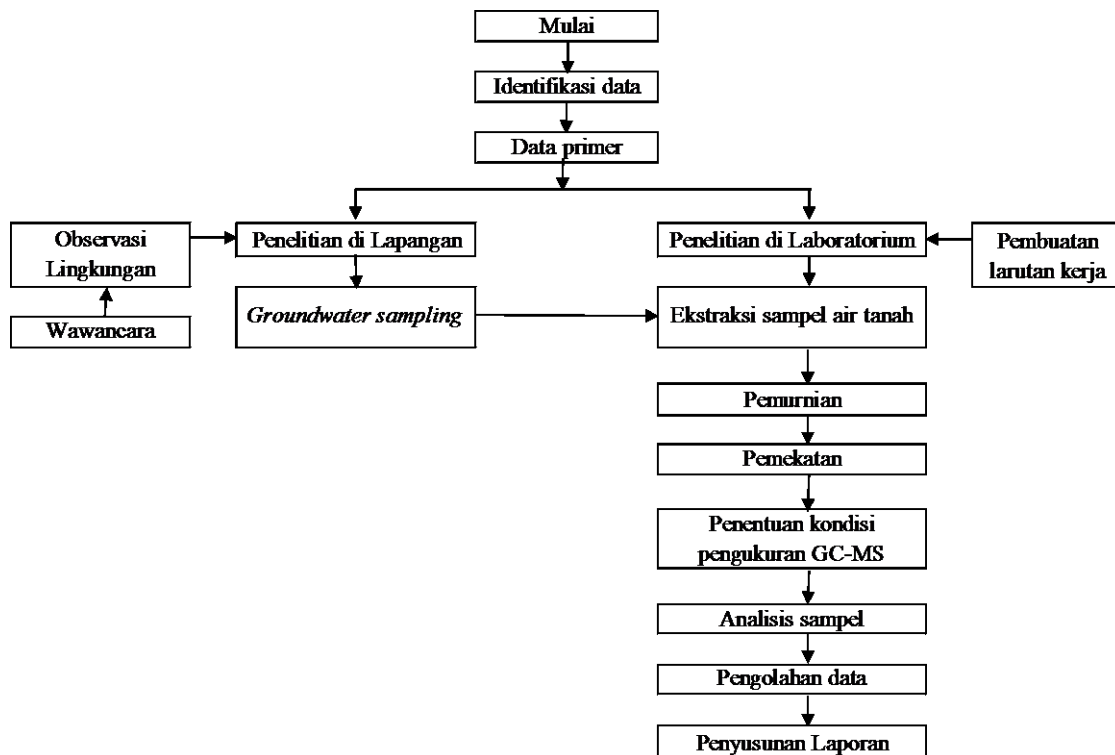


BAB III METODE PENELITIAN

3.1. Alur Penelitian



Gambar 3.1. Alur Penelitian

Gambar 3.1. menggambarkan alur penelitian tugas akhir ini, diawali dengan metode studi yaitu wawancara berupa kuisisioner untuk mengetahui lokasi mana yang memenuhi kriteria pengambilan sampel airtanah (*Groundwater sampling*). Wawancara dilakukan ke seluruh SPBU di Kawasan Perkotaan Yogyakarta (KPY). Pada sesi wawancara, terdapat beberapa pertanyaan yang diajukan kepada pengawas atau pengelola SPBU, seperti frekuensi pengelolaan dan pemantauan lingkungan,

tahun berdirinya SPBU, jenis *Underground Storage Tank* (UST) di SPBU, jenis sumur kebutuhan domestik, umur dari sumur SPBU, kedalaman tangki dan sumur, fasilitas yang terdapat di SPBU, ada atau tidaknya riwayat kebocoran tangki penyimpanan atau pipa distribusi, dan sebagainya.

Ketika wawancara telah selesai dilakukan di seluruh SPBU KPY, langkah selanjutnya yaitu memilih lokasi mana saja yang memenuhi kriteria untuk dilakukan penelitian dengan cara *screening* yaitu memberi nilai pada setiap hasil pertanyaan wawancara lalu menjumlahkan setiap nilai tersebut hingga didapatkan *skor* terendah dan tertinggi untuk masing-masing SPBU dan 5 *skor* terendah yang menjadi lokasi penelitian. Selanjutnya pengambilan sampel airtanah dilaksanakan di lokasi penelitian tersebut, dengan memilih titik *sampling* berdasarkan arah aliran airtanah. Persiapan dan teknis *sampling* disesuaikan dengan SNI 6989.58:2008 tentang Metode Pengambilan Contoh Airtanah.

Pembuatan larutan kerja dilakukan terlebih dahulu untuk membuatnya sebagai larutan pembanding. Larutan pembanding yang dimaksud merupakan larutan penentu sumber pencemar dari sampel airtanah yang akan diuji. Sampel airtanah dari masing-masing lokasi penelitian segera dibawa ke laboratorium untuk dilakukan preparasi, karena kandungan parameter yang akan di teliti mudah menguap. Preparasi pertama yaitu ekstraksi sampel airtanah, dengan tujuan untuk memisahkan pelarut dengan air dimana pelarut yang digunakan adalah heksana. Heksana merupakan pelarut yang paling ringan dalam mengangkat minyak yang terkandung dalam biji-bijian dan mudah menguap sehingga memudahkan untuk *refluk*. Pelarut ini memiliki titik didih antara 65-70°C (Susanti *et al*, 2012).

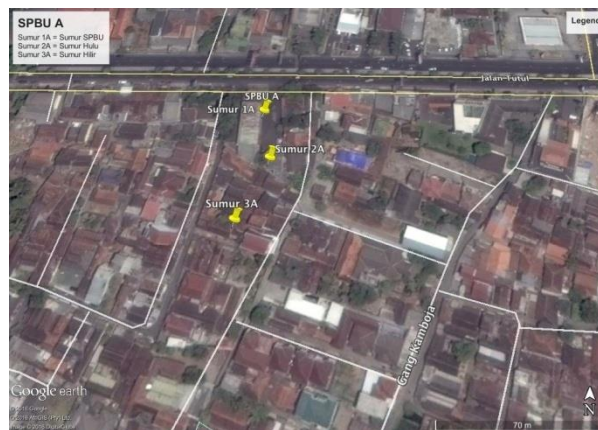
Pelarut yang sudah dipisahkan berikutnya akan di murnikan (*clean up*) oleh kolom kaca berisi media filter glasswool, florisol, dan sodium sulfat. Tujuan dari *clean up* yaitu untuk menghilangkan matrik-matrik pengganggu sehingga ketika di *inject* ke GC-MS, *peak* yang terdeteksi hanya berupa senyawa hidrokarbon saja. Setelah seluruh sampel di *clean up*, sampel akan di pekatkan oleh alat *rotary evaporator* dan siap untuk di-*inject* oleh GC-MS. Hasil yang diperoleh akan

menunjukkan ada atau tidaknya senyawa pencemar hidrokarbon yang terkandung dalam BBM Diesel di dalam airtanah secara kualitatif.

3.2. Daerah Penelitian

Daerah penelitian terbagi menjadi 4 (empat) lokasi, diantaranya daerah sekitar Kecamatan Sleman dan Kota Yogyakarta yang terletak pada :

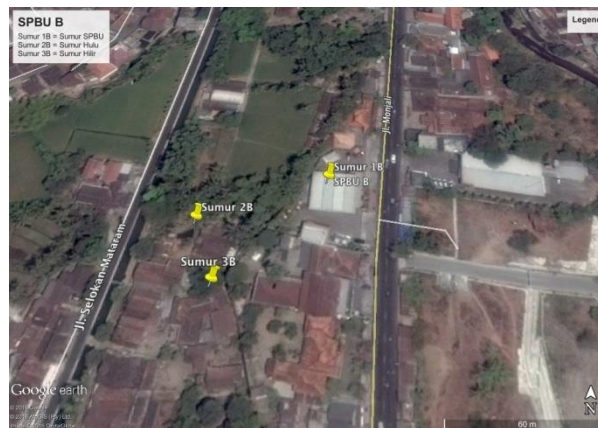
1. SPBU A ; koordinat $110^{\circ}24'23.76''T$ $7^{\circ}47'00.87''S$.



Gambar 3.2. Lokasi penelitian SPBU A

Sumber : *Google Earth*.

2. SPBU B ; koordinat $110^{\circ}22'09.20''T$ $7^{\circ}45'36.52''S$.



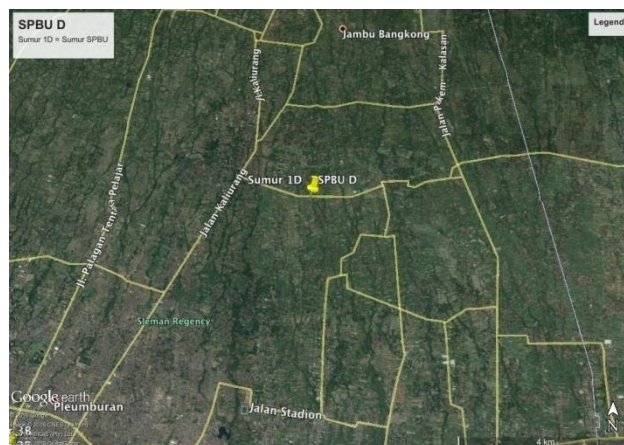
Gambar 3.3. Lokasi penelitian SPBU B

3. SPBU C ; koordinat $110^{\circ}23'07.70''\text{T}$ $7^{\circ}48'05.72''\text{S}$.



Gambar 3.4. Lokasi penelitian SPBU C

4. SPBU D ; koordinat $110^{\circ}25'52.29''\text{T}$ $7^{\circ}42'18.34''\text{S}$.



Gambar 3.5. Lokasi penelitian SPBU D

3.3. Variabel Penelitian

3.3.1. Variabel Bebas

Variabel bebas merupakan variabel yang mempengaruhi atau yang menjadi sebab perubahan atau timbulnya variabel terikat (Sugiyono, 2009). Pada penelitian ini, variabel bebasnya yaitu lokasi SPBU, jarak titik *sampling*, cuaca, kedalaman sumur, dan jenis tanah.

3.3.2. Variabel Terikat

Variabel terikat merupakan variabel yang dipengaruhi atau yang menjadi akibat karena adanya variabel bebas. Pada penelitian ini, variabel terikatnya yaitu konsentrasi senyawa hidrokarbon dari BBM Diesel.

3.4. Metode Pengambilan Sampel Airtanah

3.4.1. Peralatan di Lapangan

- Alat-alat yang digunakan untuk pengambilan sampel airtanah yaitu :
 - a. *Global Positioning System* (GPS)
 - b. Meteran (ketelitian 1 cm dan panjang maksimal 10 m)
 - c. Botol sampel
 - d. Formulir isian survei lapangan
 - e. Alat tulis
 - f. Kamera
 - g. *Bailer* Modifikasi
 - h. Corong

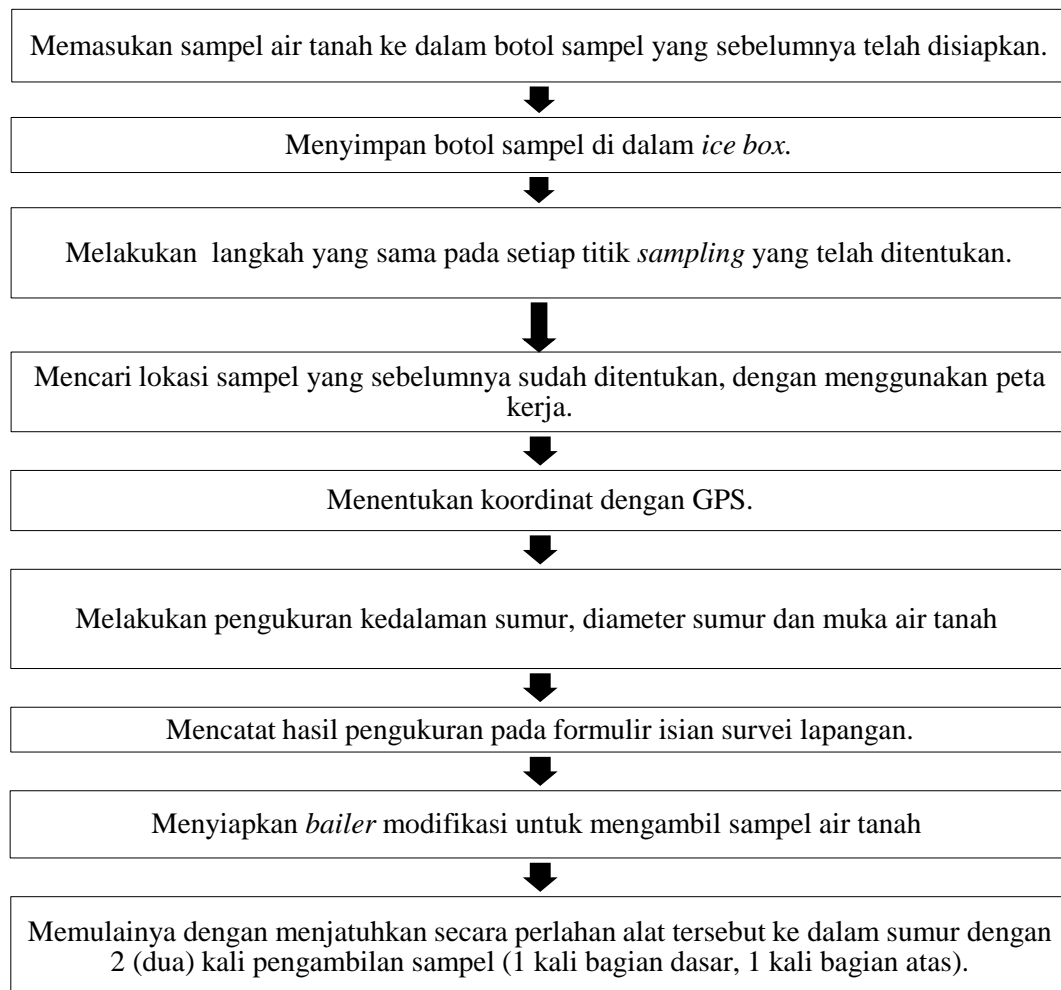
3.4.2. Titik Pengambilan Sampel

Metode pengambilan sampel menggunakan metode *systematic random sampling*. Sampel air sumur keperluan air bersih SPBU dan sumur penduduk pada berbagai jarak tertentu secara sistematis dari pusat lokasi SPBU yaitu jarak : ± 150 meter. Dengan dibatasi jarak tersebut, titik sampel dipilih secara random atau acak pada batasan jangkauan. Jumlah titik sampel yang diambil yaitu 3 titik (satu sumur SPBU, satu sumur warga hulu, dan satu sumur warga hilir), kecuali untuk SPBU D jumlah titik sampel yang diambil hanya 1 titik (satu sumur SPBU) karena daerah sekitar SPBU tersebut tidak termasuk pemukiman padat penduduk. Sehingga total sampel airtanah yang diambil berjumlah 10 (sepuluh) sampel. Pemilihan jumlah dan lokasi titik *sampling* dianggap mewakili keseluruhan potensi pencemaran airtanah.

Pengambilan sampel airtanah dilakukan dengan alat *bailer* modifikasi dimana alat tersebut dibuat dari pipa pralon yang sudah diukur sedemikian rupa agar volume airtanah sesuai dengan yang diinginkan, lalu diberi pemberat pada bagian bawah pipa dan diikatkan secara simpul sehingga menyerupai alat *sampling* airtanah yaitu *bailer*. Selanjutnya teknis pengambilannya yaitu mencampurkan pada setiap bagian dari air sumur (dasar dan atas) karena dianggap di setiap bagiannya dapat mewakili potensi pencemaran airtanah. Berikutnya, sampel airtanah akan dimasukkan ke dalam botol kaca berukuran 1000 ml atau 1 liter, dimana setiap botol akan dilapisi oleh plastik berwarna gelap sehingga cahaya matahari tidak dapat memaparkan sinarnya ke dalam botol tersebut.

3.4.3. Cara Pengukuran Sampel di Lapangan

Cara pengukuran sampel di lapangan yaitu berupa penentuan titik *sampling*, pengukuran keadaan fisik sumur (titik *sampling*) serta pengambilan sampel airtanah. Pengambilan sampel airtanah dilakukan berdasarkan ketentuan SNI 6989.58:2008 tentang Metode Pengambilan Contoh Airtanah. Berikut Gambar 3.6. tahapan pengukuran sampel di lapangan dan Gambar 3.7. dokumentasi di lapangan :



Gambar 3.6. Diagram Alir Pengukuran Sampel di Lapangan

Sumber : Penelitian di Lapangan



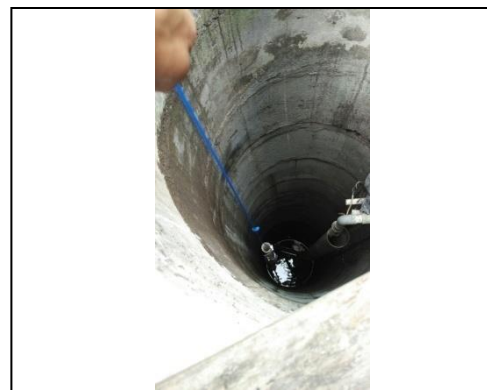
a.



b.



c.



d.

Gambar 3.7. Alat dan Kegiatan di Lapangan (*a. Bailer Modifikasi; b. Global Positioning System; c. Botol Sampel; d. Kegiatan Sampling*)

Sumber : Dokumentasi di Lapangan

3.5. Metode Pengukuran Sampel di Laboratorium

3.5.1. Peralatan di Laboratorium

- Alat dan bahan yang digunakan untuk persiapan pengukuran sampel di laboratorium :

Alat

- Beaker Glass* 1000 ml
- Beaker Glass* 250 ml
- Labu Ukur 100 ml
- Labu Ukur 10 ml
- Gelas Ukur 100 ml
- Pipet Ukur 5 ml
- Corong kaca
- Corong Pisah 250 ml
- Statif
- Vial*
- Kolom Kaca
- Krustang

Bahan

- Air Sumur
- Bahan Bakar Diesel
- n-Heksan
- Silica Gel*
- Sodium Sulphate*
- Glass Wool*
- Florisil*
- Sampel Airtanah
- Aquades



a.



b.



c.

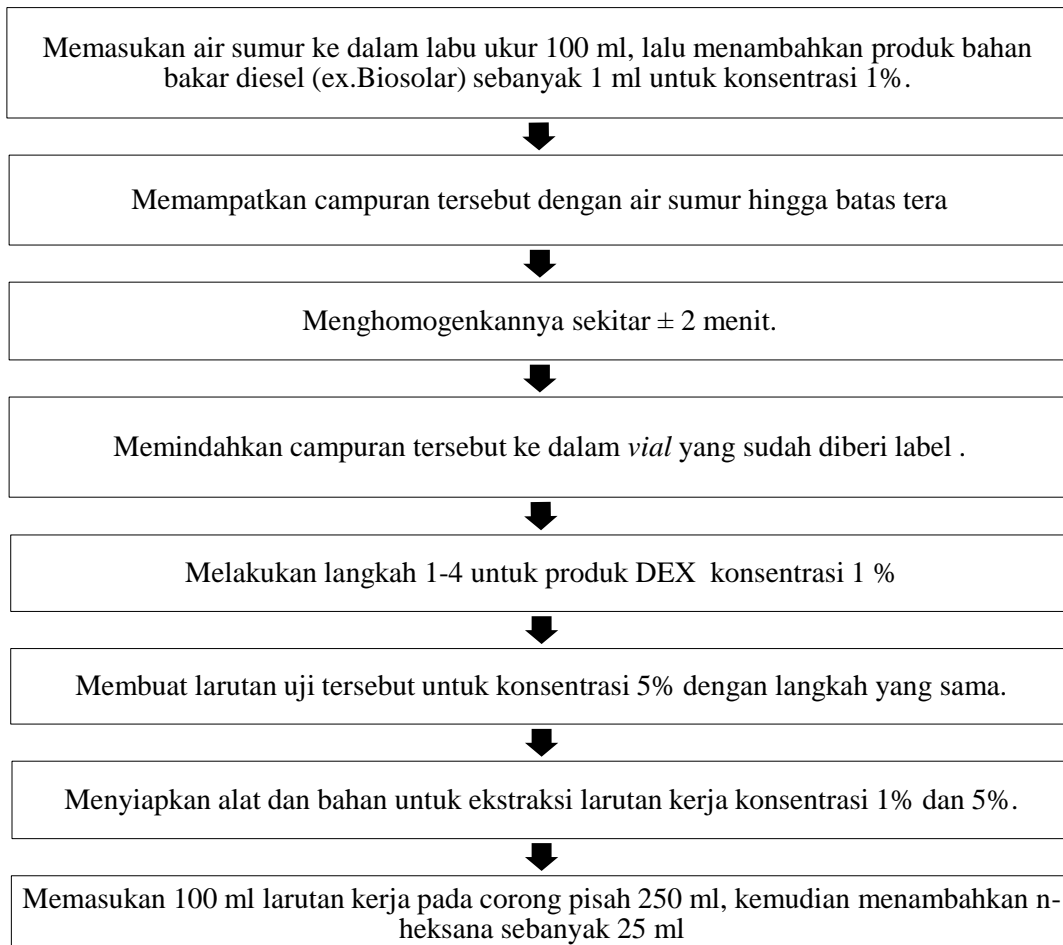
Gambar 3.8. Alat dan Bahan di Laboratorium (*a. Vial; b. Bahan Bakar Diesel; c. Glass Wool*)

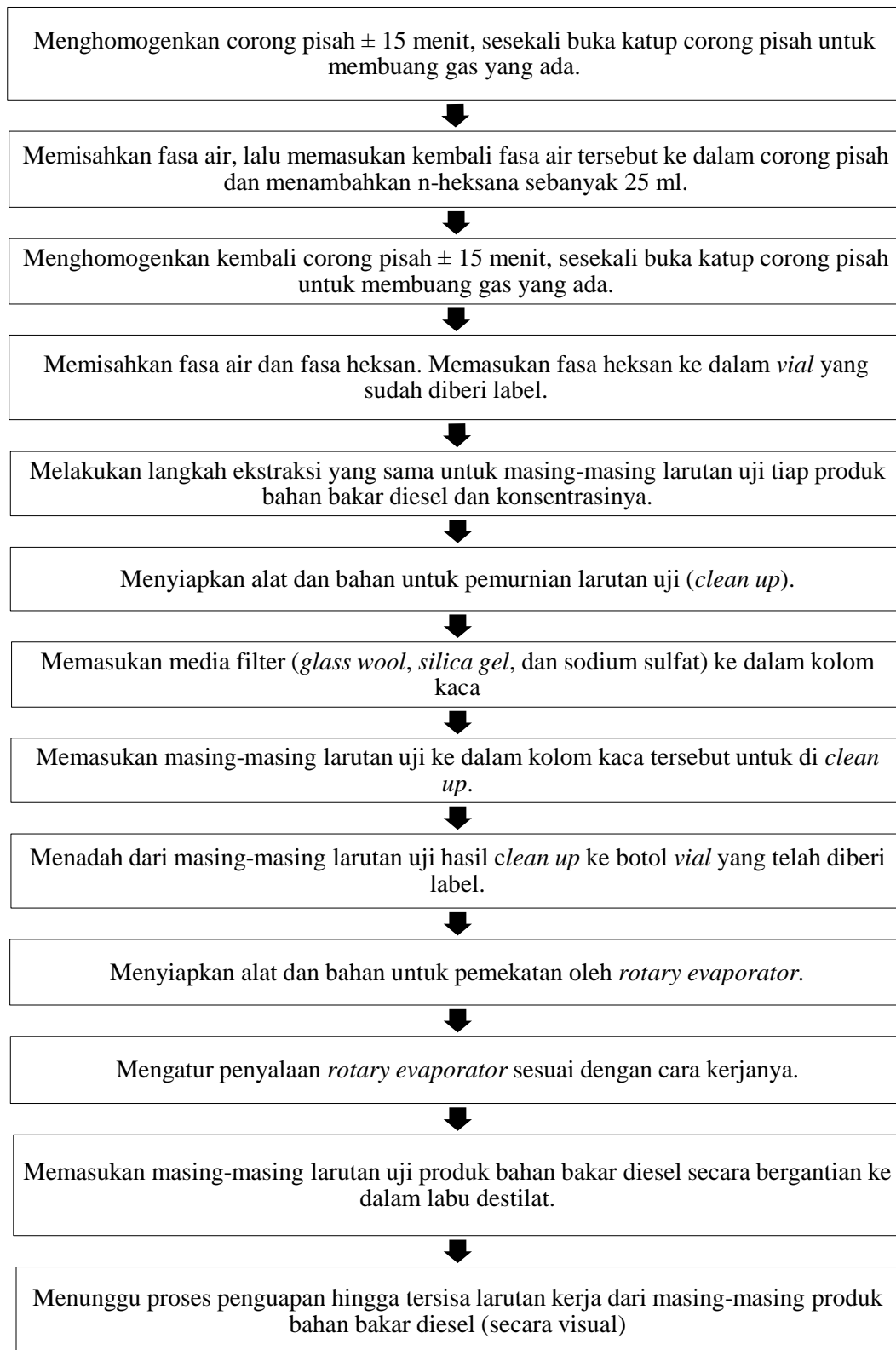
Sumber : Dokumentasi di Laboratorium

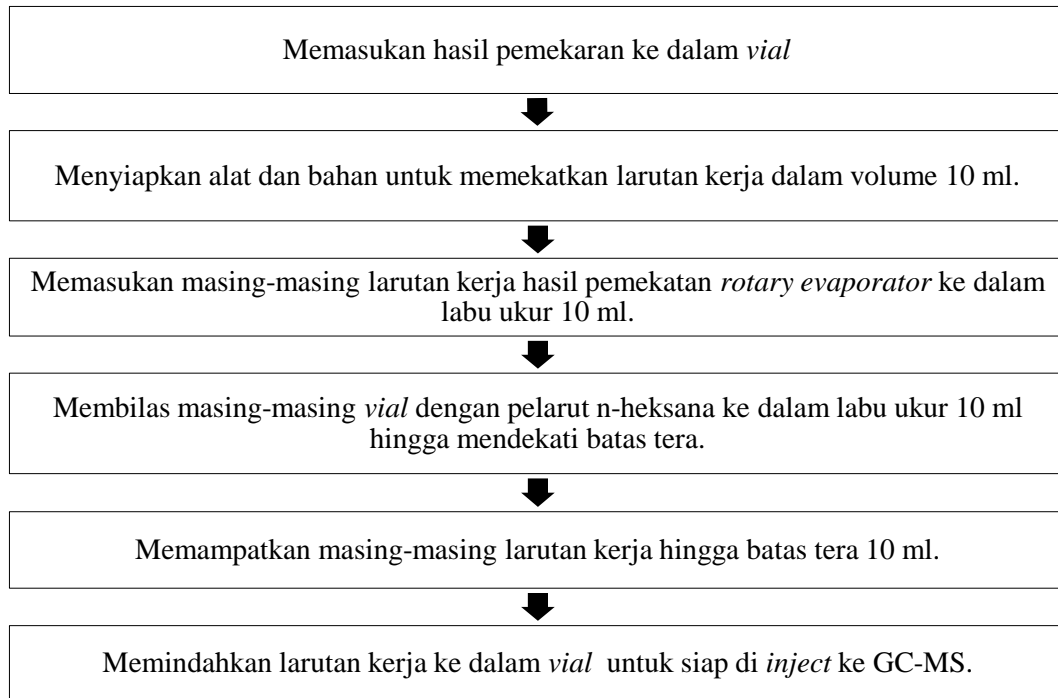
3.5.2. Cara Persiapan Sampel di Laboratorium

A. Pembuatan larutan kerja BBM Diesel konsentrasi 1% dan 5%

Pembuatan larutan kerja pada setiap produk Bahan Bakar Diesel dalam matrik airtanah dengan masing-masing konsentrasi 1 % dan 5 %.







Gambar 3.9. Diagram Alir Pembuatan Larutan Kerja

Sumber : Penelitian di Laboratorium

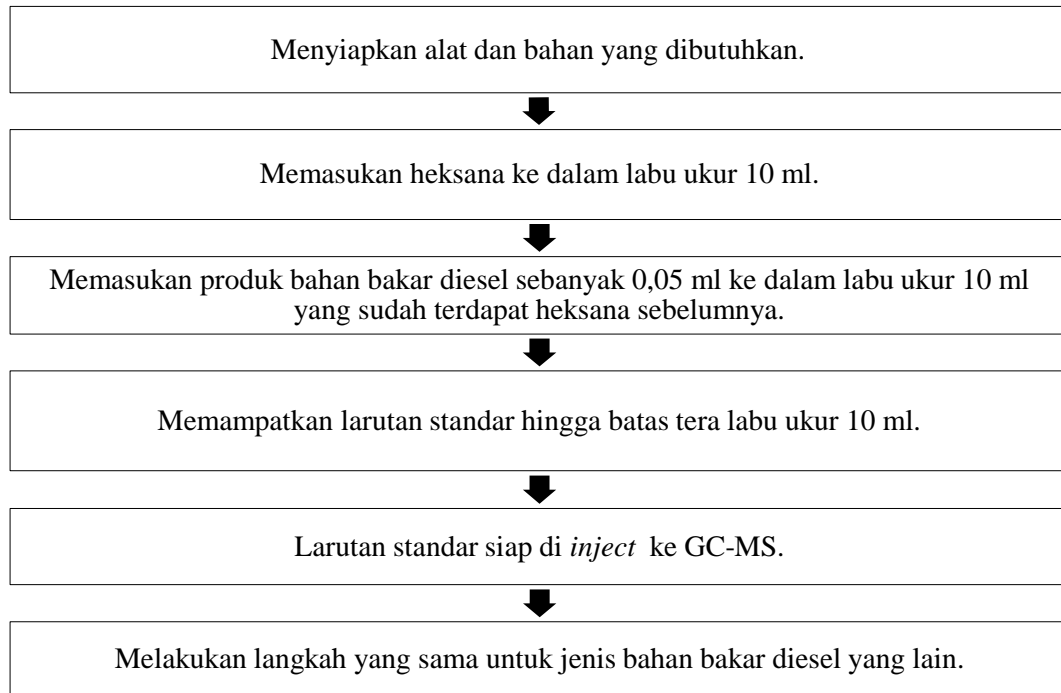


Gambar 3.10. Larutan Kerja Produk BBM

Sumber : Dokumentasi di Laboratorium

B. Pembuatan larutan kerja BBM Diesel konsentrasi 0.5%

Pembuatan larutan kerja pada setiap produk Bahan Bakar Diesel dalam 10 ml matrik heksana dengan konsentrasi 0,5% .



Gambar 3.11. Larutan kerja konsentrasi 0.5%

Sumber : Penelitian di Laboratorium

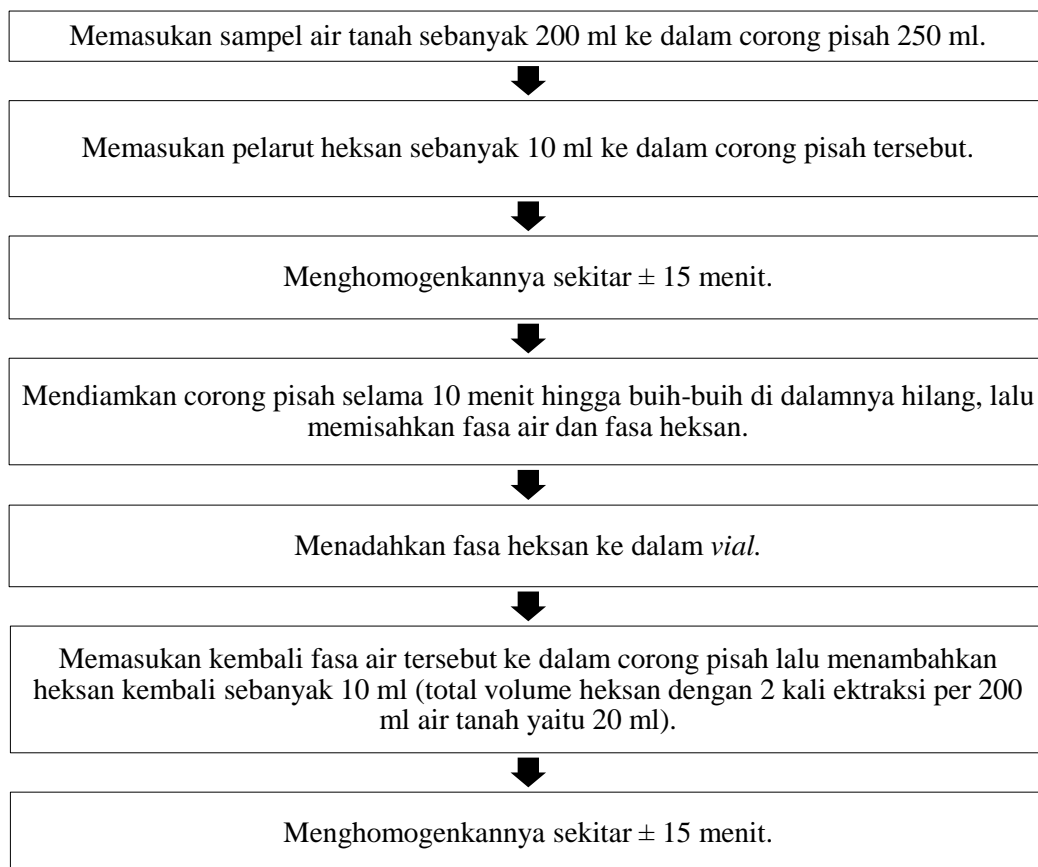


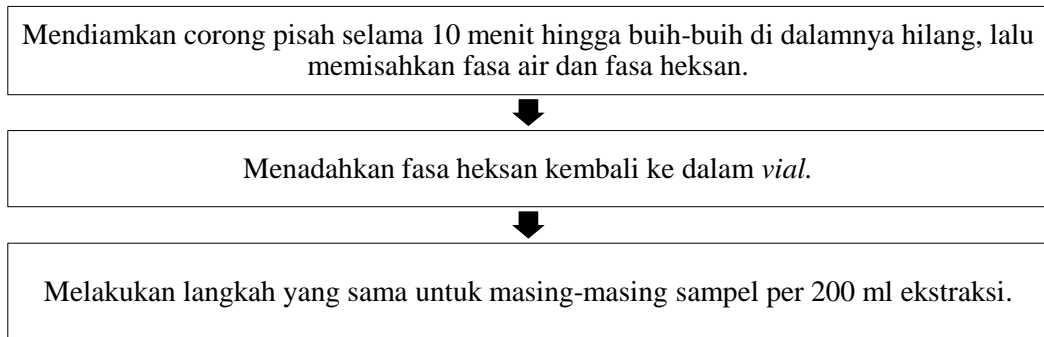
Gambar 3.12. Larutan Standar Konsentrasi 0,5%

Sumber : Dokumentasi di Laboratorium

C. Ekstraksi sampel airtanah

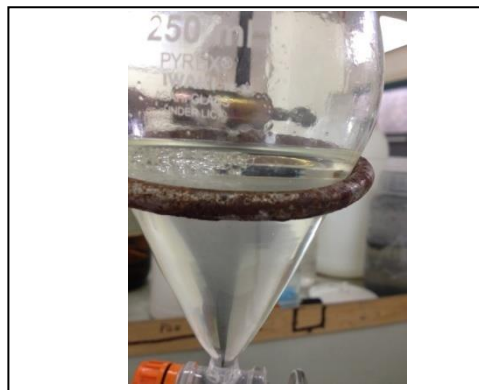
Pada penelitian ini, ekstraksi yang digunakan yaitu jenis *liquid-liquid extraction* (ekstraksi cair-cair) dimana satu komponen bahan atau lebih dari suatu campuran dipisahkan dengan bantuan pelarut lalu dilakukan pemisahan antara kedua fase cair tersebut sesempurna mungkin. Berdasarkan Thomas dan Delfino, 1991, gambaran umum untuk ekstraksi sampel airtanah, 1 (satu) sampel airtanah diambil sebanyak 600 ml lalu di ekstraksi sebanyak 3 (tiga) kali (per 200 ml) dengan 2 (dua) kali penambahan heksan masing-masing sebanyak 20 ml. Hal tersebut dilakukan karena corong pisah yang digunakan hanya bervolume 250 ml.





Gambar 3.13. Diagram Alir Ekstraksi Sampel Airtanah

Sumber : Penelitian di Laboratorium



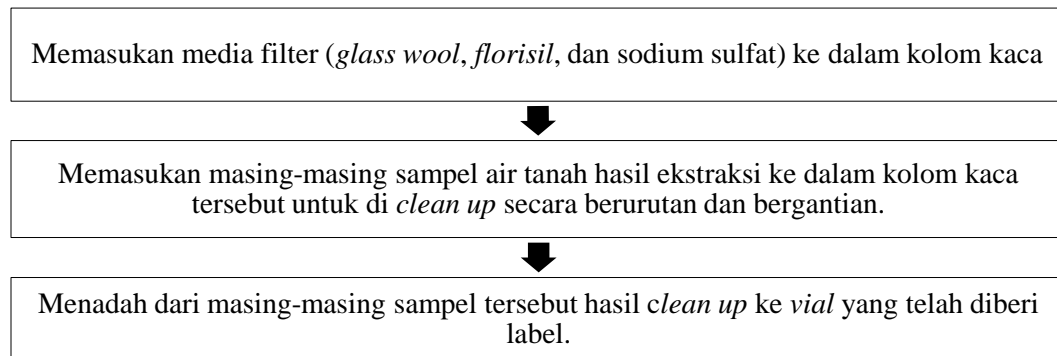
Gambar 3.14. Ekstraksi Sampel Airtanah

Sumber : Dokumentasi di Laboratorium

D. Pemurnian (*clean up*) sampel airtanah

Pemurnian (*clean up*) dilakukan setelah ekstraksi dimana kolom kaca diberi media filter berupa *glasswool*, Florisil (1 gram), dan Sodium Sulfat (0,5 gram). Pemilihan media filter tersebut dipilih karena memiliki ukuran *mesh* yang kasar sehingga memudahkan aliran air yang melewati florisil memiliki laju aliran cepat selain itu florisil merupakan adsorben pemisah minyak. Sedangkan sodium sulfat memiliki fungsi untuk menghilangkan sisa air yang mungkin tersisa pada fasa

heksan hasil ekstraksi. Media filter diganti dengan yang baru secara berkala setiap penggantian sampel yang akan di *clean up*.



Gambar 3.15. Diagram Alir Pemurnian (*clean up*) Sampel Airtanah

Sumber : Penelitian di Laboratorium



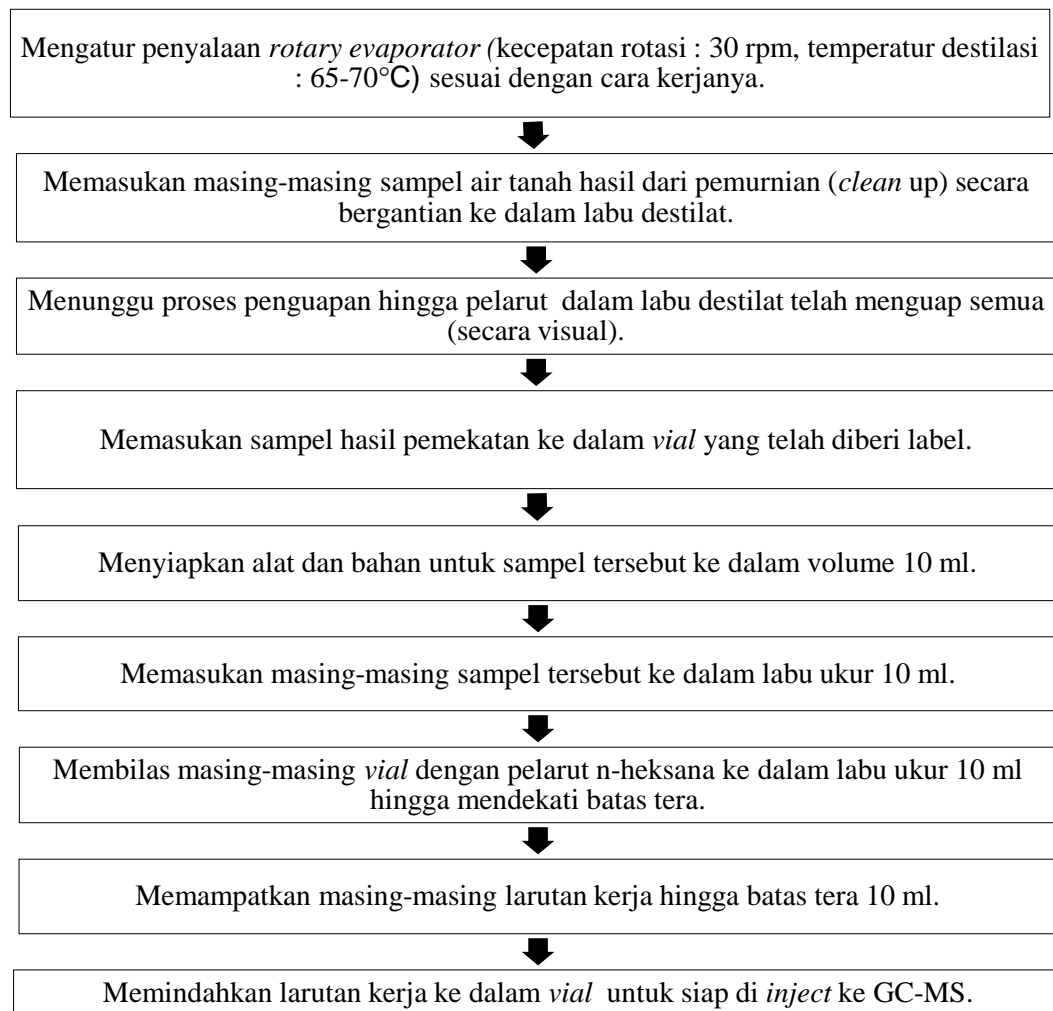
Gambar 3.16. Pemurnian (*Clean Up*) Sampel Airtanah

Sumber : Dokumentasi di Laboratorium

E. Pemekatan sampel airtanah

Pemekatan sampel airtanah yaitu menggunakan alat *rotary evaporator*. Prinsip *rotary evaporator* adalah proses pemisahan ekstrak dari cairan penyarinya dengan pemanasan yang dipercepat oleh putaran dari labu, cairan penyari dapat menguap 5-10° C di bawah titik didih pelarutnya disebabkan oleh karena adanya penurunan

tekanan. Dengan bantuan pompa vakum, uap larutan penyaring akan menguap naik ke kondensor dan mengalami kondensasi menjadi molekul-molekul cairan pelarut murni yang ditampung dalam labu penampung. Prinsip ini membuat pelarut dapat dipisahkan dari zat terlarut di dalamnya tanpa pemanasan yang tinggi.



Gambar 3.17. Diagram Alir Pemekatan Sampel Airtanah

Sumber : Penelitian di Laboratorium



Gambar 3.18. Pemekatan Sampel Airtanah Oleh *Rotary Evaporator*

Sumber : Dokumentasi di Laboratorium

F. Penentuan Kondisi Pengukuran

Instrumen GC-MS yang digunakan merek Shimadzu dengan jenis kolom RTX-5 MS serta mode untuk mendeteksi senyawa hidrokarbonnya yaitu *scan mode*. *Scan mode* digunakan untuk identifikasi komponen kimia dengan menggunakan spectrum massa, analisis kuantitatif dan menentukan parameter untuk analisis mode SIM (*Selected Ion Monitoring*). Penentuan kondisi pengukuran pada GC-MS diatur dengan 2 (dua) kondisi yang berbeda pada konsentrasi larutan kerja 5% dan 0.5%. Kondisi kondisi pengukuran 5% diatur sebagai berikut :

- Suhu injeksi : 200°C
- Suhu kolom : 35 °C
- Mode injeksi : Langsung
- Mode kontrol : Tekanan
- Tekanan : 25.9 kPa
- Aliran kolom : 0.73 mL/min
- Kecepatan linear : 30.7 cm/detik
- Aliran pembersih : 3.0 ml/menit
- Pembacaan MS : 0-25 menit

Sedangkan kondisi pengukuran konsentrasi 0.5% diatur sebagai berikut :

- Suhu injeksi : 200°C

- Suhu kolom : 35 °C
- Mode injeksi : Langsung
- Mode kontrol : Tekanan
- Tekanan : 25.9 kPa
- Aliran kolom : 0.73 mL/min
- Kecepatan linear : 30.7 cm/detik
- Aliran pembersih : 3.0 ml/menit
- Pembacaan MS : 0-40 menit



Gambar 3.19. Instrumen GC-MS

Sumber : Dokumentasi di Laboratorium

3.6. Metode Pengolahan Data

Seluruh data yang diperoleh dalam penelitian ini, dibuat dan diolah dengan observasi lapangan serta perhitungan hasil deteksi GC-MS. Metode pengolahan datanya sebagai berikut :

1. Observasi Lapangan

Observasi lapangan dilakukan dengan cara wawancara secara langsung kepada warga di sekitar lokasi *sampling*. Tujuannya yaitu untuk mengetahui kondisi lokasi, elevasi tanah, jenis sumur, jenis konstruksi sumur, dan *detail*

ukuran sumur. Ketika hal-hal tersebut telah diperoleh, maka selanjutnya dianalisis untuk dijadikan faktor-faktor penyebab timbulnya pencemaran airtanah.

2. Analisis hasil deteksi GC-MS.

Hasil deteksi GC-MS akan diolah melalui perhitungan sederhana. Pada penelitian ini terdapat 2 (dua) jenis larutan yang di deteksi, yaitu larutan kerja dan sampel airtanah. Hasil larutan kerja yang telah di deteksi oleh GC-MS, diolah melalui *software* Microsoft Excel dengan terlebih dahulu memasukan 10 nilai Area (%) tertinggi pada 1 (satu) produk BBM Diesel (*ex.DEX*), lalu mencatat waktu retensinya (Rt) dan menyamakan serta mencatat Rt pada produk BBM Diesel lainnya. Ketika seluruh nilai Rt telah di *input*, selanjutnya membuat rata-rata Rt (dimulai dengan nilai area (%) tertinggi). Setelah data-data tersebut diolah, hasil data tersebut yang dijadikan sebagai pembanding dengan sampel airtanah untuk menentukan sumber pencemarnya.

3.7. Metode Pengumpulan Data

Data yang digunakan dalam penelitian ini, meliputi data survey lapangan berupa wawancara dan pengambilan sampel airtanah (*groundwater sampling*) yang dilakukan oleh penyusun tugas akhir sebagai berikut :

1. Umur sumur diperoleh dari wawancara langsung di lapangan kepada setiap pemilik sumur.
2. Kondisi fisik airtanah diperoleh secara visual.
3. Jenis tanah setiap titik *sampling* diperoleh langsung di lapangan dengan membedakannya secara visual.
4. Elevasi tanah dan koordinat titik *sampling* diperoleh dari pengukuran langsung di lapangan pada setiap lokasi titik *sampling* menggunakan alat ukur *Global Positioning System* (GPS).
5. Kedalaman muka airtanah diperoleh dari pengukuran langsung di lapangan pada setiap lokasi titik *sampling*. Pengukuran jarak antara permukaan tanah hingga mencapai muka airtanah menggunakan alat ukur

meteran dengan ketelitian 1 (satu) cm. Cara yang digunakan adalah mengukur kedalaman muka airtanah dari permukaan airtanah hingga bibir sumur gali dengan mengurangi ketinggian bibir sumur dengan permukaan tanah. Setiap kali pengambilan sampel airtanah, maka dilakukan 1 (satu) kali pengukuran juga.

6. Kedalaman sumur gali diperoleh dari pengukuran langsung di lapangan pada setiap lokasi titik *sampling* menggunakan alat ukur *meteran*. Cara yang digunakan adalah mengukur kedalaman dasar sumur dengan menambahkan ketinggian bibir sumur hingga permukaan tanah.
7. Ketinggian muka airtanah diperoleh menggunakan data kedalaman muka airtanah dan kedalaman sumur gali.