

LAPORAN TUGAS AKHIR

**VALIDASI METODE PENENTUAN BENZENA, TOLUENA,
DAN XYLENA MENGGUNAKAN KROMATOGRAFI GAS DI
PPPTMGB “LEMIGAS” JAKARTA**

**Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh derajat
Ahli Madya Sains (A.Md.Si) di Program D III Analisis Kimia**



Disusun oleh:

**Nindya Novita Wahyu Ashari
NIM:17231051**

**PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN IMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
YOGYAKARTA
2020**

LAPORAN TUGAS AKHIR

**VALIDASI METODE PENENTUAN BENZENA, TOLUENA,
DAN XYLENA MENGGUNAKAN KROMATOGRAFI GAS DI
PPPTMGB “LEMIGAS” JAKARTA**

***VALIDATION OF DETERMINATION METHOD OF BENZENE,
TOLUENE, AND XYLENE USING GAS CHROMATOGRAPHY AT
PPPTMGB “LEMIGAS” JAKARTA***



Disusun oleh:

**Nindya Novita Wahyu Ashari
NIM:17231051**

**PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN IMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
YOGYAKARTA
2020**

HALAMAN PENGESAHAN

LAPORAN TUGAS AKHIR

**VALIDASI METODE PENENTUAN BENZENA, TOLUENA,
DAN XYLENA MENGGUNAKAN KROMATOGRIFI GAS DI
PPPTMGB “LEMIGAS” JAKARTA**

Dipersiapkan dan disusun oleh:

Nindya Novita Wahyu Ashari
NIM: 17231051

Telah disetujui oleh Dosen Pembimbing Tugas Akhir
Program Studi D III Analisis Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia
pada tanggal 28 Juli 2020

Menyetujui,

Ketua Program Studi

Pembimbing



Tri Esti Purbaningtias, S.Si., M.Si.
NIK. 132311102

Kuntari, S.Si., M.Sc.
NIK. 162310401



HALAMAN PENGESAHAN

VALIDASI METODE PENENTUAN BENZENA, TOLUENA,
DAN XYLENA MENGGUNAKAN KROMATOGRAFI GAS DI
PPPTMGB “LEMIGAS” JAKARTA

Dipersiapkan dan disusun oleh:

Nindya Novita Wahyu Ashari
NIM: 17231051

Telah dipertahankan di depan Tim Penguji pada tanggal 6 Agustus 2020

Susunan Tim Penguji

Pembimbing/ Penguji



Kuntari, S.Si., M.Sc.
NIK: 162310401

Penguji 1



Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D.
NIK: 006120101

Penguji 2



Reni Banowati Istiningrum, M.Sc.
NIK: 052316002

Mengetahui,
Dekan Fakultas MIPA UII



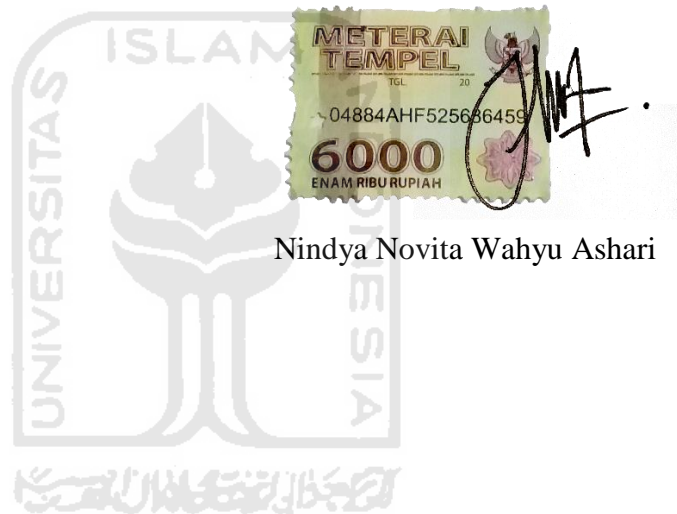
Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D.
NIK. 006120101

HALAMAN PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa Laporan Tugas Akhir ini tidak terdapat bagian yang pernah digunakan untuk memperoleh gelar Ahli Madya atau gelar lainnya di suatu Perguruan Tinggi dan sepengetahuan saya tidak terdapat bagian yang pernah ditulis dan diterbitkan orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Yogyakarta, 21 Agustus 2020

Penulis,



Nindya Novita Wahyu Ashari

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillahirobbil'alamin

Sembah sujud serta syukur kepada Allah SWT, taburan kasih sayang-Mu telah memberi kekuatan. Terima kasih atas karunia yang Kau berikan, akhirnya tugas akhir ini dapat terselesaikan. Sholawat dan salam selalu terlimpahkan kehariban Rasulullah Muhammad SAW.

Saya persembahkan karya sederhana ini kepada semua orang yang sangat saya kasihi dan sayangi:

Bapak dan Ibu Tercinta

Sebagai tanda bakti, hormat, dan rasa terima kasih yang tiada terhingga, saya persembahkan karya kecil ini untuk bapak dan ibu yang telah memberikan kasih dan sayang, dukungan, serta cinta kasih yang diberikan yang tak terhingga yang tidak mungkin terbalas dengan selebar kata cinta dan persembahan ini. Semoga ini menjadi langkah awal untuk membuat bapak dan ibu Bahagia. Aamiin.

Dosen Analisis Kimia, Staff, dan Almamater yang Saya Sayangi dan Banggakan

Terimakasih banyak atas ilmu dan pengalaman yang telah diberikan, baik ilmu maupun nasihat. Ilmu yang akan berguna untuk didunia dan InsyaAllah di akhirat nanti. Terimakasih telah menuntun dalam meraih cita-cita sehingga saya menjadi orang yang berilmu dan mempunyai pandangan luas untuk menuju langkah selanjutnya. Pengalaman yang saya dapatkan di masa perjuangan 3 tahun ini tidak akan pernah terlupakan.

Teman-Teman Seperjuangan

Terimakasih telah memberi banyak warna selama 3 tahun ini selama kuliah di D3 Analisis Kimia UII. Suka, duka, canda, tawa, sedih dan tangis telah kita lewati bersama-sama, tetap semangat teman-temanku karena perjuangan masih panjang, semoga Allah SWT selalu mempermudah jalan kita. Aamiin.

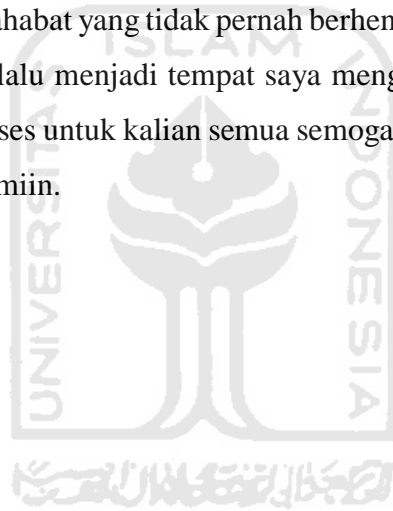
Teman-Teman PKL

Terimakasih Gina dan Anni, teman seperjuangan dari IPB, dan juga analis laboratorium kromatografi yang memberi banyak pelajaran dan ilmu yang belum saya ketahui sebelumnya. Terimakasih telah membantu saya dalam menyelesaikan penelitian dan penulisan laporan ini.

Sahabatku

Terima kasih untuk Andi, teman sekaligus kakak, sekaligus sahabat, yang paling aku sayangi, yang begitu setia menemani dan membantu dengan sepenuh hati. Terima kasih atas perhatian yang selalu diberikan, sesulit apapun keadaan yang dialami selalu ada untuk memberikan support yang luar biasa.

Terima kasih juga untuk Nia, Iwid, Nanda, Lilis, Bekti, Indah, dan Nihun yang sudah menjadi sahabat yang tidak pernah berhenti mendorong untuk selalu bersemangat, yang selalu menjadi tempat saya mengadu segala hal yang saya lewati selama ini. Sukses untuk kalian semua semoga Allah SWT memudahkan jalan kedepannya. Aamiin.



KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum Warohmatullahi Wabarokatuh

Syukur Alhamdulillah kehadiran Allah SWT yang melimpahkan segala rahmat dan hidayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan tugas akhir yang berjudul “Validasi Metode Penentuan Benzena, Toluena, dan Xylena pada Sampel Air Menggunakan Kromatografi Gas di PPPTMGB “LEMIGAS” Jakarta”.

Penulis menyadari sepenuhnya bahwa proses penyusunan tugas akhir ini telah melalui banyak sekali hambatan dan rintangan, namun berkat dorongan dan bantuan dari berbagai pihak, maka akhirnya penyusunan tugas akhir ini dapat terselesaikan. Oleh karena itu, penulis ingin memberikan ucapan terimakasih kepada:

1. Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D., selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
2. Tri Esti Purbaningtias, S.Si., M.Si., selaku Ketua Program Studi Analisis Kimia Universitas Islam Indonesia.
3. Kuntari, S.Si., M.Sc., selaku Dosen Pembimbing Praktik Kerja Lapangan sekaligus Tugas Akhir.
4. Bayu Wiyantoko, S.Si., M.Sc., selaku Dosen Pembimbing Akademik.
5. Novie Ardhyarini, S.Si, M.Si., selaku Pembimbing Instansi dan Kepala Laboratorium Kromatografi PPPTMGB “LEMIGAS” Jakarta.
6. Dwi Sismayanti, A. Md., Muhamad Ridwan, A. Md., dan Bayu Ajisatrio, S. Si. selaku Analis Laboratorium Kromatografi PPPTMGB “LEMIGAS” Jakarta.
7. Haryoko dan Wahyuni, selaku kedua orang tua saya yang telah memberi dukungan kepada saya.
8. Teman-teman Analisis Kimia UII Angkatan 2017 yang tidak henti-hentinya memberikan semangat dan dorongan.
9. Sahabat dan teman yang selalu sabar mendengarkan keluh kesah dan selalu memberikan semangat.

Penulis menyadari bahwa laporan ini masih jauh dari kata sempurna. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun demi laporan yang lebih baik kedepannya. Semoga laporan ini dapat bermanfaat bagi penulis maupun semua pihak yang terkait.

Wassalamu 'alaikum Warohmatullahi Wabarokatuh



DAFTAR ISI

HALAMAN PENGESAHAN	iii
HALAMAN PERNYATAAN	v
HALAMAN PERSEMBAHAN	vi
KATA PENGANTAR	viii
DAFTAR ISI	x
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR TABEL	xiv
INTISARI	xv
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Tujuan	3
1.4 Manfaat	3
BAB II DASAR TEORI	4
2.1 Sejarah Singkat	4
2.1.1 Pusat Pengembangan dan Penelitian Teknologi Minyak dan Gas Bumi "LEMIGAS"	4
2.1.2 Visi dan misi.....	5
2.2 Air.....	5
2.3 Benzena	5
2.3.1 Karakteristik benzena	6
2.3.2 Sumber dan pemanfaatan benzena	7
2.3.3 Toksisitas dan ambang batas benzena	8

2.4 Toluena.....	9
2.4.1 Karakteristik toluena	9
2.4.2 Sumber dan pemanfaatan toluena.....	10
2.4.3 Toksisitas dan ambang batas toluena	10
2.5 Xylena	11
2.5.1 Karakteristik xylena.....	11
2.5.2 Sumber dan pemanfaatan xylena.....	12
2.5.3 Toksisitas dan ambang batas xylena.....	13
2.6 Kromatografi Gas	13
2.6.1 Prinsip kromatografi gas.....	14
2.6.2 Komponen kromatografi gas	15
2.6.3 Sistem kromatografi gas	16
2.6.4 Analisis Kualitatif dan Kuantitatif Kromatografi Gas.....	18
2.7 Validasi Metode	19
BAB III METODOLOGI	30
3.1 Alat	30
3.2 Bahan	30
3.3 Prosedur Kerja	30
3.3.1 Pembuatan larutan induk Benzena, Toluena, dan Xylena 100 mg/L ...	30
3.3.2 Pembuatan larutan standar Benzena, Toluena, dan Xylena 0; 20; 40; 60; 80; dan 100 mg/L	30
3.3.3 Pengkondisian alat kromatografi gas <i>Agilent 7890A</i>	31
3.3.4 Penentuan linearitas.....	31
3.3.5 Penentuan batas deteksi dan batas kuantisasi	32
3.3.6 Penentuan Benzena, Toluena, dan Xylena pada sampel air	32

3.3.7 Penentuan keterulangan (<i>repeatabilitas</i>).....	33
3.3.8 Penentuan presisi antara (<i>intermediate precision</i>).....	34
3.3.9 Penentuan kecermatan (akurasi).....	34
3.3.10 Penentuan kekuatan (<i>robustness</i>)	36
3.3.11 Penentuan selektifitas	36
3.3.12 Penentuan estimasi ketidakpastian pengukuran	37
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	39
4.1 Pengkondisian Kromatografi Gas	39
4.2 Linearitas	42
4.3 Batas Deteksi dan Batas Kuantisasi	47
4.4 Preparasi Sampel dan <i>Spike</i>	49
4.5 Penentuan Benzena, Toluena, dan Xylena pada Sampel Air	50
4.6 Keterulangan (<i>Repeatabilitas</i>).....	51
4.7 Presisi Antara (<i>Intermediate Precision</i>)	53
4.8 Kecermatan (Akurasi)	54
4.9 Kekuatan (<i>Robustness</i>)	55
4.10 Selektifitas	58
4.11 Estimasi Ketidakpastian Pengukuran	59
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	62
5.1 Kesimpulan	62
5.2 Saran	63
DAFTAR PUSTAKA	65
LAMPIRAN	69

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Rumus Struktur Benzena	6
Gambar 2.2 Rumus Struktur Toluena	9
Gambar 2.3 Rumus Struktur Xylena.....	11
Gambar 2.4 Skema Alat Kromatografi Gas	15
Gambar 4.1 Kromatogram Standar Benzena, Toluena, dan Xylena 0 mg/L	43
Gambar 4.2 Kromatogram Standar Benzena, Toluena, dan Xylena 20 mg/L	43
Gambar 4.3 Kromatogram Standar Benzena, Toluena, dan Xylena 40 mg/L	43
Gambar 4.4 Kromatogram Standar Benzena, Toluena, dan Xylena 60 mg/L	44
Gambar 4.5 Kromatogram Standar Benzena, Toluena, dan Xylena 80 mg/L	44
Gambar 4.6 Kromatogram Standar Benzena, Toluena, dan Xylena 100 mg/L	44
Gambar 4.7 Kurva Kalibrasi Benzena	45
Gambar 4.8 Kurva Kalibrasi Toluena.....	46
Gambar 4.9 Kurva Kalibrasi Xylena	46
Gambar 4.10 Uji ANOVA Satu Arah Benzena	55
Gambar 4.11 Uji ANOVA Satu Arah Toluena.....	56
Gambar 4.12 Uji ANOVA Satu Arah Xylena	56
Gambar 4.13 Uji <i>Post Hoc</i> Benzena.....	57
Gambar 4.14 Uji <i>Post Hoc</i> Toluena.....	57
Gambar 4.15 Uji <i>Post Hoc</i> Xylena	57
Gambar 4.16 Diagram Tulang Ikan (<i>Fish Bone</i>) Benzena	59
Gambar 4.17 Diagram Tulang Ikan (<i>Fish Bone</i>) Toluena	59
Gambar 4.18 Diagram Tulang Ikan (<i>Fish Bone</i>) Xylena	60

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Sifat Fisik dan Kimia Benzena	6
Tabel 2.2 Sifat Fisik dan Kimia Toluena	9
Tabel 2.3 Sifat Fisik dan Kimia Xylena.....	11
Tabel 2.4 Sifat Fisik dan Kimia Orto-Xylena, Meta-Xylena, dan Para-Xylena ...	12
Tabel 2.5 <i>Range</i> Keberterimaan <i>Recovery</i> Hasil Uji	24
Tabel 3.1 Kondisi Operasi Kromatografi Gas	31
Tabel 4.1 Kondisi Operasi Kromatografi Gas	40
Tabel 4.2 Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi Benzena	47
Tabel 4.3 Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi Toluena	48
Tabel 4.4 Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi Xylena.....	49
Tabel 4.5 <i>Peak</i> Benzena, Toluena, dan Xylena	50
Tabel 4.6 Konsentrasi Benzena, Toluena, dan Xylena pada Sampel Air Tanah ..	51
Tabel 4.7 Keterulangan (Repeatabilitas) Luas Area Benzena, Toluena, dan Xylena	52
Tabel 4.8 Keterulangan (Repeatabilitas) Konsentrasi Benzena, Toluena, dan Xylena	52
Tabel 4.9 Presisi Antara (<i>Intermediette Precision</i>) Luas Area Benzena, Toluena, dan Xylena	53
Tabel 4.10 Presisi Antara (<i>Intermediette Precision</i>) Konsentrasi Benzena, Toluena, dan Xylena	53
Tabel 4.11 Persen Perolehan Kembali (% <i>Recovery</i>) Benzena, Toluena, dan Xylena	54
Tabel 4.12 Luas Area Benzena, Toluena, dan Xylena pada Berbagai Waktu Sonikasi.....	55
Tabel 4.13 Selektifitas Benzena, Toluena, dan Xylena	58
Tabel 4.16 Ketidakpastian Pengukuran Benzena, Toluena, dan Xylena	60

VALIDASI METODE PENENTUAN BENZENA, TOLUENA, DAN XYLENA MENGGUNAKAN KROMATOGRAFI GAS DI PPPTMGB “LEMIGAS” JAKARTA

Nindya Novita Wahyu Ashari

Program Studi DIII Analisis Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
E-mail: 17231051@students.uui.ac.id

INTISARI

Telah dilakukan validasi metode untuk menentukan kinerja kromatografi gas dalam analisis senyawa benzena, toluena, dan xylene. Penentuan benzena, toluena, dan xylene dilakukan menggunakan kromatografi gas dengan detektor ionisasi nyala dan kolom kapiler DB-5MS. Benzena, toluena, dan xylene dilarutkan dengan pelarut diklorometana menggunakan metode sonikasi dan didiamkan hingga terbentuk 2 fasa, yaitu fasa air dan fasa diklorometana. Fasa diklorometana yang terbentuk kemudian dipisahkan dan dimasukkan ke dalam vial 2 mL untuk diinjeksikan ke dalam alat kromatografi gas. Hasil validasi metode telah memenuhi syarat keberterimaan untuk parameter validasi yang menunjukkan bahwa metode tersebut dapat digunakan untuk analisis komponen benzena, toluena, dan xylene, yaitu: (r) benzena sebesar 0,9995; (r) toluena sebesar 0,9997; (r) xylene sebesar 0,9998; LOD benzena sebesar 4,0152 mg/L; LOD toluena sebesar 3,0457 mg/L; LOD xylene sebesar 2,8559 mg/L; LOQ benzena sebesar 13,3841 mg/L; LOQ toluena sebesar 10,1524 mg/L; LOQ xylene sebesar 9,5197 mg/L; presisi BTX didapatkan < 2%; akurasi BTX didapatkan antara 90 – 107%; nilai signifikansi untuk parameter ketahanan didapatkan lebih dari 0,05; selektivitas BTX didapatkan lebih dari 1,5; ketidakpastian pengukuran benzena sebesar $33,9569 \pm 2,2544$ mg/L; ketidakpastian pengukuran toluena sebesar $31,9971 \pm 1,7155$ mg/L; dan ketidakpastian pengukuran xylene sebesar $32,4092 \pm 1,6059$ mg/L.

Kata kunci: Validasi Metode, Benzena, Toluena, Xylene, Kromatografi Gas

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Industri perminyakan di Indonesia beberapa tahun terakhir mengalami perkembangan yang sangat pesat karena pengaruhnya terhadap tingkat kebutuhan manusia. Dalam prosesnya, industri perminyakan menggunakan beberapa bahan kimia sebagai pelarut dan zat aditif tambahan seperti benzena, toluena, dan xylena dalam jumlah yang besar. Banyaknya zat aditif tambahan tersebut berpengaruh terhadap kualitas lingkungan yang ada disekitarnya (Panggabean dkk, 2019).

Senyawa benzena, toluena, dan xylena ini banyak digunakan sebagai pelarut dalam suatu proses industri dan memiliki sifat yang mudah menguap. Senyawa benzena merupakan bahan kimia yang bersifat toksik dan karsinogenik terhadap kesehatan (White dkk, 2014). Toluena dan xylena bukan merupakan senyawa karsinogenik, akan tetapi harus berada di level rendah pada lingkungan karena bersifat toksik. Gejala-gejala yang umum terjadi apabila seseorang terkontaminasi senyawa benzena, toluena, dan xylena adalah terganggunya sistem syaraf pusat, antara lain mual, muntah, pusing, dan sakit kepala. Apabila terkontaminasi dengan konsentrasi yang cukup tinggi akan mengakibatkan gejala seperti gemetar, lemas, gangguan pada tekanan darah, sakit kepala, pusing tiba-tiba, vertigo, muntah, dehidrasi, hingga kematian (Wispriyono dan Handoyo, 2016).

Senyawa benzena, toluena, dan xylena merupakan senyawa yang biasa terdapat pada air yang tercemar oleh bensin atau produk minyak bumi lainnya (Moskovkina dan Milina, 2008). Lingkungan Stasiun Pengisian Bahan Bakar Umum (SPBU) merupakan lingkungan yang berpotensi tercemar oleh bensin ataupun produk minyak bumi yang lain.

Teknik analisis yang umum dilakukan untuk menentukan senyawa benzena, toluena, dan xylene adalah kromatografi terutama kromatografi gas dengan *Flame Ionization Detector* (FID) (Yamada dkk, 2004). Kromatografi gas memiliki kelebihan dibandingkan dengan metode yang lainnya. Kromatografi gas mampu dengan cepat menganalisis senyawa benzena, toluena, dan xylene dalam matriks sampel yang kompleks dan dapat melakukan analisis kualitatif dan kuantitatif yang tepat dari berbagai komponen secara cepat (Gonzalez dan Herrador, 2007).

Metode analisis dapat digunakan sebagai analisis rutin, dengan hasil yang dapat dipertanggungjawabkan dengan baik, tingkat ketelitian, dan ketepatan yang tinggi, sehingga perlu dilakukan suatu tahapan validasi metode (Panggabean dkk, 2018; Taufiq dkk, 2016). Validasi metode dilakukan sebagai suatu proses penilaian pada metode analisis tertentu berdasarkan percobaan laboratorium guna membuktikan bahwa metode tersebut telah memenuhi persyaratan untuk diaplikasikan (Harmita, 2004). Validasi metode penentuan benzena, toluena, dan xylene menggunakan kromatografi gas di Laboratorium Kromatografi PPPTMGB “LEMIGAS” Jakarta dilakukan untuk mendapatkan metode yang lebih efektif dan efisien dengan peralatan yang terdapat di laboratorium tersebut. Kinerja kromatografi gas dalam analisis senyawa benzena, toluena, dan xylene dilakukan dengan menentukan linearitas, batas deteksi, batas kuantifikasi, uji presisi, uji akurasi metode, uji ketahanan, uji selektifitas, dan ketidakpastian pengukuran.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dari Tugas Akhir ini adalah:

- a. Berapa konsentrasi benzena, toluena, dan xylene pada sampel air?
- b. Bagaimana hasil validasi metode penentuan benzena, toluena, dan xylene pada sampel air dengan parameter nilai linearitas, batas deteksi, batas kuantifikasi, uji presisi, uji akurasi metode, uji ketahanan, uji selektifitas, dan ketidakpastian pengukuran?

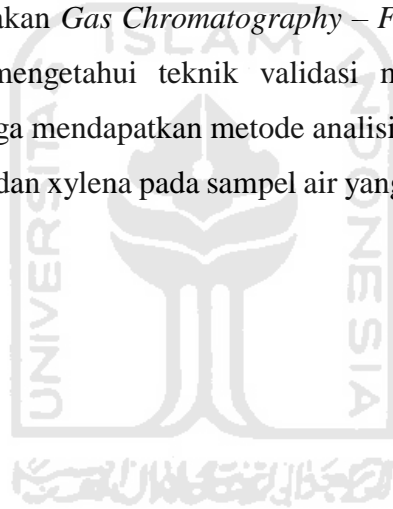
1.3 Tujuan

Tujuan dari Tugas Akhir ini adalah:

- a. Mengetahui konsentrasi benzena, toluena, dan xylene pada sampel air.
- b. Menentukan hasil validasi metode penentuan benzena, toluena, dan xylene pada sampel air dengan parameter nilai linearitas, batas deteksi, batas kuantifikasi, uji presisi, uji akurasi metode, uji ketahanan, uji selektifitas, dan ketidakpastian pengukuran.

1.4 Manfaat

Manfaat dari proyek tugas akhir ini adalah mengetahui teknik-teknik analisis menggunakan *Gas Chromatography – Flame Ionization Detector* (GC–FID) dan mengetahui teknik validasi metode dengan berbagai parameter, sehingga mendapatkan metode analisis baru untuk menentukan benzena, toluena, dan xylene pada sampel air yang lebih efektif dan efisien.



BAB II

DASAR TEORI

2.1 Sejarah Singkat

2.1.1 Pusat Pengembangan dan Penelitian Teknologi Minyak dan Gas Bumi "LEMIGAS"

Pusat Pengembangan dan Penelitian Teknologi Minyak dan Gas Bumi "LEMIGAS" awalnya disebut Lembaga Minyak dan Gas Bumi, berdiri berdasarkan surat keputusan menteri nomor 17/M/Migas/65 tanggal 11 juni 1965 dan surat keputusan menteri migas nomor 208a/M/Migas/65 dengan memiliki tiga tugas pokok yaitu riset, pendidikan dan pelatihan serta dokumentasi dan publikasi di bidang perminyakan. Sejak tahun 1977, Lembaga Minyak dan Gas Bumi berubah menjadi PPPTMGB "LEMIGAS" berdasarkan keputusan menteri pertambangan nomor 646 tahun 1977, tanggal 26 Desember 1977 yang kemudian November 1984, PPPTMGB"LEMIGAS" menjadi berdasarkan keputusan menteri pertambangan dan energy nomor 1092 tahun 1984, tanggal 5 PPPTMGB"LEMIGAS".

Berdasarkan surat keputusan nomor 21.K/12/blm/2003 tentang struktur organisasi, tugas pokok dan fungsi manajemen mutu pusat penelitian dan pengembangan teknologi minyak dan gas bumi. LEMIGAS yang berdasarkan SNI 19-9001-2001 atau ISO 9001:2000, sedangkan untuk sistem mutu peralatan laboratorium LEMIGAS saat ini telah terakreditasi dengan SNI 19-17025 atau ISO 17025:1999. Untuk memenuhi prioritas tertinggi dalam pelaksanaan oprasional, maka LEMIGAS telah menerapkan sistem manajemen kesehatan dan keselamatan kerja (SMK3) yang mengacu pada standar internasional OHSAS 18001:1999 yang diperoleh dari TUV internasional-Indonesia.

2.1.2 Visi dan misi

Pusat Pengembangan dan Penelitian Teknologi Minyak dan Gas Bumi "LEMIGAS" memiliki visi menjadi suatu lembaga litbang yang unggul, professional dan bertaraf internasional dengan sasaran menjadi pusat keunggulan yang mandiri dan punya sumber daya manusia berkualitas tinggi, spektrum kemampuan institusi yang luas, produk penelitian, dan pengembangan yang bermanfaat bagi pemerintahan, *stakeholder*, industri, dan masyarakat. Misi PPPTMGB "LEMIGAS" yaitu meningkatkan peran LEMIGAS dalam memberikan masukan bagi penyusunan kebijakan pemerintah guna meningkatkan iklim yang kondusif bagi pengembangan industri minyak dan gas bumi, meningkatkan kualitas jasa penelitian dan pengembangan dan memberikan nilai tambah bagi pelanggan, meningkatkan produk unggulan dan mengembangkan produk andalan, meningkatkan iklim kerja yang kondusif melalui sinergi, koordinasi, serta penerapan sistem manajemen secara konsisten.

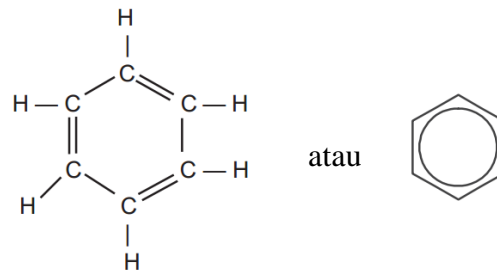
2.2 Air

Air adalah substansi kimia yang memiliki rumus H_2O , merupakan satu molekul air yang tersusun atas dua atom hidrogen (H) dan oksigen (O). Air, pada keadaan standar memiliki sifat tidak berwarna, tidak berbau, dan tidak berasa (Ramdyasari, 2014).

Air memiliki kemampuan untuk melarutkan banyak zat kimia, seperti garam, asam, beberapa jenis gas, dan berbagai molekul organik, sehingga air disebut sebagai pelarut universal. Air berada dalam kesetimbangan dinamis antara fase cair dan padat di bawah tekanan dan temperatur standar (Hanafiah, 2014).

2.3 Benzena

Benzena merupakan senyawa hidrokarbon aromatik rantai tertutup tidak jenuh. Benzena memiliki nama lain, yaitu *benzol*, *cyclohexatriene*, *phenyl hydride*, atau *coal naphta* (ATSDR, 2007).



Gambar 2.1 Rumus Struktur Benzena (*International Agency for Research on Cancer, 2012*)

2.3.1 Karakteristik benzena

Benzena merupakan cairan tidak berwarna, mudah menguap dengan bau aromatik yang khas, sedikit larut dalam air, tetapi sangat mudah larut dengan pelarut organik, benzena akan mengapung di permukaan air. Benzena mendidih pada temperature 80,1°C dan sangat mudah terbakar, serta dapat menyebar ke sumber api. Uap benzena sangat mudah meledak, memiliki titik leleh 5,5 °C dan spontan terbakar pada suhu 498 (ATSDR, 2007).

Benzena bersifat lipofilik, sehingga benzena merupakan pelarut yang sangat baik. Benzena memiliki aroma yang menyenangkan dan dapat terdeteksi pada konsentrasi 1,5 – 4,7 ppm (ATSDR, 2006).

Tabel 2.1 Sifat Fisik dan Kimia Benzena

No.	Sifat Fisik dan Kimia	Informasi
1.	Rumus molekul	C ₆ H ₆
2.	Massa molar	78,11 g/mol
3.	Bentuk	Cair
4.	Warna	Tidak berwarna
5.	Titik lebur	5,5 °C
6.	Titik didih, pada 1013 hPa	80,1 °C
7.	Titik nyala	-11 °C
8.	Tekanan uap, pada 20 °C	101 hPa
9.	Berat jenis, pada 20 °C	0,88 g/cm ³
10.	Kelarutan dalam air, pada 23,5 °C	1,88 g/L
11.	Viskositas kinematis, pada 20 °C	0,78 mm ² /s

Sumber: (Merckmillipore, 2019)

2.3.2 Sumber dan pemanfaatan benzena

Benzena pertama kali diisolasi oleh Michael Faraday pada tahun 1825 dari residu minyak dan diberi nama bikarburet hidrogen. Eilhard Mitscherlich dari Jerman berhasil menghasilkan benzena dari destilasi asam benzoat pada tahun 1833 dan diberi nama benzin. Pada tahun 1845, Charles Mansfield mengisolasi benzena dari tir (*coal tar*) yang merupakan hasil akhir dari pengolahan minyak bumi, dengan metode ini kemudian dilakukan produksi benzena dalam skala besar untuk industri (Hetiny, 2011). Benzena pertama kali diproduksi secara komersial dari *coal tar* pada tahun 1849 dan dari minyak pada tahun 1941. Setelah Perang Dunia II, kebutuhan benzena bagi industri sangat besar, terutama untuk kebutuhan industri plastik, sehingga benzena kemudian diproduksi secara besar-besaran dari industri minyak bumi. Terdapat empat proses kimia dalam produksi benzena, yaitu: *catalytic reforming*, *toluena hydrodealkylation*, *toluena disproportionation*, dan *steam cracking* (ATSDR, 2007).

Benzena merupakan salah satu senyawa kimia yang paling banyak digunakan dalam industri di dunia. Benzena digunakan secara luas sebagai pelarut dan industri obat sebagai bahan baku atau bahan *intermediet* dalam pembuatan banyak senyawa kimia, dan juga sebagai zat aditif pada bensin. Penggunaan utama benzena adalah untuk produksi etilbenzena, cumene, dan sikloheksana. Etil benzena (penggunaan 55% benzena yang diproduksi) adalah senyawa *intermediet* untuk pembentukan stirena, yang digunakan untuk pembentukan plastik. Cumene (24%) digunakan untuk memproduksi fenol dan aseton. Fenol digunakan untuk membuat resin dan nylon sebagai serat sintetik, sementara aseton digunakan sebagai pelarut dan industri obat. Sikloheksan (12%) digunakan untuk membuat nylon. Benzena juga merupakan salah satu komponen dalam bensin untuk meningkatkan nilai oktan bensin,

oleh karena itu polusi udara yang disebabkan senyawa aromatik terutama benzena dalam bensin meningkat (ATSDR,2007).

Environmental Protection Agency (EPA) telah menggolongkan benzena sebagai zat karsinogenik terhadap manusia (GrupA) (EPA, 1998). Penggunaan benzena sebagai pelarut semakin dibatasi, tetapi diganti oleh pelarut organik lain. Tetapi, karena benzena masih tetap terdapat dalam pelarut organik pengganti ini sebagai impuritis (pengotor), maka manusia masih dapat terpapar oleh benzena di lingkungan kerja. Benzena digunakan sebagai zat aditif pada bensin, benzena dapat meningkatkan nilai oktan. Bensin mengandung benzena beberapa persen, pada tahun 1950-an diganti oleh tetraetil timbal sebagai zat anti ketuk. Tetapi, karena timbal (Pb) juga merupakan zat berbahaya, maka benzena kembali digunakan sebagai aditif pada bensin di beberapa negara (ATSDR, 2007).

2.3.3 Toksisitas dan ambang batas benzena

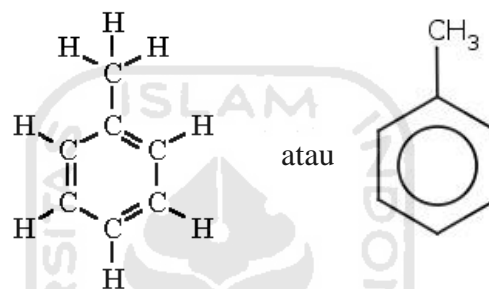
Paparan benzena dapat menyebabkan pusing, detak jantung cepat, kepala pusing, tremor, kebingungan, tidak fokus, bahkan kematian. Apabila termakan atau terminum bahan dengan kandungan benzena tinggi dapat menyebabkan batuk, serak, dan rasa terbakar pada mulut, faring, dan kerongkongan, iritasi pada lambung, rasa mengantuk berlebihan, dan akhirnya kematian. Paparan pada lingkungan kerja lebih banyak melalui pernafasan (inhalasi), selain melalui ingesti (tertelan) dan melalui kulit. Gejala dan tanda keracunan kronis ini dapat muncul dengan cepat, tetapi periode paparan benzena ini adalah selama 29 tahun, yaitu sejak paparan terakhir hingga toksisitasnya dalam tubuh hilang (Hamilton dkk, 2003).

Benzena terdapat pada air tanah yang terkontaminasi minyak bumi dan produknya. Konsentrasi benzena di dalam air tanah perlu diperiksa dan dikontrol agar tidak melebihi nilai ambang batas yang

diperbolehkan. Menurut Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 70 Tahun 2016 tentang Standar dan Persyaratan Kesehatan Lingkungan Kerja Industri, konsentrasi maksimal benzena dalam air tanah yang diperbolehkan adalah sebesar 0,01 mg/L.

2.4 Toluena

Toluena merupakan senyawa hidrokarbon aromatik dengan rumus kimia C_7H_8 (ATSDR,2007). Toluena memiliki nama lain, yaitu *methyl toluena*, *methyl benzol*, *phenyl methane*, dan *toluol* (Warsito, 2007).



Gambar 2.2 Rumus Struktur Toluena (Warsito, 2007)

2.4.1 Karakteristik toluena

Toluena adalah larutan jernih, tidak berwarna, dan bersifat volatil dengan bau aromatik menyerupai benzena. Toluena mudah terbakar dengan titik nyala $4^{\circ}C$, sehingga merupakan zat pembakar berbahaya yang signifikan pada suhu kamar (Warsito, 2007).

Tabel 2.2 Sifat Fisik dan Kimia Toluena

No.	Sifat Fisik dan Kimia	Informasi
1.	Rumus molekul	C_7H_8
2.	Massa molar	92,14 g/mol
3.	Bentuk	Cair
4.	Warna	Tidak berwarna
5.	Titik lebur	$-95^{\circ}C$
6.	Titik didih, pada 1013 hPa	$110,6^{\circ}C$
7.	Titik nyala, pada 1013 hPa	$4^{\circ}C$
8.	Tekanan uap, pada $20^{\circ}C$	29 hPa
9.	Berat jenis, pada $20^{\circ}C$	0,87 g/cm ³
10.	Kelarutan dalam air, pada $23,5^{\circ}C$	0,52 g/L
11.	Viskositas kinematis, pada $20^{\circ}C$	0,7 mm ² /s

Sumber: (Merckmillipore, 2017)

Toluena dapat bercampur dengan mudah dengan banyak cairan organik, tetapi sulit larut dalam air. Toluena kurang pekat dibandingkan dengan air dan akan mengapung pada permukaan air (Warsito, 2007).

2.4.2 Sumber dan pemanfaatan toluena

Toluena merupakan bahan kimia yang paling banyak diproduksi di Amerika Serikat. Toluena dihasilkan dari penyulingan minyak mentah. Toluena merupakan pelarut yang baik untuk cat, pernis, thinner, dan bahan perekat. Toluena digunakan secara luas dalam industri karet, bahan kimia, cat, bahan pewarna, percetakan, dan farmasi (Warsito, 2007).

Kandungan toluena dalam bensin digunakan untuk menaikkan angka oktan, berkisar antara 5 - 7% berat. Toluena juga digunakan dalam produk rumah tangga sebagai aerosol, cat kuku, cat, penghilang karat, larutan pembersih, dan lain-lain. Sumber emisi toluena di udara meliputi kendaraan bermotor, pesawat terbang, stasiun pengisian bahan bakar umum (SPBU), perusahaan minyak, industri kimia, pengolahan karet, pabrik cat, percetakan, dan rokok (Warsito, 2007).

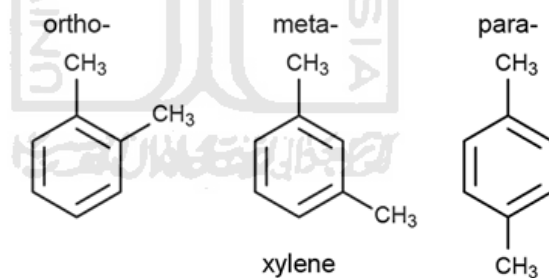
2.4.3 Toksisitas dan ambang batas toluena

Toluena masuk ke dalam tubuh manusia melalui inhalasi, ingesti, dan kontak kulit. Paparan inhalasi toluena sebagai senyawa yang mudah menguap merupakan jalur paparan yang paling penting untuk diperhatikan. Selain itu, paparan toluena lebih mudah terdeposit dan terakumulasi dalam organ-organ penting manusia seperti otak, hati, paru-paru, ginjal, dan organ lainnya. Paparan toluena pada umumnya dapat mengakibatkan gangguan kesehatan, seperti pusing, vertigo, iritasi pada mata, iritasi pada kulit, gangguan pernafasan, gangguan hepar, gangguan ginjal, serta gangguan susunan syaraf pusat (SSP) (ATSDR, 2000).

Toluena terdapat pada air tanah yang terkontaminasi minyak bumi dan produknya. Konsentrasi toluena di dalam air tanah perlu diperiksa dan dikontrol agar tidak melebihi nilai ambang batas yang diperbolehkan. Menurut Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 70 Tahun 2016 tentang Standar dan Persyaratan Kesehatan Lingkungan Kerja Industri, konsentrasi maksimal toluena dalam air tanah yang diperbolehkan adalah sebesar 0,7 mg/L.

2.5 Xylena

Xylena atau xylol merupakan kelompok aromatik yang memiliki rumus atom $C_6H_4(CH_3)_2$. Xylena memiliki berat molekul sebesar 106,17 g/mol dengan komposisi atom karbon (C) sebesar 90,5% dan atom hidrogen (H) sebesar 9,5% (Lael, 2018). Xylena memiliki 3 isomer, yaitu ortho, meta, dan para. Campuran xylena biasanya mengandung 45-55% meta-xylena, 20% ortho-xylena, 20% para-xylena, dan sisanya berupa etilbenzena (Arviana, 2009).



Gambar 2.3 Rumus Struktur Xylena (Arviana, 2009)

2.5.1 Karakteristik xylena

Tabel 2.3 Sifat Fisik dan Kimia Xylena

No.	Sifat Fisik dan Kimia	Informasi
1.	Rumus molekul	$C_6H_4(CH_3)_2$
2.	Massa molar	106,17 g/mol
3.	Bentuk	Cair
4.	Warna	Tidak berwarna
5.	Titik lebur	-47 °C
6.	Titik didih	137 - 143 °C
7.	Titik nyala	26 °C

Sumber: (Merckmillipore, 2017)

Xylena memiliki 3 isomer (orto, meta, dan para) yang memiliki karakteristik yang hampir sama. Xylena bersifat mudah terbakar dan berbau harum (Arviana, 2009).

Tabel 2.4 Sifat Fisik dan Kimia Orto-Xylena, Meta-Xylena, dan Para-Xylena

No.	Sifat Fisika dan Kimia	Informasi		
		O-Xylena	M-Xylena	P-Xylena
1.	Bentuk	Cair	Cair	Cair
2.	Berat jenis	0,88 g/mL	0,86 g/mL	0,86 g/mL
3.	Titik lebur	-25 °C	-48 °C	13 °C
4.	Titik didih	144 °C	139 °C	138 °C
5.	Viskositas	0,812 cP pada 20 °C	0,62 cP pada 20 °C	0,34 cP pada 30 °C

Sumber: (Arviana, 2009)

2.5.2 Sumber dan pemanfaatan xylena

Xylena atau xylol berasal dari pohon (kayu), yang merupakan turunan dari benzena, sehingga termasuk ke dalam senyawa aromatik C₉ dengan pembentukan katalitik dari nafta (Lael, 2018). Secara umum, xylena dibentuk melalui proses katalitik dari fraksi minyak naftenik. Isomer dari xylena (orto-xylena, meta-xylena, dan para-xylena) memiliki karakteristik yang hampir sama, sehingga biasanya diisolasi secara bersama-sama dari sumber hidrokarbonnya (Arviana, 2009).

Xylena digunakan sebagian besar sebagai pelarut dalam industri percetakan karet dan kulit (Jacobson dan McLean, 2003). Xylena digunakan sebagai bahan pengencer cat, minyak pernis, pelarut karet pada industri ban, produksi kertas dan percetakan, pelarut dalam industri plastik, dan sebagai komponen dalam bensin serta minyak bakar. Campuran dari orto-xylena, meta-xylena, dan para-xylena digunakan untuk memproduksi asam isoftalat dan asam tereftalat dengan penggunaan yang paling banyak dihasilkan dari para-xylena dan orto-xylena (Arviana, 2009). Xylena dalam jumlah kecil ditemukan dalam bahan bakar pesawat terbang, minyak tanah, dan asap rokok (ATSDR, 2007).

2.5.3 Toksisitas dan ambang batas xylena

Konsentrasi xylena di bawah 200 ppm akan mengiritasi mata dan selaput lendir, sedangkan pada konsentrasi yang tinggi xylena menimbulkan efek narkotik (Proctor, 1988). Paparan xylena dengan konsentrasi tinggi yang berlangsung lama dapat menyebabkan sakit kepala, pegal-pegal, pusing, perasaan bingung, dan kehilangan keseimbangan. Paparan xylena dengan konsentrasi tinggi namun berlangsung dalam waktu yang pendek dapat menimbulkan iritasi pada kulit, mata, hidung, dan kerongkongan, serta menyebabkan sesak nafas, permasalahan fungsi paru, mudah lupa, gangguan fungsi gerakan refleks, gangguan pencernaan, serta kemungkinan perubahan fungsi hati dan ginjal. Paparan xylena dalam konsentrasi tinggi dapat menyebabkan kehilangan kesadaran dan berujung pada kematian (Irawati, 2010).

Xylena terdapat pada air tanah yang terkontaminasi minyak bumi dan produknya. Konsentrasi xylena di dalam air tanah perlu diperiksa dan dikontrol agar tidak melebihi nilai ambang batas yang diperbolehkan. Menurut Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 70 Tahun 2016 tentang Standar dan Persyaratan Kesehatan Lingkungan Kerja Industri, konsentrasi maksimal xylena dalam air tanah yang diperbolehkan adalah sebesar 0,5 mg/L.

2.6 Kromatografi Gas

Kromatografi gas merupakan metode pemisahan dan deteksi senyawa-senyawa yang mudah menguap dalam suatu campuran. Kegunaan umum dari kromatografi gas adalah untuk melakukan pemisahan dinamis dan identifikasi semua jenis senyawa organik yang mudah menguap dan untuk melakukan analisis kualitatif dan kuantitatif senyawa dalam suatu campuran (Hendayana, 2006).

2.6.1 Prinsip kromatografi gas

Prinsip kromatografi gas adalah sampel diinjeksikan ke dalam injector, kemudian diuapkan. Sampel yang berbentuk gas dibawa oleh gas pembawa dengan laju alir yang konstan masuk ke dalam kolom pemisah. Komponen-komponen sampel akan terpisah pada saat melewati kolom karena adanya partisi fasa diam terhadap komponen-komponen sampel. Komponen yang sudah terpisah akan dibawa oleh fasa gerak untuk bergerak di sepanjang kolom berupa pita-pita (*band*). Sampel dipisahkan menjadi komponen-komponennya, masing-masing komponen tersebut akan keluar dari kolom bersama fasa gerak. Konsentrasi komponen tersebut dapat diukur dengan suatu detektor yang menghasilkan sinyal dan dikirim ke pencatat (Mardoni, 2007).

Fasa gerak yang digunakan pada kromatografi gas adalah gas inert seperti helium (He), nitrogen (N₂), hidrogen (H₂), dan argon (Ar). Sedangkan, fasa diam yang digunakan dapat berupa serbuk zat padat adsorben atau zat cair yang disangga atau dilapiskan pada zat padat inert, sebagai contoh zat cair yang digunakan sebagai fasa diam adalah *squalene*, SE-30, DC-200 (Mulyono, 1996).

Komponen-komponen dari sampel yang telah terpisah akan menghasilkan kurva-kurva karena masing-masing komponen tersebut ditahan pada kolom dalam waktu yang berbeda-beda. Lamanya waktu suatu komponen ditahan oleh kolom disebut dengan waktu retensi atau waktu tambat. Parameter hasil pemisahan yang digunakan untuk analisis kualitatif pada kromatografi gas adalah waktu retensi, dengan menggunakan aliran yang tepat dan pengendalian temperatur, waktu retensi dapat digunakan untuk mengidentifikasi setiap puncak yang dihasilkan. Beberapa senyawa mungkin memiliki waktu retensi yang sama atau

berdekatan, tetapi setiap senyawa hanya memiliki satu waktu retensi saja (Gritter, 1991).

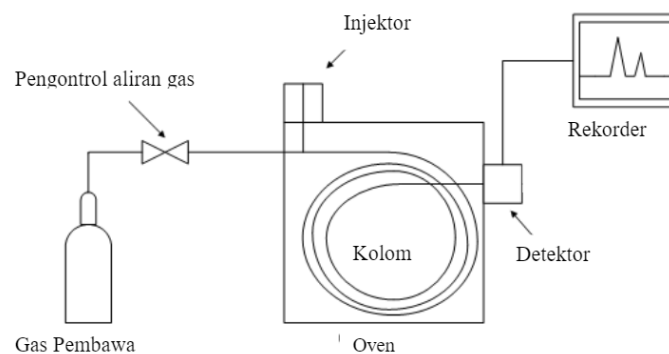
Menurut Lie (2011), kromatografi gas memiliki keunggulan apabila dibandingkan dengan instrumen yang lain, seperti:

- 1) Proses analisis cepat, umumnya dalam hitungan menit
- 2) Efisien, menghasilkan resolusi yang tinggi
- 3) Sensitif, dapat mendeteksi ppm (*part per million*) hingga ppb (*part per billion*)
- 4) Analisis kuantitatif dengan akurasi yang tinggi
- 5) Memerlukan sampel dalam jumlah kecil, umumnya dalam μL
- 6) Handal dan relatif sederhana
- 7) Murah.

2.6.2 Komponen kromatografi gas

Menurut Gritter (1991), alat kromatografi gas terdiri dari 5 komponen utama, yaitu:

- 1) Gas pembawa
- 2) Injektor
- 3) *Thermostat oven*
- 4) Kolom
- 5) Detektor



Gambar 2.4 Skema Alat Kromatografi Gas (Gritter, 1991)

2.6.3 Sistem Kromatografi Gas

Kromatografi gas memiliki beberapa sistem utama yang harus ada, yaitu:

1) Gas pembawa (*carrier gas*)

Menurut McNair dan Miller (1998), tangki gas bertekanan tinggi berlaku sebagai sumber gas pembawa. Pengatur tekanan digunakan untuk memastikan tekanan yang seragam pada kolom, sehingga diperoleh laju aliran gas yang tetap. Gas yang biasa digunakan sebagai gas pembawa adalah hidrogen (H_2), argon (Ar), helium (He), dan nitrogen (N_2). Gas pembawa harus memiliki sifat:

- a. *Inert*, untuk mencegah interaksi dengan cuplikan atau pelarut
- b. Koefisien difusi sampel pada gas tersebut rendah
- c. Murni dan mudah didapat
- d. Murah
- e. Cocok untuk detektor yang digunakan.

2) Kolom

Kolom dapat terbuat dari logam (tembaga, baja tahan karat, atau aluminium) atau gelas yang berbentuk lurus, U, atau spiral. Kolom pada kromatografi gas dikelompokkan menjadi dua, yaitu kolom kemas (*packed column*) dan kolom kapiler (*capillary column*). Kolom kemas terdiri atas fasa cair yang tersebar pada permukaan penyangga (*support*) yang inert yang terdapat dalam tabung yang relatif besar, Panjang antara 1 – 10 meter dengan diameter dalam antara 3 – 10 mm atau sampai lebih dari 10 cm bagi kolom preparatif. Kolom kapiler memiliki panjang yang dapat mencapai 10 – 50 meter dengan diameter dalam sangat kecil, yaitu 0,2 – 1,2 mm. Fasa diam pada kolom kapiler dilapiskan pada dinding kolom atau bahkan dapat bercampur dengan sedikit penyangga yang inert yang sangat

halus untuk memperbesar luas permukaan efektif (Gandjar dan Rohman, 2007).

3) Temperatur

Menurut McNair dan Miller (1998), dalam sistem kromatografi gas sangat diperlukan untuk memiliki 3 pengendali temperatur yang berlainan, yaitu:

a. Temperatur gerbang suntik

Gerbang suntik harus cukup panas untuk menguapkan cuplikan sedemikian cepat, sehingga tidak menghilangkan keefisienan yang disebabkan oleh cara penyuntikan. Sebaliknya, temperatur gerbang suntik harus cukup rendah untuk mencegah peruraian akibat panas.

b. Temperatur kolom

Temperatur kolom harus cukup tinggi, sehingga analisis dapat diselesaikan dalam waktu yang layak dan harus cukup rendah, sehingga pemisahan yang dikehendaki tercapai. Pada temperatur yang lebih tinggi, waktu retensi akan minimum. Temperatur yang lebih rendah memerlukan waktu analisis yang lebih lama, tetapi koefisien partisi dalam fasa diam semakin tinggi, sehingga resolusinya lebih baik.

c. Temperatur detektor

Pengaruh temperatur pada detektor sangat bergantung pada jenis detektor yang digunakan. Secara umum, dapat dikatakan bahwa detektor dan sambungan antara kolom dan detektor harus cukup panas, sehingga cuplikan dan/atau fasa diam tidak mengembun. Pelebaran puncak dan menghilangnya puncak komponen merupakan ciri khas terjadinya

pengembunan. Temperatur minimum untuk detektor ionisasi nyala adalah 125°C.

4) Detektor

Detektor digunakan untuk memunculkan sinyal listrik hasil elusi gas pembawa dari kolom. Detektor dibedakan menjadi detektor yang destruktif dan non destruktif. Pada detektor destruktif, proses deteksi berkaitan dengan destruksi komponen tersebut didalam detektor, sehingga komponen sampel sudah tidak utuh setelah melewati detektor (Widada, 2000).

Detektor ionisasi nyala (*Flame Ionization Detector/ FID*) bersifat destruktif dan dapat mendeteksi hampir seluruh senyawa organik. Detektor ionisasi nyala memiliki batas linearitas sebesar 10^6 g, dan batas terkecil pendeteksian sebesar 10^{-10} g (Gandjar dan Rohman, 2007).

5) Rekorder atau Perekam

Kromatografi gas modern menggunakan komputer yang dilengkapi dengan perangkat lunaknya (*software*) untuk digitalisasi signal detektor, memfasilitasi pengaturan parameter instrumen, menampilkan kromatogram, merekam data kalibrasi, retensi, serta perhitungan-perhitungan dengan statistik, dan menyimpan data parameter analisis untuk analisis senyawa tertentu (Gandjar dan Rohman, 2007).

2.6.4 Analisis Kualitatif dan Kuantitatif Kromatografi Gas

Menurut Gandjar dan Rohman (2007), terdapat 3 pendekatan untuk analisis kualitatif pada kromatografi gas, yaitu:

- 1) Perbandingan antara data retensi komponen yang tidak diketahui dengan data retensi baku yang sesuai (senyawa yang diketahui) pada kondisi yang sama

- 2) Dengan cara *spiking*, yakni dengan menambah sampel yang mengandung senyawa tertentu yang akan diselidiki dengan baku pada kondisi kromatografi yang sama
- 3) Menggabungkan alat kromatografi dengan spektrofotometer massa.

Analisis kuantitatif dilakukan dengan perhitungan relatif dari tinggi atau luas area puncak kromatogram sampel zat terhadap baku pembanding (standar). Metode yang umum digunakan adalah dengan metode baku luar (*external standard*) atau baku dalam (*internal standard*) (Johnson dan Stevenson, 2001).

2.7 Validasi Metode

Validasi metode adalah konfirmasi bahwa suatu metode dapat memenuhi persyaratan tujuan penggunaannya, yaitu melalui uji unjuk kerja metode yang bersangkutan dan mengumpulkan bukti atau hasilnya. Validasi metode sangat diperlukan karena beberapa alasan, yaitu validasi metode merupakan elemen penting dari kontrol kualitas dan membantu memberikan jaminan bahwa pengukuran akan dapat diandalkan (Riyanto, 2014).

Menurut EURACHEM (2000), validasi metode bertujuan untuk mengetahui sejauh mana penyimpangan yang tidak dapat dihindari dari suatu metode pada kondisi normal dimana seluruh elemen terkait telah dilaksanakan dengan baik dan benar. Beberapa tujuan validasi metode uji adalah:

- 1) Untuk menerima sampel individu sebagai anggota dari populasi yang diteliti
- 2) Untuk mengakui sampel pada proses pengukuran
- 3) Untuk meminimalkan pertanyaan tentang keaslian sampel
- 4) Penggunaan metode pengujian yang benar sangat diperlukan untuk dapat mengetahui tingkat akurasi dan presisi dari suatu data hasil pengujian

- 5) Laboratorium harus memvalidasi metode tidak baku, metode yang didesain atau dikembangkan oleh laboratorium, dan modifikasi dari metode baku untuk mengkonfirmasi bahwa metode tersebut sesuai untuk penggunaan yang dimaksudkan
- 6) Untuk mengetahui sejauh mana penyimpangan yang tidak dapat dihindari dari suatu metode pada kondisi normal, dimana seluruh elemen terkait telah dilaksanakan dengan baik dan benar.

Menurut Gandjar dan Rohman (2014), suatu metode analisis harus divalidasi untuk memastikan bahwa parameter kerjanya cukup mampu untuk mengatasi masalah analisis, karenanya suatu metode harus divalidasi ketika:

- 1) Metode baru dikembangkan untuk mengatasi masalah analisis tertentu
- 2) Metode yang sudah baku direvisi untuk menyesuaikan perkembangan atau karena munculnya suatu masalah yang mengarahkan bahwa metode baku tersebut harus direvisi
- 3) Penjaminan mutu yang mengindikasikan bahwa metode baku telah berubah seiring dengan berjalannya waktu
- 4) Metode baku yang digunakan di laboratorium yang berbeda, dikerjakan oleh analis yang berbeda, atau dikerjakan dengan alat yang berbeda
- 5) Untuk mendemonstrasikan kesetaraan antara dua metode, seperti metode baru dan metode baku.

Parameter-parameter yang dinilai dalam validasi metode adalah linearitas, batas deteksi (*Limit of Detection/ LOD*) dan batas kuantisasi (*Limit of Quantitation/ LOQ*), keseksamaan (presisi), kecermatan (akurasi), kekuatan (*robustness*), selektifitas, dan estimasi ketidakpastian pengukuran.

1) Linearitas

Linearitas merupakan kemampuan suatu metode untuk memperoleh hasil-hasil uji yang secara langsung proporsional dengan konsentrasi analit pada kisaran yang diberikan. Linearitas suatu metode merupakan ukuran seberapa baik kurva kalibrasi yang menghubungkan antara respon (y) dengan konsentrasi (x). Linearitas dapat diukur dengan melakukan pengukuran tunggal pada konsentrasi yang berbeda-beda. Data yang diperoleh selanjutnya diproses dengan metode kuadrat terkecil, untuk selanjutnya dapat ditentukan nilai kemiringan (*slope*), *intersep*, dan koefisien korelasinya (Gandjar dan Rohman, 2007).

Linearitas suatu metode harus diuji untuk membuktikan adanya hubungan yang linear antara konsentrasi analit dan respon alat. Hubungan linearitas dinyatakan dalam koefisien korelasi (r). Koefisien korelasi (r) dalam suatu analisis dinyatakan layak diterima apabila $\geq 0,997$ (Chan, 2014).

2) Batas deteksi dan batas kuantisasi

Batas deteksi (*Limit of Detection/ LOD*) didefinisikan sebagai konsentrasi terendah analit dari suatu contoh yang masih dapat dibaca oleh metode, namun tidak perlu terkuantisasi sebagai nilai yang tepat (Sumardi, 2002). Batas deteksi merupakan batas uji yang secara spesifik menyatakan apakah analit diatas atau dibawah nilai tertentu (Gandjar dan Rohman, 2007). Simpangan baku dikalikan dengan faktor (3/slope) merupakan batas deteksi (Ibrahim, 2007).

Batas kuantisasi (*Limit of Quantitation/ LOQ*) merupakan konsentrasi terendah analit didalam sampel yang dapat ditentukan dengan presisi dan akurasi yang dapat diterima dalam kondisi percobaan yang ditetapkan. Simpangan baku dikalikan dengan faktor (10/slope) merupakan batas kuantisasi (Ibrahim, 2007). Batas kuantisasi merupakan suatu hubungan antara konsentrasi dengan presisi dan akurasi yang dipersyaratkan. Apabila

konsentrasi batas deteksi menurun, maka presisi juga menurun. Apabila presisi tinggi dipersyaratkan, maka konsentrasi batas deteksi yang lebih tinggi harus dilaporkan (Gandjar dan Rohman, 2007).

3) Keseksamaan (presisi)

Keseksamaan (presisi) adalah ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual diukur melalui penyebaran hasil individual dari rata-rata apabila prosedur diterapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogen (Lie, 2011). Menurut Bievre (1998), presisi dapat dinyatakan sebagai persentase *Relative Standard Deviation* (% RSD) yang dapat berupa *repeatability* (keterulangan), *intermediate precision* (presisi antara), dan *reproducibility* (ketertiruan). Parameter presisi tersebut antara lain:

1) Keterulangan (*repeatability*)

Keterulangan adalah ketelitian yang diperoleh dari hasil pengulangan dilakukan dalam kondisi yang sama dalam interval waktu yang singkat dengan penggunaan laboratorium yang sama, analisis yang sama, dan pereaksi, serta peralatan yang sama. Pemeriksaan keterulangan bertujuan untuk mengetahui konsistensi analitis, tingkat kesulitan metode, dan kesesuaian metode.

2) Presisi antara (*intermediate precision*)

Presisi antara merupakan bagian dari presisi yang dilakukan dengan cara mengulang pemeriksaan terhadap contoh uji dengan alat, waktu, dan analisis yang berbeda, namun laboratorium sama. Suatu nilai ketelitian dinyatakan dalam *Relative Standard Deviation* (% RSD). Besar % RSD menyatakan tingkat ketelitian analisis, semakin kecil nilai % RSD yang dihasilkan, maka semakin tinggi tingkat ketelitiannya (Riyanto, 2014).

3) Ketertiruan (*reproducibility*)

Ketertiruan menyatakan presisi antara laboratorium, sehingga dilakukan pada kondisi yang telah ditentukan di laboratorium yang berbeda, dan menggunakan peralatan, serta pereaksi yang berbeda pula.

Kriteria seksama diberikan apabila metode memberikan nilai % RSD $\leq 2\%$. Kriteria ini sangat fleksibel tergantung pada konsentrasi analit yang dianalisis, jumlah sampel, dan kondisi laboratorium. Nilai RSD atau koefisien variasi meningkat dengan menurunnya kadar analit yang dianalisis (Harmita, 2004).

4) Kecermatan (Akurasi)

Menurut Gandjar dan Rohman (2014), akurasi merupakan ketepatan metode analisis atau kedekatan antara nilai terukur dengan nilai yang diterima, baik nilai kondensi, nilai sebenarnya, atau nilai rujukan. Akurasi diukur sebagai banyaknya analit yang diperoleh kembali pada suatu pengukuran dengan melakukan *spiking* pada suatu sampel. Terdapat tiga cara yang dapat digunakan untuk menentukan akurasi suatu metode, yaitu:

- 1) Membandingkan hasil analisis dengan CRM (*Certified Reference Material*) dari organisasi internasional
- 2) Uji perolehan kembali atau perolehan kembali dengan memasukkan memasukkan analit ke dalam matriks blanko (*spiked placebo*)
- 3) Penambahan baku pada matriks sampel yang mengandung analit (*standard addition method*).

Akurasi dari suatu metode uji dapat ditentukan dengan menghitung persentase perolehan kembali (*% recovery*) dari analit yang ditambahkan ke dalam contoh. Suatu metode dikatakan valid atau dikatakan baik apabila hasil perhitungan perolehan kembalinya memenuhi persyaratan nilai persentasi *recovery* (Day

dan Underwood, 1999). Suatu pengujian dapat dikatakan memiliki nilai akurasi yang baik apabila memenuhi nilai keberterimaan *recovery* untuk hasil uji.

Tabel 2.5 Range Keberterimaan *Recovery* Hasil Uji

Analit pada Sampel (%)	<i>Recovery yang Diterima (%)</i>
100	98 – 102
> 100	98 – 102
> 1	97 – 103
> 0,1	95 – 105
0,01	90 – 107
0,001	90 – 107
0,0001 (1 ppm)	80 – 110
0,00001 (100 ppb)	80 – 110
0,000001 (10 ppb)	60 – 115
0,0000001 (1 ppb)	40 – 120

Sumber: (Day dan Underwood, 2002)

5) Kekuatan (*robustness*)

Kekuatan (*robustness*) dari suatu metode analisis dapat diartikan sebagai pengukuran kapabilitas dari suatu metode untuk tetap tidak terpengaruh oleh adanya variasi parameter metode yang kecil (Yuwono dan Indrayanto, 2005). Ketahanan dievaluasi dengan melakukan variasi parameter-parameter metode, seperti persentase pelarut organik, pH kekuatan ionik, temperatur, waktu, dan sebagainya. Suatu praktik yang baik untuk mengevaluasi ketahanan suatu metode adalah dengan memvariasi parameter-parameter penting dalam suatu metode secara sistematis, kemudian mengukur pengaruhnya pada pemisahan (Gandjar dan Rohman, 2007).

Uji kekuatan suatu metode dapat dilakukan dengan uji statistika kimia, yaitu uji ANOVA satu arah (*one way ANOVA*). Menurut Rohman (2014), uji ANOVA atau uji F dalam bidang analisis kimia umumnya digunakan untuk:

- 1) Membandingkan rata-rata kadar dalam sampel yang diberi 3 perlakuan berbeda
- 2) Membandingkan rata-rata hasil pengujian dari 3 atau lebih metode yang berbeda

- 3) Membandingkan data hasil uji yang dilakukan oleh 3 analisis yang berbeda.

Prinsip uji ANOVA adalah melakukan analisis variabilitas data menjadi dua sumber variasi, yaitu variasi didalam kelompok (*within*) dan variasi antar kelompok (*between*). Apabila variasi *within* dan *between* sama (nilai perbandingan kedua varian mendekati angka 1), maka dapat dikatakan tidak ada perbedaan efek dari *treatment* yang dilakukan, dengan kata lain nilai rata-rata yang dibandingkan tidak ada perbedaan. Sebaliknya, apabila variasi antar kelompok lebih besar daripada variasi didalam kelompok, artinya *treatment* tersebut memberikan efek yang berbeda, dengan kata lain nilai rata-rata yang dibandingkan menunjukkan adanya perbedaan. Apabila nilai signifikansi yang dihasilkan dari uji ANOVA $< 0,05$ maka hipotesis alternatif (H_a) diterima atau disimpulkan bahwa terdapat perbedaan hasil dari *treatment* yang dilakukan, sedangkan apabila nilai signifikansi $> 0,05$ maka hipotesis nol (H_0) diterima atau dapat disimpulkan bahwa tidak terdapat perbedaan hasil dari *treatment* yang dilakukan (Gandjar dan Rohman, 2007).

6) Selektifitas

Selektifitas adalah ukuran kemampuan suatu metode analisis untuk memisahkan dan menganalisis kuantitatif analit dengan adanya komponen lain didalam sampel (Mulyadi, 2011). Dalam kromatografi, selektifitas ditunjukkan oleh parameter resolusi puncak (R_s).

Suatu pemisahan senyawa secara kromatografi dikatakan memiliki selektifitas yang baik atau terpisah sempurna apabila memiliki nilai $R_s > 1,5$. Nilai $R_s = 1,5$ merupakan nilai minimal yang menunjukkan bahwa diantara dua puncak terdapat *baseline* kromatogram yang berarti kedua puncak terpisah sempurna (Ermer dan Miller, 2005).

7) Estimasi ketidakpastian pengukuran

Ketidakpastian adalah rentang nilai yang menyatakan perkiraan nilai benar hasil penelitian atau pengujian berada. Nilai ketidakpastian juga menyatakan mutu hasil pengukuran atau pengujian, semakin kecil nilai ketidakpastian maka semakin baik hasil penelitian atau pengujian (Sunardi dkk, 2007). Ketidakpastian (μ) adalah suatu parameter yang menetapkan rentang nilai yang di dalamnya terdapat nilai benar (*true value*). Ketidakpastian memadukan semua kesalahan yang diketahui menjadi suatu rentang tunggal. Nilai ketidakpastian ditunjukkan dengan tanda \pm . Contoh suatu hasil pengukuran dinyatakan dengan $x \pm u$ unit, maka rentang hasil pengukuran tersebut adalah $x - u$ sampai $x + u$. Perhitungan rentang tersebut dikenal sebagai pengukuran ketidakpastian (*uncertainty measurement*) (Pramono, 2014). Sumber-sumber ketidakpastian dapat berasal dari pengambilan sampel, preparasi sampel, peralatan, instrumen, kesalahan acak dan sistematis, serta personil. Estimasi ketidakpastian dalam analisa kimia ditentukan dengan cara *fishbone* (Pramono, 2014).

Estimasi ketidakpastian merupakan indikator yang dapat digunakan untuk menentukan kehandalan atau kapabilitas suatu laboratorium pengujian atau kalibrasi. Ketidakpastian menunjukkan bahwa laboratorium tersebut sudah memperhitungkan faktor kesalahan dalam penentuan nilai *true value* (nilai benar). Ketidakpastian juga digunakan untuk mengevaluasi unjuk kerja laboratorium-laboratorium uji yang ikut dalam uji profesiensi (Kusumaningtyas, 2016).

Menurut Kusumaningtyas (2016), perhitungan estimasi ketidakpastian pengukuran dapat dilakukan dengan cara:

a. Identifikasi sumber ketidakpastian

Identifikasi sumber ketidakpastian dapat dilakukan dengan cara *fish bone*, yaitu dengan membuat skema berupa

gambar tulang punggung ikan, kemudian parameter uji diletakkan sebagai kepala ikan dan dilakukan identifikasi tulang utama. Tulang utama adalah faktor yang dapat memberikan kontribusi kesalahan terhadap hasil akhir, kemudian dilakukan identifikasi tulang kecil yang menjadi penyebab kesalahan dalam tulang utama.

b. Penentuan tipe ketidakpastian dalam masing-masing komponen

Perhitungan faktor penyumbang ketidakpastian dikelompokkan ke dalam dua kategori atau tipe, yaitu tipe A dan tipe B. Penentuan tipe A didasarkan pada pekerjaan eksperimental dan dihitung dari rangkaian pengamatan berulang. Ketidakpastian tipe A dapat dihitung dengan persamaan:

$$\mu = \frac{s}{\sqrt{n}}$$

dengan s adalah simpangan baku dan n adalah jumlah pengulangan. Penentuan tipe B didasarkan pada informasi yang dapat dipercaya. Ketidakpastian tipe B distribusi normal dengan tingkat kepercayaan 95% dapat dihitung dengan persamaan:

$$\mu = \frac{s}{2}$$

dengan s adalah simpangan baku. Ketidakpastian tipe B distribusi normal dengan tingkat kepercayaan 99% dapat dihitung dengan persamaan:

$$\mu = \frac{s}{3}$$

dengan s adalah simpangan baku. Ketidakpastian tipe B distribusi *rectangular* (apabila suatu rentang nilai memiliki probabilitas yang sama) dapat dihitung dengan persamaan:

$$\mu = \frac{s}{\sqrt{3}}$$

dengan s adalah simpangan baku. Ketidakpastian tipe B distribusi *triangular* (apabila suatu sebaran data memiliki rentang dimana terdapat satu nilai yang merupakan nilai terbanyak) dapat dihitung dengan persamaan:

$$\mu = \frac{s}{\sqrt{6}}$$

c. Penentuan ketidakpastian gabungan

Penyumbang ketidakpastian berasal dari kurva kalibrasi, massa, volume sampel, *recovery*, dan presisi. Ketidakpastian gabungan memadukan seluruh komponen tersebut. Perhitungan ketidakpastian gabungan dilakukan dengan menghitung ketidakpastian kurva kalibrasi, ketidakpastian volume sampel, ketidakpastian massa, ketidakpastian presisi, dan ketidakpastian *recovery*. Masing-masing komponen penyumbang ketidakpastian mempunyai satuan yang berbeda-beda, sehingga untuk menggabungkannya harus diubah terlebih dahulu sehingga mempunyai satuan yang sama dengan cara dikuadratkan, kemudian dijumlahkan. Ketidakpastian gabungan adalah akar pangkat dua dari jumlah tersebut.

d. Estimasi ketidakpastian diperluas (u) dan pelaporan hasil

Nilai hasil uji berada dalam rentang yang diberikan oleh ketidakpastian, maka ketidakpastian gabungan (μ gab) dikalikan dengan sebuah faktor cakupan (k). Pada tingkat kepercayaan 95%, nilai cakupan (k) adalah 2, sehingga ketidakpastian diperluas (u) adalah ketidakpastian gabungan (μ gab) dikalikan dengan 2.

Ketidakpastian yang dicantumkan dalam laporan hasil uji adalah ketidakpastian diperluas (*expanded uncertainty*)

atau u . Pelaporan hasil uji dituliskan sebagai $x \pm u$, dimana x adalah nilai konsentrasi yang terukur dan u adalah ketidakpastian diperluas.



BAB III

METODOLOGI

3.1 Alat

Alat yang digunakan pada pengujian ini adalah kromatografi gas (*Agilent 7890A*) dengan detektor ionisasi nyala dan kolom kapiler *DB-5MS*, vial 2 mL (*Agilent*), vial 20 mL (*Agilent*), gelas beaker 100 mL (*Iwaki*), gelas beaker 500 mL (*Iwaki*), alat sonikasi, pipet ukur 5 mL (*Iwaki*), pro pipet, labu ukur 10 mL (*Iwaki*), labu ukur 100 mL (*Iwaki*), *syringe* 5 mL (*Agilent*), dan pipet tetes.

3.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada pengujian ini adalah sampel air dengan penambahan benzena, toluena, dan xylena; diklorometana (*Merck*); benzena (*Merck*); toluena (*Merck*); xylena (*Merck*); gas hidrogen; gas nitrogen; udara tekan; kertas seka; kertas label; dan tisu.

3.3 Prosedur Kerja

3.3.1 Pembuatan larutan induk benzena, toluena, dan xylena 100 mg/L

Benzena, toluena, dan xylena dipipet masing-masing sebanyak 0,01 mL atau 10 μ L ke dalam labu ukur 100 mL, ditambahkan diklorometana, dan ditera menggunakan pipet tetes sampai tanda batas. Larutan diseka menggunakan kertas seka, digojog hingga homogen, dan diberi label bahan kimia.

3.3.2 Pembuatan larutan standar benzena, toluena, dan xylena 0; 20; 40; 60; 80; dan 100 mg/L

Larutan induk benzena, toluena, dan xylena 100 mg/L dipipet sebanyak 0; 2; 4; 6; 8; dan 10 mL masing-masing ke dalam labu ukur 10 mL, ditambahkan diklorometana, dan ditera menggunakan pipet tetes sampai tanda batas. Larutan diseka menggunakan kertas seka, digojog hingga homogen, dan diberi label bahan kimia.

3.3.3 Pengkondisian awal kromatografi gas Agilent 7890A

Aliran gas hidrogen, nitrogen, dan udara tekan dibuka menuju kealat kromatografi gas. Komputer dan alat kromatografi gas dinyalakan dan ditunggu beberapa saat hingga alat menyala. Aplikasi *online* kromatografi gas dibuka pada komputer dan diklik *load method*, kemudian dipilih metode yang akan digunakan (*ASTM D-2887*). Temperatur detektor, temperatur oven, dan temperatur kolom dinaikkan untuk *pengkondisian* awal alat kromatografi gas. *Pengkondisian* awal alat kromatografi gas dilakukan hingga tidak muncul *peak* atau puncak pada kromatogram yang dihasilkan. Temperatur detektor, temperatur oven, dan temperatur kolom diturunkan hingga temperatur awal atau temperatur minimum dan ditunggu hingga mencapai temperatur awal atau temperatur minimum, kemudian alat kromatografi gas siap digunakan untuk analisis.

Tabel 3.1 Kondisi Operasi Kromatografi Gas

Parameter	Kondisi
Panjang kolom	30 m
Diameter dalam kolom	0,25 mm
Fasa diam	DB-5MS
Ketebalan fasa diam	0,5 μm
Gas pembawa (<i>carrier gas</i>)	Nitrogen
Laju alir gas pembawa (<i>carrier gas</i>)	10 mL/menit
Temperatur kolom awal	35 $^{\circ}\text{C}$
Temperatur kolom akhir	325 $^{\circ}\text{C}$
Jenis detektor	Detektor ionisasi nyala
Temperatur detektor	350 $^{\circ}\text{C}$
Temperatur injektor	300 $^{\circ}\text{C}$
Volume sampel	0,2 μL

3.3.4 Penentuan linearitas

Larutan standar benzena, toluena, dan xylena 0; 20; 40; 60; 80; dan 100 mg/L masing-masing dimasukkan ke dalam vial 2 mL, kemudian diinjeksikan ke dalam alat kromatografi gas. Larutan standar benzena, toluena, dan xylena 0; 20; 40; 60; 80; dan 100 mg/L masing-masing dianalisis sebanyak 2 kali pengulangan.

Kurva kalibrasi dibuat dengan membandingkan luas area standar terhadap konsentrasi standar, kemudian ditentukan persamaan regresi linear dan koefisien korelasinya. Konsentrasi standar sebagai sumbu x, sedangkan luas area standar sebagai sumbu y.

3.3.5 Penentuan batas deteksi dan batas kuantisasi

Batas deteksi (*Limit of Detection/ LOD*) dan batas kuantisasi (*Limit of Quantitation/ LOQ*) ditentukan menggunakan hasil masing-masing luas area standar benzena, toluena, dan xylene, dengan rumus sebagai berikut:

$$LOD = \frac{3 \times S_{y/x}}{\text{Slope}}$$

$$LOQ = \frac{10 \times S_{y/x}}{\text{Slope}}$$

dengan, $S_{y/x}$ adalah simpangan baku.

3.3.6 Penentuan benzena, toluena, dan xylene pada sampel air tanah

1) Preparasi sampel

Sampel sebanyak 5 mL dimasukkan ke dalam vial 20 mL dan ditambahkan sebanyak 5 mL diklorometana, kemudian dilakukan sonikasi selama 15 menit. Sampel yang telah disonikasi, didiamkan selama 5 menit hingga terbentuk 2 fasa. Fasa diklorometana dipipet sebanyak 2 mL dan dimasukkan ke dalam vial 2 mL. Preparasi sampel dilakukan sebanyak 2 kali pengulangan.

2) Penentuan benzena, toluena, dan xylene

Vial yang berisi fasa diklorometana diinjeksikan ke dalam alat kromatografi gas. Sampel air tanah dianalisis sebanyak 2 kali pengulangan.

Konsentrasi benzena, toluena, dan xylene dapat ditentukan menggunakan *slope* dan *intersep* yang didapatkan dari persamaan regresi linear, dengan rumus sebagai berikut:

$$\text{Konsentrasi (x)} = \frac{y - b}{a}$$

dengan, x adalah konsentrasi, y adalah luas area masing-masing komponen, b adalah *intersep*, dan a adalah *slope*.

3.3.7 Penentuan keterulangan (repeatabilitas)

1) Preparasi sampel

Sampel sebanyak 5 mL dimasukkan ke dalam vial 20 mL dan ditambahkan sebanyak 5 mL diklorometana, kemudian dilakukan sonikasi selama 15 menit. Sampel yang telah disonikasi, didiamkan selama 5 menit hingga terbentuk 2 fasa. Fasa diklorometana dipipet sebanyak 2 mL dan dimasukkan ke dalam vial 2 mL. Preparasi sampel dilakukan sebanyak 5 kali pengulangan.

2) Penentuan keterulangan (repeatabilitas)

Vial yang berisi fasa diklorometana diinjeksikan ke dalam alat kromatografi gas. Sampel air tanah dianalisis sebanyak 5 kali pengulangan.

Keterulangan (repeatabilitas) penentuan benzena, toluena, dan xylene dapat ditentukan dengan menghitung *Percent Relative Standard Deviation* menggunakan rumus sebagai berikut:

$$\%RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\%$$

dengan, SD adalah standar deviasi dan \bar{x} adalah nilai konsentrasi rata-rata.

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(x - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

dengan, x adalah konsentrasi masing-masing komponen, \bar{x} adalah nilai konsentrasi rata-rata, dan n adalah jumlah pengulangan sampel.

3.3.8 Penentuan presisi antara (*intermediate precision*)

1) Preparasi sampel

Sampel sebanyak 5 mL dimasukkan ke dalam vial 20 mL dan ditambahkan sebanyak 5 mL diklorometana, kemudian dilakukan sonikasi selama 15 menit. Sampel yang telah disonikasi, didiamkan selama 5 menit hingga terbentuk 2 fasa. Fasa diklorometana dipipet sebanyak 2 mL dan dimasukkan ke dalam vial 2 mL. Preparasi sampel dilakukan sebanyak 6 kali pengulangan.

2) Penentuan presisi antara (*intermediate precision*)

Vial yang berisi fasa diklorometana diinjeksikan ke dalam alat kromatografi gas. Sampel air tanah dianalisis sebanyak 6 kali pengulangan.

Presisi antara (*intermediate precision*) penentuan benzena, toluena, dan xylene dapat ditentukan dengan menghitung *Percent Relative Standard Deviation* menggunakan rumus sebagai berikut:

$$\%RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\%$$

dengan, SD adalah standar deviasi dan \bar{x} adalah nilai konsentrasi rata-rata.

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(x - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

dengan, x adalah konsentrasi masing-masing komponen, \bar{x} adalah nilai konsentrasi rata-rata, dan n adalah jumlah pengulangan sampel.

3.3.9 Penentuan kecermatan (akurasi)

1) Preparasi sampel

Sampel sebanyak 5 mL dimasukkan ke dalam vial 20 mL dan ditambahkan sebanyak 5 mL diklorometana, kemudian

dilakukan sonikasi selama 15 menit. Sampel yang telah disonikasi, didiamkan selama 5 menit hingga terbentuk 2 fasa. Fasa diklorometana dipipet sebanyak 2 mL dan dimasukkan ke dalam vial 2 mL. Preparasi sampel dilakukan sebanyak 2 kali pengulangan.

2) Preparasi sampel + *spike*

Sampel sebanyak 5 mL dimasukkan ke dalam vial 20 mL, ditambahkan sebanyak 0,25 mL larutan standar benzena, toluena, dan xylene 60 mg/L dan 5 mL diklorometana, kemudian dilakukan sonikasi selama 15 menit. Sampel yang telah disonikasi, didiamkan selama 5 menit hingga terbentuk 2 fasa. Fasa diklorometana dipipet sebanyak 2 mL dan dimasukkan ke dalam vial 2 mL. Preparasi sampel + *spike* dilakukan sebanyak 2 kali pengulangan.

3) Penentuan persen perolehan kembali (% *recovery*)

Vial yang berisi fasa diklorometana pada sampel dan sampel + *spike* masing-masing diinjeksikan ke dalam alat kromatografi gas. Sampel air dan sampel + *spike* dianalisis sebanyak 2 kali pengulangan.

Akurasi penentuan benzena, toluena, dan xylene dapat ditentukan dengan menghitung persen perolehan kembali (% *recovery*) menggunakan rumus sebagai berikut:

$$\% \text{ recovery} = \frac{C \text{ sampel} + \text{spike} - C \text{ sampel}}{C \text{ target}} \times 100 \%$$

dengan, C sampel + *spike* adalah konsentrasi *spike* masing-masing komponen, C sampel adalah konsentrasi sampel masing-masing komponen, dan C target adalah konsentrasi target masing-masing komponen.

$$C \text{ target} = \frac{V_s \times C_s}{V}$$

dengan, V_s adalah volume larutan standar yang ditambahkan, C_s adalah konsentrasi larutan standar yang ditambahkan, dan V adalah volume total.

3.3.10 Penentuan kekuatan (*robustness*)

1) Preparasi sampel

Sampel sebanyak 5 mL dimasukkan ke dalam vial 20 mL, ditambahkan sebanyak 5 mL diklorometana, dan dilakukan sebanyak 3 kali pengulangan, kemudian dilakukan sonikasi selama 15; 60; dan 120 menit. Sampel yang telah disonikasi, didiamkan selama 5 menit hingga terbentuk 2 fasa. Fasa diklorometana dipipet sebanyak 2 mL dan dimasukkan ke dalam vial 2 mL.

2) Penentuan kekuatan (*robustness*)

Vial yang berisi fasa diklorometana dengan waktu sonikasi 15; 60; dan 120 menit diinjeksikan ke dalam alat kromatografi gas. Kekuatan (*robustness*) penentuan benzena, toluena, dan xylena ditentukan dengan metode ANOVA satu arah (*one way ANOVA*) menggunakan SPSS.

3.3.11 Penentuan selektifitas

Selektifitas penentuan benzena, toluena, dan xylena ditentukan menggunakan hasil masing-masing waktu retensi dan luas area benzena, toluena, dan xylena pada sampel air tanah, kemudian dihitung resolusi (R_s) menggunakan rumus sebagai berikut:

$$R_s = \frac{tR^b - tR^a}{0,5(w^b + w^a)}$$

dengan, tR^b adalah waktu retensi komponen b, tR^a adalah waktu retensi komponen a, w^b adalah lebar puncak komponen b, dan w^a adalah lebar puncak komponen a.

3.3.12 Penentuan estimasi ketidakpastian pengukuran

Penentuan estimasi ketidakpastian pengukuran benzena, toluena, dan xylene ditentukan menghitung nilai ketidakpastian pengukuran menggunakan rumus sebagai berikut:

1) Ketidakpastian volume contoh ($\mu(V_c)$)

Ketidakpastian kalibrasi pipet ($\mu(V)$):

$$(\mu(V)) = \frac{V}{\sqrt{6}}$$

dengan, V adalah ketidakpastian yang terdapat pada alat dan $\sqrt{6}$ menunjukkan distribusi triangular.

Ketidakpastian faktor muai ($\mu(T)$):

$$\mu(T) = \frac{V \times \beta \times \Delta T}{\sqrt{6}}$$

dengan, V adalah ketidakpastian yang terdapat pada alat, β adalah koefisien muai alat ($0,00021 / ^\circ\text{C}$), ΔT adalah selisih antara temperatur ruang dengan temperatur alat, dan $\sqrt{6}$ menunjukkan distribusi triangular.

Ketidakpastian volume contoh ($\mu(V_c)$):

$$\mu(V_c) = \sqrt{((\mu(V))^2 + (\mu(T))^2)}$$

2) Ketidakpastian kurva kalibrasi ($\mu(C_x)$)

$$\mu(C_x) = \frac{S}{B1} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(\overline{y \text{ sampel}} - \overline{y \text{ standar}})^2}{\text{slope}^2 \times \sum(x - \bar{x})^2}}$$

dengan, S adalah simpangan baku, B1 adalah slope, p adalah jumlah pengulangan sampel, n adalah jumlah larutan standar yang digunakan, $\overline{y \text{ sampel}}$ adalah rata-rata luas area sampel, $\overline{y \text{ standar}}$ adalah rata-rata luas area standar, x adalah konsentrasi standar, dan \bar{x} adalah rata-rata konsentrasi standar.

3) Ketidakpastian Massa Molekul Analit ($\mu(M)$)

Ketidakpastian terkait massa molekul atom ($\mu(\text{atom})$):

$$\mu(\text{atom}) = \frac{\text{Ketidakpastian terkait atom}}{k} \times \text{Jumlah atom}$$

dengan, k adalah $\sqrt{2}$

Ketidakpastian massa molekul analit ($\mu(M)$):

$$\mu(M) = \sqrt{(\mu(\text{atom}))^2 + (\mu(\text{atom}))^2 + \dots}$$

4) Ketidakpastian Presisi ($\mu(P)$)

$$\mu(P) = \frac{s}{\sqrt{n}}$$

dengan, s adalah standar deviasi dan n adalah jumlah pengulangan sampel.

5) Ketidakpastian Gabungan ($\mu(C)$)

$$\mu(C) = \sqrt{\left(\frac{\mu(Vc)}{Vc}\right)^2 + \left(\frac{\mu(Cx)}{Cx}\right)^2 + \left(\frac{\mu(M)}{Mr}\right)^2 + \left(\frac{\mu(p)}{p}\right)^2}$$

dengan, $\mu(Vc)$ adalah ketidakpastian volume contoh, Vc adalah volume contoh, $\mu(Cx)$ adalah ketidakpastian kurva kalibrasi, Cx adalah konsentrasi standar, $\mu(M)$ adalah ketidakpastian massa molekul analit, Mr adalah massa molekul analit, $\mu(P)$ adalah ketidakpastian presisi, dan p adalah konsentrasi sampel.

6) Ketidakpastian Diperluas

$$\mu = (\mu(C)) \times 2$$

dengan, μ adalah ketidakpastian diperluas, $\mu(C)$ adalah ketidakpastian gabungan, dan 2 adalah faktor kepercayaan 95 %.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Validasi metode penentuan benzena, toluena, dan xylene pada sampel air menggunakan kromatografi gas bertujuan untuk mengetahui konsentrasi benzena, toluena, dan xylene pada sampel air dan menentukan hasil validasi metode penentuan benzena, toluena, dan xylene pada sampel air dengan parameter nilai linearitas, batas deteksi, batas kuantifikasi, uji presisi, uji akurasi metode, uji ketahanan, uji selektivitas, dan ketidakpastian pengukuran. Senyawa benzena, toluena, dan xylene merupakan senyawa yang bersifat toksik dan berbahaya, sehingga perlu dilakukan pengujian dengan metode yang valid untuk memastikan keberadaan dan konsentrasi senyawa tersebut.

Kromatografi gas yang digunakan untuk penentuan benzena, toluena, dan xylene pada sampel air menggunakan jenis kolom kapiler DB-5MS yang bersifat cenderung non polar dan fasa diam yang berupa 5% fenil-metilpolisiloksan. Komponen-komponen dalam cuplikan (sampel) ditahan secara selektif oleh fasa diam (*stationer phase* atau adsorban), kemudian terlarut oleh pelarut (fasa gerak) yang terus menerus mengalir dan membawanya melewati kolom menuju ke detektor (Murningsih dan Chairul, 2000). Gas pembawa (*carrier gas*) yang digunakan pada alat kromatografi gas ini adalah gas nitrogen (N_2). Gas nitrogen (N_2) digunakan sebagai fasa gerak atau gas pembawa (*carrier gas*) dan sebagai *make up gas* untuk detektor ionisasi nyala.

4.1 Pengkondisian Kromatografi Gas

Pengkondisian kromatografi gas dilakukan untuk mengkondisikan alat dalam keadaan optimal, bebas dari pengotor (*impurities*), dan siap digunakan untuk analisis. Pengkondisian dilakukan sebanyak 2 kali, yaitu pengkondisian awal dan pengkondisian akhir. Pengkondisian awal

dilakukan sebelum alat digunakan untuk analisis, sedangkan pengkondisian akhir dilakukan setelah alat digunakan untuk analisis.

Pengkondisian awal kromatografi gas dilakukan dengan cara membuka aliran gas nitrogen (N₂), hidrogen (H₂), dan udara tekan. Gas nitrogen (N₂) digunakan sebagai fasa gerak atau gas pembawa (*carrier gas*) dan sebagai *make up gas* untuk detektor ionisasi nyala. Gas nitrogen sebagai fasa gerak atau gas pembawa (*carrier gas*) bersifat *inert*, sehingga tidak bereaksi dengan molekul-molekul pada sampel. Sedangkan, gas nitrogen (N₂) sebagai *make up gas* untuk detektor ionisasi nyala berfungsi untuk mempertajam puncak atau *peak* yang dihasilkan. Gas hidrogen (H₂) dan udara tekan (*compress air*) digunakan sebagai gas pembakar pada detektor ionisasi nyala karena gas hidrogen memiliki temperatur pembakaran yang tinggi dan mudah terbakar dalam campuran dengan udara atau oksigen (Juwita, 2017). Komputer dan alat kromatografi gas dinyalakan, kemudian dibuka aplikasi online kromatografi gas dan dipilih kondisi operasi sesuai dengan metode yang akan digunakan. Kondisi operasi yang digunakan adalah pengembangan metode dari ASTM D-2887 tentang metode uji standar untuk distribusi rentang titik didih fraksi minyak bumi dengan kromatografi gas.

Tabel 4.1 Kondisi Operasi Kromatografi Gas

Parameter	Kondisi
Jenis kolom	Kolom kapiler DB-5MS
Panjang kolom	30 m
Diameter dalam kolom	0,25 mm
Fasa diam	5% fenil-metilpolisiloksan
Ketebalan fasa diam	0,5 µm
Gas pembawa (<i>carrier gas</i>)	Nitrogen
Laju alir gas pembawa (<i>carrier gas</i>)	10 mL/menit
Temperatur kolom awal	35 °C
Temperatur kolom akhir	325 °C
Jenis detektor	Detektor ionisasi nyala
Temperatur detektor	350 °C
Temperatur injektor	300 °C
Volume sampel	0,2 µL

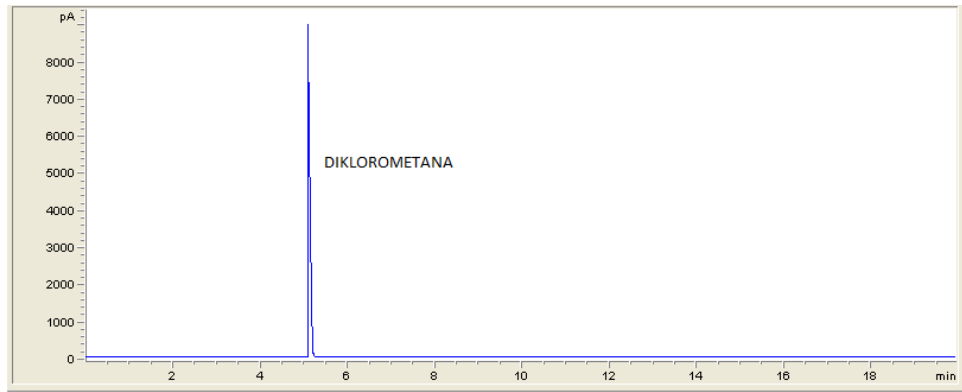
Temperatur injektor, kolom, dan detektor dinaikkan hingga ke temperatur maksimal untuk membersihkan kolom dari sisa-sisa komponen yang mungkin tertinggal pada saat analisis sebelumnya, sehingga tidak mengganggu. Temperatur maksimal injektor yang digunakan sebesar 300 °C, temperatur awal kolom sebesar 35 °C dengan temperatur maksimal kolom sebesar 325 °C, dan temperatur maksimal detektor sebesar 350 °C. Injektor harus cukup panas agar sampel cair dapat menguap dalam waktu yang singkat, sehingga tercapai efisiensi maksimal dan menghasilkan pemisahan komponen yang baik. Pemrograman temperatur kolom diperlukan untuk menghasilkan resolusi maksimal dari komponen yang terpisahkan secara bersama-sama, sehingga komponen-komponen yang ringan terpisah pada temperatur rendah dan komponen-komponen yang berat terpisah pada temperatur tinggi. Temperatur detektor harus cukup panas untuk menghindari kondensasi komponen sampel yang keluar dari kolom yang dapat menyebabkan pelebaran atau bahkan dapat menghilangkan puncak atau *peak* yang dihasilkan (Islami, 2019). Temperatur injektor, kolom, dan detektor diturunkan hingga kembali ke temperatur awal setelah dipastikan tidak muncul puncak atau *peak* pada kromatogram yang dihasilkan. Penginjeksian sampel dapat dilakukan setelah temperatur injektor, kolom, dan detektor mencapai temperatur awal. Sebelum dilakukan penginjeksian, *syringe* dibilas menggunakan diklorometana untuk membersihkannya dari sisa-sisa komponen yang masih tertinggal agar tidak mengganggu proses analisis. Diklorometana cocok digunakan sebagai larutan pembilas karena memiliki titik didih yang cukup rendah (40 °C) dibandingkan dengan titik didih benzena (80,1 °C), titik didih toluena (110,6 °C), dan titik didih xylene (137 - 143 °C), sehingga tidak mengganggu puncak atau *peak* yang keluar pada kromatogram.

Pengkondisian akhir kromatografi gas dilakukan dengan cara menaikkan temperatur injektor, kolom, dan detektor hingga ke temperatur maksimal, yaitu temperatur maksimal injektor sebesar 300 °C, temperatur maksimal kolom sebesar 325 °C, dan temperatur maksimal detektor sebesar

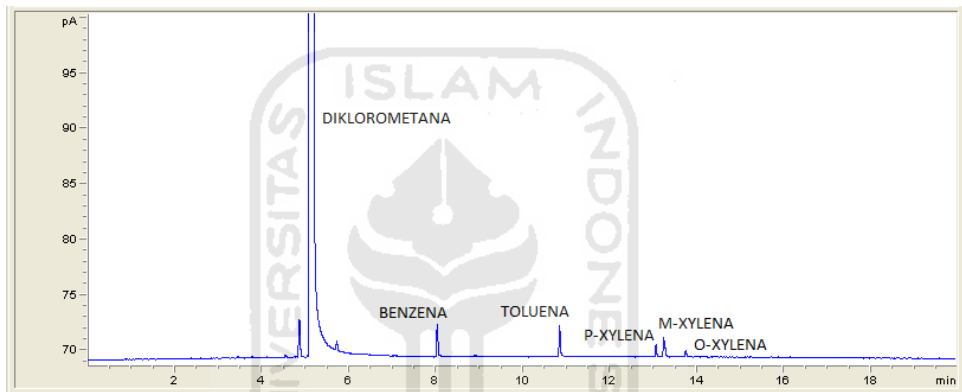
350 °C. Temperatur injektor, kolom, dan detektor diturunkan hingga kembali ke temperatur awal setelah dipastikan tidak muncul puncak atau peak pada kromatogram yang dihasilkan. Penginjeksian sampel dapat dilakukan setelah temperatur injektor, kolom, dan detektor mencapai temperatur awal, serta dengan melakukan pembilasan *syringe* menggunakan diklorometana sebelum digunakan apabila masih akan digunakan untuk analisis. Sedangkan, apabila analisis telah selesai dilakukan, maka alat kromatografi gas dan komputer dapat dimatikan, serta aliran gas nitrogen (N₂), hidrogen (H₂), dan udara tekan dapat ditutup kembali.

4.2 Linearitas

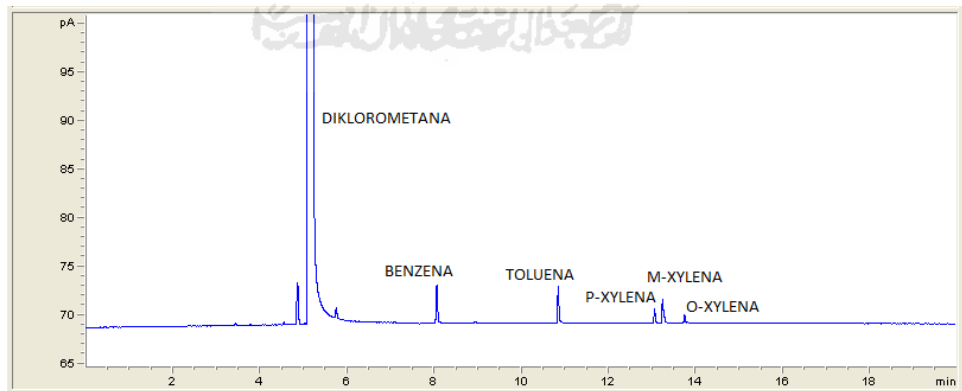
Penentuan linearitas dilakukan menggunakan deret standar benzena, toluena, dan xylene dengan konsentrasi 0; 20; 40; 60; 80; dan 100 mg/L. Larutan standar benzena, toluena, dan xylene 0; 20; 40; 60; 80; dan 100 mg/L dibuat dengan mengencerkan larutan induk benzena, toluena, dan xylene 100 mg/L menggunakan pelarut diklorometana. Diklorometana digunakan sebagai pelarut karena bersifat semi polar, sehingga dapat melarutkan benzena, toluena, dan xylene yang bersifat non polar. Diklorometana memiliki titik didih yang cukup rendah dibandingkan dengan titik didih benzena, toluena, dan xylene, sehingga tidak mengganggu puncak atau *peak* yang keluar pada kromatogram. Menurut Merckmillipore (2017, 2019), diklorometana memiliki titik didih sebesar 40 °C pada tekanan 1013 hPa, benzena memiliki titik didih sebesar 80,1 °C pada tekanan 1013 hPa, toluena memiliki titik didih sebesar 110,6 °C pada tekanan 1013 hPa, dan xylene memiliki titik didih sebesar 137 – 143 °C. Larutan standar kemudian diinjeksikan ke dalam alat kromatografi gas untuk dipisahkan komponen-komponennya.



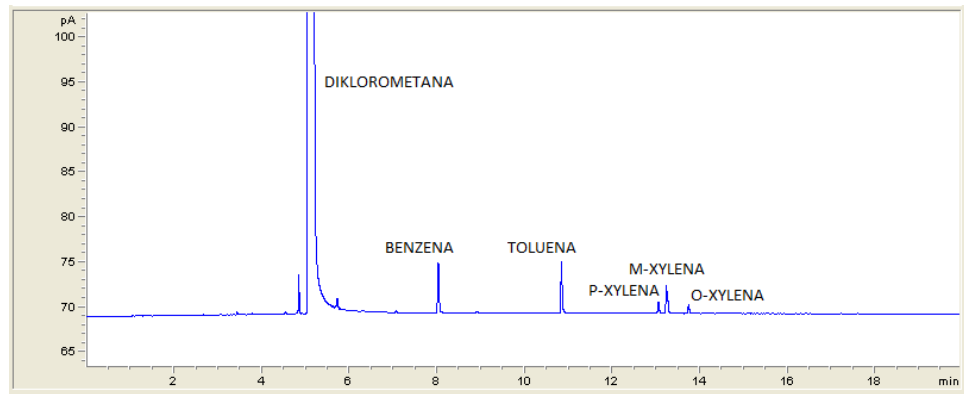
Gambar 4.1 Kromatogram Standar Benzena, Toluena, dan Xylena 0 mg/L



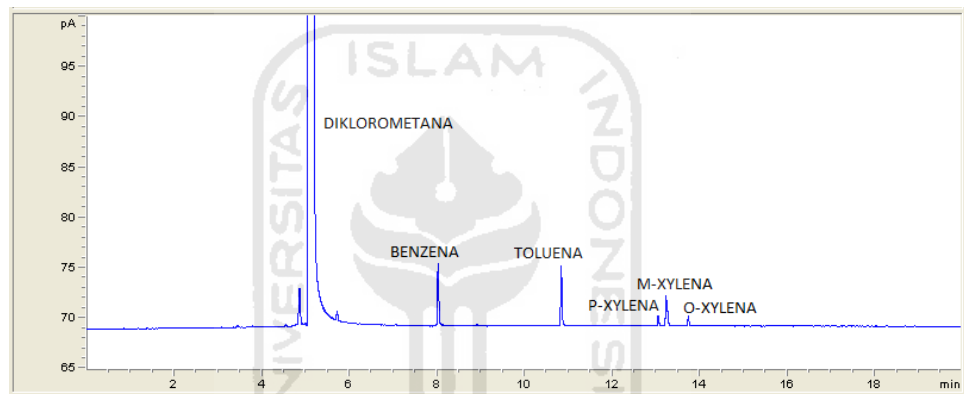
Gambar 4.2 Kromatogram Standar Benzena, Toluena, dan Xylena 20 mg/L



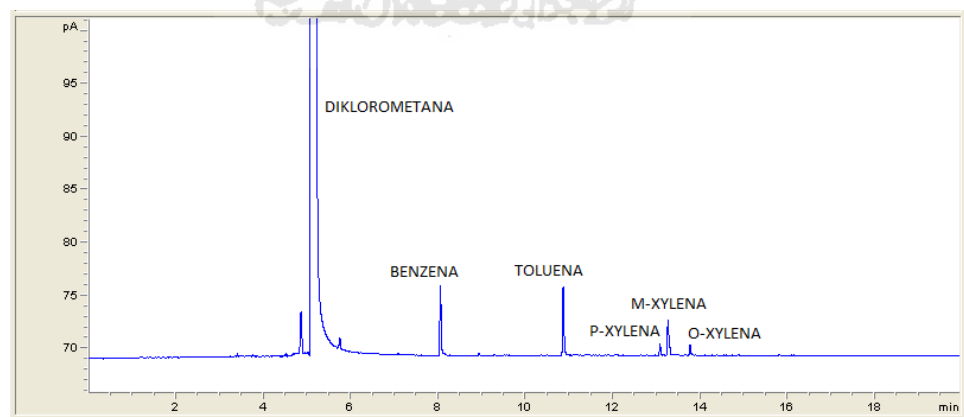
Gambar 4.3 Kromatogram Standar Benzena, Toluena, dan Xylena 40 mg/L



Gambar 4.4 Kromatogram Standar Benzena, Toluena, dan Xylena 60 mg/L



Gambar 4.5 Kromatogram Standar Benzena, Toluena, dan Xylena 80 mg/L

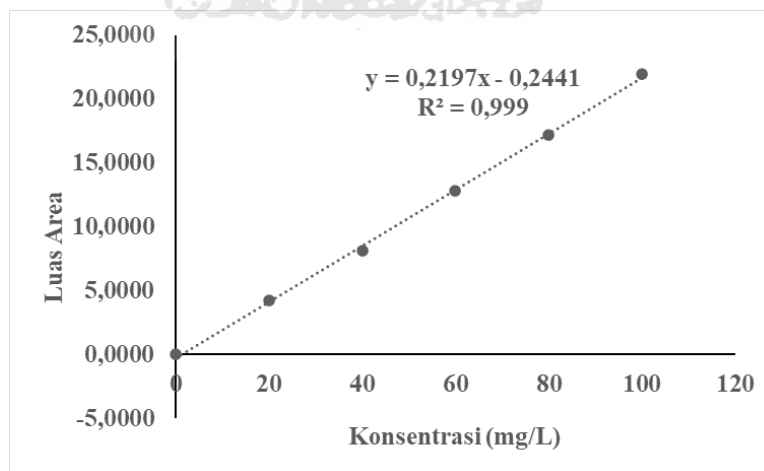


Gambar 4.6 Kromatogram Standar Benzena, Toluena, dan Xylena 100 mg/L

Kromatogram yang dihasilkan pada standar benzena, toluena, dan xylena menunjukkan komponen yang terdapat pada larutan standar benzena, toluena, dan xylena. Puncak yang pertama muncul adalah puncak

diklorometana sebagai pelarut yang memiliki titik didih sebesar 40 °C pada tekanan 1013 hPa, kemudian muncul puncak komponen benzena yang memiliki titik didih sebesar 80,1 °C pada tekanan 1013 hPa dan toluena yang memiliki titik didih sebesar 110,6 °C pada tekanan 1013 hPa, serta 3 puncak xylene yaitu para-xylene yang memiliki titik didih sebesar 138 °C, meta-xylene yang memiliki titik didih sebesar 139 °C, dan orto-xylene yang memiliki titik didih sebesar 144 °C (Arviana, 2009; Merckmillipore, 2017; Merckmillipore 2019).

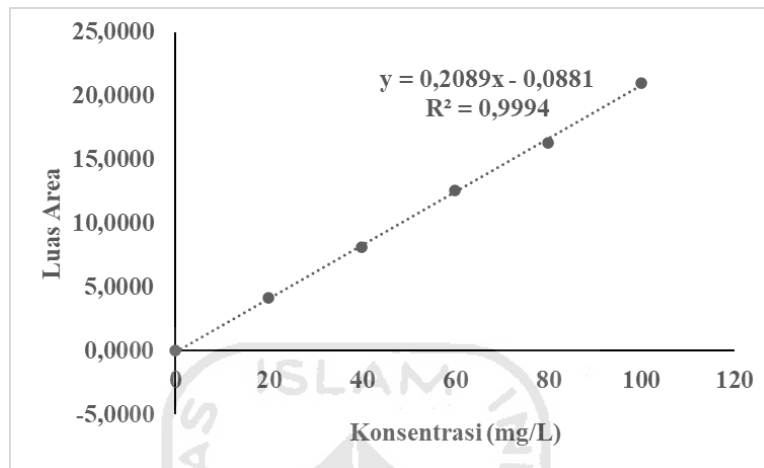
Kurva kalibrasi dibuat dengan membandingkan luas area standar sebagai sumbu y terhadap konsentrasi standar sebagai sumbu x, kemudian ditentukan persamaan regresi linear, koefisien determinasi, dan koefisien korelasinya. Persamaan regresi linear adalah metode statistika yang digunakan untuk membentuk model atau hubungan antara satu atau lebih variabel bebas x dengan sebuah variabel respon y. Koefisien determinasi merupakan hasil kuadrat dari koefisien korelasi, sedangkan koefisien korelasi yaitu angka yang menyatakan derajat hubungan antara variabel independen (x) dengan variabel dependen (y) atau untuk mengetahui kuat atau lemahnya hubungan antara variabel independen dengan variabel dependen (Anggraeni, 2015).



Gambar 4.7 Kurva Kalibrasi Benzena

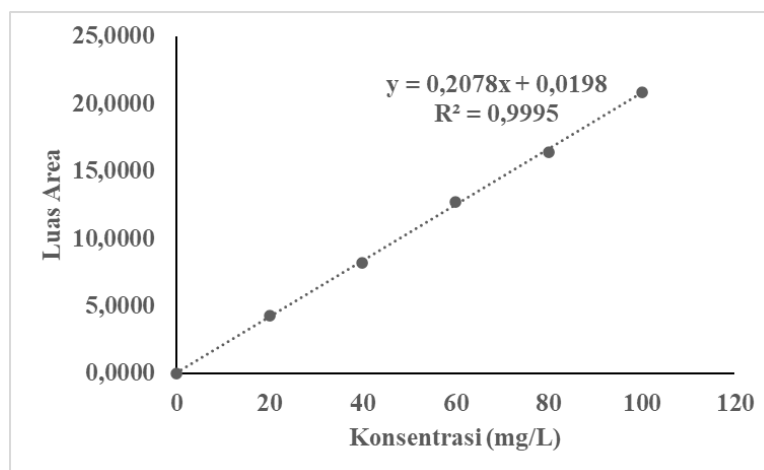
Persamaan regresi linear yang dihasilkan dari kurva kalibrasi benzena adalah $y = 0,2197x - 0,2441$, dengan koefisien determinasi sebesar 0,999

dan koefisien korelasi sebesar 0,9995. Menurut Chan (2014), koefisien korelasi (r) dalam suatu analisis dinyatakan layak diterima apabila $\geq 0,997$, sehingga koefisien korelasi benzena telah memenuhi syarat keberterimaan dan dapat dikatakan linear.



Gambar 4.8 Kurva Kalibrasi Toluena

Persamaan regresi linear yang dihasilkan dari kurva kalibrasi toluena adalah $y = 0,2089x - 0,0881$, dengan koefisien determinasi sebesar 0,9994 dan koefisien korelasi sebesar 0,9997. Menurut Chan (2014), koefisien korelasi (r) dalam suatu analisis dinyatakan layak diterima apabila $\geq 0,997$, sehingga koefisien korelasi toluena telah memenuhi syarat keberterimaan dan dapat dikatakan linear.



Gambar 4.9 Kurva Kalibrasi Xylene

Persamaan regresi linear yang dihasilkan dari kurva kalibrasi xylene adalah $y = 0,2078x + 0,0198$, dengan koefisien determinasi sebesar 0,9995 dan koefisien korelasi sebesar 0,9998. Menurut Chan (2014), koefisien korelasi (r) dalam suatu analisis dinyatakan layak diterima apabila $\geq 0,997$, sehingga koefisien korelasi xylene telah memenuhi syarat keberterimaan dan dapat dikatakan linear.

4.3 Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi

Penentuan batas deteksi (*Limit of Detection/ LOD*) dan batas kuantitasi (*Limit of Quantitation/ LOQ*) dilakukan dengan menggunakan data luas area standar Benzena, Toluena, dan Xylene 0; 20; 40; 60; 80; dan 100 mg/L. Batas deteksi menunjukkan konsentrasi terendah analit dari suatu contoh yang masih dapat dibaca oleh metode, namun tidak perlu terkuantitasi sebagai nilai yang tepat (Sumardi, 2002). Sedangkan batas kuantitasi menunjukkan konsentrasi terendah analit didalam sampel yang dapat ditentukan dengan presisi dan akurasi yang dapat diterima dalam kondisi percobaan yang ditetapkan (Ibrahim, 2007). Simpangan baku (Sy/x) merupakan ukuran satuan risiko terkecil yang menggambarkan penyimpangan yang terjadi (Ghozali dan Wibowo, 2019).

Tabel 4.2 Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi Benzena

Konsentrasi (mg/L)	Luas Area (Y)	(Yi)	(Y - Yi) ²
0	0,0000	-0,2441	0,0596
20	4,2310	4,1499	0,0066
40	8,1175	8,5439	0,1818
60	12,8583	12,9379	0,0063
80	17,2319	17,3319	0,0100
100	22,0115	21,7259	0,0815
$\sum(Y - Yi)^2$			0,3459
Slope			0,2197 L/mg
Intersep			-0,2441
Sy/x			0,2940
LOD			4,0152 mg/L
LOQ			13,3841 mg/L

Luas area standar benzena 0; 20; 40; 60; 80; dan 100 mg/L menghasilkan simpangan baku (Sy/x) sebesar 0,2940 yang menunjukkan penyimpangan yang terjadi pada kurva kalibrasi benzena. Batas deteksi (*Limit of Detection/ LOD*) benzena yang menunjukkan konsentrasi terendah benzena dari suatu sampel yang masih dapat dibaca oleh metode, namun tidak perlu terkuantitasi sebagai nilai yang tepat adalah sebesar 4,0152 mg/L. Batas kuantisasi (*Limit of Quantitation/ LOQ*) benzena yang menunjukkan konsentrasi terendah analit didalam sampel yang dapat ditentukan dengan presisi dan akurasi yang dapat diterima dalam kondisi percobaan yang ditetapkan adalah sebesar 13,3841 mg/L.

Tabel 4.3 Batas Deteksi dan Batas Kuantisasi Toluena

Konsentrasi (mg/L)	Luas Area (Y)	(Yi)	(Y - Yi) ²
0	0,0000	-0,0881	0,0078
20	4,1171	4,0899	0,0007
40	8,1025	8,2679	0,0274
60	12,5696	12,4459	0,0153
80	16,3420	16,6239	0,0794
100	21,0240	20,8019	0,0493
$\Sigma(Y - Yi)^2$			0,1799
Slope			0,2089 L/mg
Intersep			-0,0881
Sy/x			0,2121
LOD			3,0457 mg/L
LOQ			10,1524 mg/L

Luas area standar toluena 0; 20; 40; 60; 80; dan 100 mg/L menghasilkan simpangan baku (Sy/x) sebesar 0,2121 yang menunjukkan penyimpangan yang terjadi pada kurva kalibrasi toluena. Batas deteksi (*Limit of Detection/ LOD*) toluena yang menunjukkan konsentrasi terendah toluena dari suatu sampel yang masih dapat dibaca oleh metode, namun tidak perlu terkuantitasi sebagai nilai yang tepat adalah sebesar 3,0457 mg/L. Batas kuantisasi (*Limit of Quantitation/ LOQ*) toluena yang menunjukkan konsentrasi terendah analit didalam sampel yang dapat ditentukan dengan

presisi dan akurasi yang dapat diterima dalam kondisi percobaan yang ditetapkan adalah sebesar 10,1524 mg/L.

Tabel 4.4 Batas Deteksi dan Batas Kuantisasi Xylena

Konsentrasi (mg/L)	Luas Area (Y)	(Yi)	(Y - Yi) ²
0	0,0000	0,0198	0,0004
20	4,2519	4,1758	0,0058
40	8,1719	8,3318	0,0256
60	12,7439	12,4878	0,0656
80	16,4151	16,6438	0,0523
100	20,8828	20,7998	0,0069
$\Sigma(Y - Yi)^2$			0,1565
Slope			0,2078 L/mg
Intersep			0,0198
Sy/x			0,1978
LOD			2,8559 mg/L
LOQ			9,5197 mg/L

Luas area standar xylena 0; 20; 40; 60; 80; dan 100 mg/L menghasilkan simpangan baku (Sy/x) sebesar 0,1978 mg/L yang menunjukkan penyimpangan yang terjadi pada kurva kalibrasi xylena. Batas deteksi (*Limit of Detection/ LOD*) xylena yang menunjukkan konsentrasi terendah xylena dari suatu sampel yang masih dapat dibaca oleh metode, namun tidak perlu terkuantitasi sebagai nilai yang tepat adalah sebesar 2,8559 mg/L. Batas kuantisasi (*Limit of Quantitation/ LOQ*) xylena yang menunjukkan konsentrasi terendah analit didalam sampel yang dapat ditentukan dengan presisi dan akurasi yang dapat diterima dalam kondisi percobaan yang ditetapkan adalah sebesar 9,5197 mg/L.

4.4 Preparasi Sampel dan Spike

Preparasi sampel pada penentuan benzena, toluena, dan xylena dilakukan dengan metode sonikasi menggunakan pelarut diklorometana. Metode sonikasi merupakan metode dengan memanfaatkan gelombang ultrasonik dimana generator listrik ultrasonik akan membuat sinyal listrik kemudian diubah menjadi getaran fisik atau gelombang ultrasonik, sehingga memiliki efek sangat kuat yang disebut dengan efek kavitasi pada

larutan yang menyebabkan pecahnya molekul-molekul larutan tersebut (Rusdiana dkk, 2018). Diklorometana memiliki titik didih yang cukup rendah (40 °C) dibandingkan dengan titik didih benzena (80,1 °C), titik didih toluena (110,6 °C), dan titik didih xylena (137 - 143 °C), sehingga tidak mengganggu puncak atau *peak* yang keluar pada kromatogram. Pada tahapan preparasi sampel terbentuk 2 fasa, yaitu fasa air dan fasa diklorometana yang mengandung benzena, toluena, dan xylena. Fasa air akan berada diatas, sedangkan fasa diklorometana yang mengandung benzena, toluena, dan xylena akan berada di bawah karena densitas air lebih ringan dibandingkan dengan densitas diklorometana. Air memiliki densitas sebesar 1 g/cm³ dan diklorometana memiliki densitas sebesar 1,33 g/cm³ (Suga dan Fatimah, 2016; Merckmillipore, 2019).

Preparasi sampel + *spike* dilakukan menggunakan metode yang sama dengan preparasi sampel. Pada tahapan preparasi sampel + *spike* terbentuk 2 fasa, yaitu fasa air dan fasa diklorometana yang mengandung benzena, toluena, dan xylena.

4.5 Penentuan Benzena, Toluena, dan Xylena pada Sampel Air

Penentuan benzena, toluena, dan xylena pada sampel air dilakukan sebanyak 2 kali pengulangan menggunakan kromatografi gas dengan detektor ionisasi nyala dan kolom kapiler DB-5MS.

Tabel 4.5 Peak Benzena, Toluena, dan Xylena

Pengulangan	Puncak/ <i>Peak</i>	Waktu Retensi (menit)	Luas Area
1	Diklorometana	4,990	36473,8
	Benzena	7,958	7,07536
	Toluena	10,776	6,53710
	P-Xylena	12,996	1,18455
	M-Xylena	13,175	4,49974
	O-Xylena	13,682	1,03689
2	Diklorometana	4,989	39620,4
	Benzena	7,960	7,15638
	Toluena	10,777	6,57374
	P-Xylena	12,995	1,29018
	M-Xylena	13,175	4,49141
	O-Xylena	13,683	1,11986

Berdasarkan tabel 4.5 dapat dilihat bahwa urutan keluarnya puncak didasarkan pada tingkat kepolaran masing-masing komponen dan titik didih dari komponen tersebut. Fasa diam yang terdapat pada kolom kapiler bersifat cenderung non polar. Diklorometana sebagai pelarut bersifat semi polar dan titik didih paling rendah, sehingga diklorometana akan menguap terlebih dahulu dibandingkan dengan benzena, toluena, dan xylene, serta tidak tertahan lama di fasa diam yang kemudian akan keluar terlebih dahulu sebagai *peak*. Sedangkan, benzena, toluena, dan xylene bersifat non polar dan memiliki titik didih lebih tinggi dibandingkan dengan diklorometana, sehingga benzena, toluena, dan xylene akan menguap lebih lama, serta akan berinteraksi dengan fasa diam dan tertahan lebih lama di kolom sebelum keluar sebagai *peak*.

Tabel 4.6 Konsentrasi Benzena, Toluena, dan Xylene pada Sampel Air Tanah

Pengulangan	Komponen	Luas Area	Konsentrasi (mg/L)
1	Benzena	7,19371	33,8544
	Toluena	6,59020	31,9690
	Xylene	6,75900	32,4311
2	Benzena	7,23875	34,0594
	Toluena	6,60200	32,0253
	Xylene	6,74990	32,3873

Berdasarkan tabel 4.6 dapat dilihat bahwa konsentrasi masing-masing komponen pada pengulangan 1 dan pengulangan 2 yang didapatkan berada diatas batas deteksi (*Limit of Detection/ LOD*) batas kuantisasi (*Limit of Quantitation/ LOQ*), sehingga komponen benzena, toluena, dan xylene masih dapat dibaca oleh metode, baik tanpa presisi dan akurasi yang tepat maupun secara presisi dan akurasi yang tepat.

4.6 Keterulangan (*Repeatabilitas*)

Penentuan keterulangan (*repeatabilitas*) dilakukan dengan menentukan luas area dan konsentrasi benzena, toluena, dan xylene dengan menginjeksikan sampel air yang telah dipreparasi sebanyak 5 kali dalam penggunaan laboratorium yang sama, analisis yang sama, dan pereaksi, serta

peralatan yang sama. Penentuan keterulangan (*repeatabilitas*) ditentukan dengan menghitung nilai *Percent Relative Standard Deviation* (% RSD).

Tabel 4.7 Keterulangan (Repeatabilitas) Luas Area Benzena, Toluena, dan Xylena

Pengulangan	Luas Area		
	Benzena	Toluena	Xylena
1	7,23635	6,62835	6,77142
2	7,21577	6,64326	6,71733
3	7,15014	6,71789	6,65058
4	7,13845	6,59057	6,78029
5	7,15326	6,59006	6,81836
Rata-Rata	7,17879	6,634026	6,74760
Standar Deviasi	0,0348	0,0603	0,0651
RSD	0,0049	0,0091	0,0097
% RSD	0,4852%	0,9099%	0,9654%

Tabel 4.8 Keterulangan (Repeatabilitas) Konsentrasi Benzena, Toluena, dan Xylena

Pengulangan	Konsentrasi (mg/L)		
	Benzena	Toluena	Xylena
1	34,0485	32,1515	32,4909
2	33,9548	32,2229	32,2307
3	33,6561	32,5801	31,9094
4	33,6029	31,9707	32,5336
5	33,6703	31,9682	32,7169
Rata-Rata	33,7865 mg/L	32,1787 mg/L	32,3763 mg/L
Standar Deviasi	0,2007 mg/L	0,2507 mg/L	0,3135 mg/L
RSD	0,0059	0,0078	0,0097
% RSD	0,5942%	0,7791%	0,9682%

Berdasarkan tabel 4.7 dan 4.8 dapat dilihat bahwa standar deviasi yang didapatkan menunjukkan ukuran resiko terkecil atau penyimpangan yang terjadi dari analisis yang dilakukan sebanyak 5 kali. Nilai *percent relative standard deviation* (% RSD) dari luas area maupun konsentrasi benzena, toluena, dan xylena didapatkan kurang dari 2%. Menurut Harmita (2004), syarat keberterimaan untuk kriteria seksama yaitu nilai $\% \text{RSD} \leq 2\%$, sehingga metode yang digunakan telah memenuhi syarat keberterimaan atau dapat dikatakan metode yang digunakan seksama atau presisi dalam penggunaan laboratorium yang sama, analisis yang sama, dan pereaksi, serta peralatan yang sama.

4.7 Presisi Antara (*Intermediette Precision*)

Penentuan presisi antara (*intermediette precision*) dilakukan dengan menentukan luas area dan konsentrasi benzena, toluena, dan xylene dengan menginjeksikan sampel air yang telah dipreparasi sebanyak 6 kali dengan penggunaan alat, waktu, dan oleh analis yang berbeda, namun pada laboratorium yang sama sama. Penentuan presisi antara (*intermediette precision*) ditentukan dengan menghitung nilai *Percent Relative Standard Deviation* (% RSD). Sedangkan, standar deviasi merupakan ukuran satuan resiko yang terkecil (Data, 1995).

Tabel 4.9 Presisi Antara (*Intermediette Precision*) Luas Area Benzena, Toluena, dan Xylene

Pengulangan	Luas Area		
	Benzena	Toluena	Xylene
1	7,35546	6,78656	6,88081
2	7,32976	6,77404	6,75880
3	7,28473	6,66798	6,69848
4	7,26839	6,60351	6,76399
5	7,10970	6,51584	6,85862
6	7,16030	6,52753	6,53113
Rata-Rata	7,25139	6,64591	6,74864
Standar Deviasi	0,0967	0,1178	0,1263
RSD	0,0133	0,0177	0,0187
% RSD	1,3334%	1,7729%	1,8712%

Tabel 4.10 Presisi Antara (*Intermediette Precision*) Konsentrasi Benzena, Toluena, dan Xylene

Pengulangan	Konsentrasi (mg/L)		
	Benzena	Toluena	Xylene
1	34,5906	32,9089	33,0174
2	34,4736	32,8489	32,4302
3	34,2687	32,3412	32,1399
4	34,1943	32,0326	32,4552
5	33,4720	31,6129	32,9106
6	33,7023	31,6689	31,3346
Rata-Rata	34,1169 mg/L	32,2356 mg/L	32,3813 mg/L
Standar Deviasi	0,4401 mg/L	0,5640 mg/L	0,6077 mg/L
RSD	0,0129	0,0175	0,0188
% RSD	1,2900%	1,7497%	1,8767%

Berdasarkan tabel 4.9 dan 4.10 dapat dilihat bahwa standar deviasi yang didapatkan menunjukkan ukuran resiko terkecil atau penyimpangan yang terjadi dari analisis yang dilakukan sebanyak 6 kali. Nilai *percent relative standard deviation* (% RSD) dari luas area maupun konsentrasi benzena, toluena, dan xylene didapatkan kurang dari 2%. Menurut Harmita (2004), syarat keberterimaan untuk kriteria seksama yaitu nilai % RSD $\leq 2\%$, sehingga metode yang digunakan telah memenuhi syarat keberterimaan atau dapat dikatakan metode yang digunakan seksama atau presisi pada laboratorium yang sama, meskipun dilakukan menggunakan alat, waktu, dan oleh analis yang berbeda.

4.8 Kecermatan (Akurasi)

Penentuan kecermatan (akurasi) dilakukan dengan *spiking* pada suatu sampel untuk mengukur banyaknya analit yang diperoleh kembali pada suatu pengukuran. Metode yang digunakan dalam penentuan kecermatan (akurasi) yaitu dengan uji perolehan kembali atau perolehan kembali dengan memasukkan analit ke dalam matriks blanko. Kecermatan (akurasi) dapat ditentukan dengan menghitung persentase perolehan kembali (% *recovery*).

Tabel 4.11 Persen Perolehan Kembali (% *Recovery*) Benzena, Toluena, dan Xylene

Komponen	Konsentrasi Sampel (mg/L)	Konsentrasi Sampel + Spike (mg/L)	Konsentrasi Target (mg/L)	% <i>Recovery</i>
Benzena	33,5001	36,4407	2,8571	102,9218
Toluena	31,8024	34,6470	2,8571	99,5624
Xylene	32,6829	35,4404	2,8571	96,5094

Berdasarkan tabel 4.11 dapat dilihat bahwa nilai persen perolehan kembali (% *recovery*) benzena sebesar 102,9218%, toluena sebesar 99,5624%, dan xylene sebesar 96,5094%. Menurut Day dan Underwood (2002), syarat keberterimaan kecermatan (akurasi) dengan persen perolehan kembali (% *recovery*) untuk jumlah analit pada matriks sampel antara 0,001 – 0,01% atau 10 – 100 mg/L adalah 90 – 107%, sehingga

metode yang digunakan telah memenuhi syarat keberterimaan atau dapat dikatakan metode yang digunakan cermat atau akurat. Metode yang digunakan dapat memperoleh kembali analit yang digunakan dengan sempurna.

4.9 Kekuatan (*Robustness*)

Penentuan kekuatan (*robustness*) dilakukan dengan menginjeksikan sampel yang telah dipreparasi dengan perbedaan waktu sonikasi selama 15; 60; dan 120 menit pada alat kromatografi gas.

Tabel 4.12 Luas Area Benzena, Toluena, dan Xylena pada Berbagai Waktu Sonikasi

Waktu Sonikasi	Luas Area		
	Benzena	Toluena	Xylena
15 menit	7,07536	6,5371	6,72118
	7,11965	6,70307	6,85108
60 menit	7,15638	6,57374	6,79891
	7,07088	6,73781	6,87099
120 menit	7,13260	6,69305	6,87625
	7,05201	6,49426	6,76461

Berdasarkan tabel 4.12 dapat dilihat bahwa masing-masing komponen menghasilkan luas area yang tidak jauh berbeda meskipun pada waktu sonikasi yang berbeda. Penentuan kekuatan (*robustness*) digunakan untuk melihat ada tidaknya pengaruh perbedaan waktu preparasi atau sonikasi terhadap konsentrasi masing-masing komponen. Kekuatan (*robustness*) penentuan benzena, toluena, dan xylena ditentukan dengan metode ANOVA satu arah (*one way ANOVA*) menggunakan SPSS.

ANOVA

%w/v

		Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	(Combined)	.010	2	.005	.094	.913
	Linear Term	.001	1	.001	.018	.901
	Deviation	.009	1	.009	.170	.708
Within Groups		.163	3	.054		
Total		.174	5			

Gambar 4.10 Uji ANOVA Satu Arah Benzena

ANOVA

%v/v

		Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	(Combined)	.089	2	.045	.124	.888
	Linear Term	.022	1	.022	.061	.820
	Deviation	.067	1	.067	.187	.695
Within Groups		1.077	3	.359		
Total		1.166	5			

Gambar 4.11 Uji ANOVA Satu Arah Toluena

ANOVA

%v/v

		Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	(Combined)	.058	2	.029	.218	.816
	Linear Term	.023	1	.023	.169	.709
	Deviation	.036	1	.036	.268	.641
Within Groups		.400	3	.133		
Total		.458	5			

Gambar 4.12 Uji ANOVA Satu Arah Xylena

Menurut Rohman (2014), apabila nilai signifikansi yang dihasilkan dari uji ANOVA lebih kecil dari 0,05 maka hipotesis alternatif (H_a) diterima atau disimpulkan bahwa terdapat perbedaan hasil dari *treatment* yang dilakukan, sedangkan apabila nilai signifikansi lebih besar dari 0,05 maka hipotesis nol (H_0) diterima atau dapat disimpulkan bahwa tidak terdapat perbedaan hasil dari *treatment* yang dilakukan. Berdasarkan tabel 4.10, 4.11, dan 4.12 dapat dilihat bahwa nilai signifikansi benzena, toluena, dan xylena yang didapatkan pada uji ANOVA menunjukkan bahwa nilai signifikansi lebih besar dari 0,05, sehingga hipotesis alternatif (H_a) ditolak dan hipotesis nol (H_0) diterima, yaitu tidak terdapat perbedaan yang signifikan dari perbedaan variabel waktu sonikasi terhadap nilai konsentrasi benzena, toluena, dan xylena atau dapat dikatakan bahwa ketiga waktu sonikasi menghasilkan nilai konsentrasi yang sama.

Uji kekuatan (*robustness*) juga dilakukan menggunakan uji *post hoc*. Uji *post hoc* dilakukan untuk melihat ada tidaknya pengaruh perbedaan antar waktu preparasi atau sonikasi terhadap konsentrasi masing-masing komponen.

Post Hoc Tests

Multiple Comparisons

Dependent Variable: %w/v
LSD

(I) menit	(J) menit	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
					Lower Bound	Upper Bound
15	60	-,0734000	,2333315	,774	-,815965	,669165
	120	,0237000	,2333315	,926	-,718865	,766265
60	15	,0734000	,2333315	,774	-,669165	,815965
	120	,0971000	,2333315	,705	-,645465	,839665
120	15	-,0237000	,2333315	,926	-,766265	,718865
	60	-,0971000	,2333315	,705	-,839665	,645465

Gambar 4.13 Uji *Post Hoc* Benzena

Post Hoc Tests

Multiple Comparisons

Dependent Variable: %w/v
LSD

(I) menit	(J) menit	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
					Lower Bound	Upper Bound
15	60	-,1708500	,5991141	,794	-2,077498	1,735798
	120	,1265500	,5991141	,846	-1,780098	2,033198
60	15	,1708500	,5991141	,794	-1,735798	2,077498
	120	,2974000	,5991141	,654	-1,609248	2,204048
120	15	-,1265500	,5991141	,846	-2,033198	1,780098
	60	-,2974000	,5991141	,654	-2,204048	1,609248

Gambar 4.14 Uji *Post Hoc* Toluena

Post Hoc Tests

Multiple Comparisons

Dependent Variable: %w/v
LSD

(I) menit	(J) menit	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
					Lower Bound	Upper Bound
15	60	-,2349000	,3650738	,566	-1,396728	,926928
	120	-,1650500	,3650738	,682	-1,326878	,996778
60	15	,2349000	,3650738	,566	-,926928	1,396728
	120	,0698500	,3650738	,860	-1,091978	1,231678
120	15	,1650500	,3650738	,682	-,996778	1,326878
	60	-,0698500	,3650738	,860	-1,231678	1,091978

Gambar 4.15 Uji *Post Hoc* Xylena

Menurut Rohman (2014), apabila nilai signifikansi yang dihasilkan dari uji ANOVA lebih kecil dari 0,05 maka hipotesis alternatif (H_a) diterima

atau disimpulkan bahwa terdapat perbedaan hasil dari *treatment* yang dilakukan, sedangkan apabila nilai signifikansi lebih besar dari 0,05 maka hipotesis nol (H_0) diterima atau dapat disimpulkan bahwa tidak terdapat perbedaan hasil dari *treatment* yang dilakukan. Berdasarkan tabel 4.13, 4.14, dan 4.15 dapat dilihat bahwa nilai signifikansi benzena, toluena, dan xylene antar waktu sonikasi yang didapatkan pada uji *post hoc* lebih kecil dari 0,05 sehingga hipotesis alternatif (H_a) ditolak dan hipotesis nol (H_0) diterima, yaitu tidak terdapat perbedaan yang signifikan dari perbedaan antar waktu sonikasi terhadap konsentrasi benzena, toluena, dan xylene.

4.10 Selektifitas

Penentuan selektifitas dilakukan menggunakan data waktu retensi dan lebar puncak dari penentuan benzena, toluena, dan xylene. Penentuan selektifitas dilakukan untuk memisahkan dan menganalisis kuantitatif analit dengan adanya komponen lain dalam sampel (Mulyadi, 2011).

Tabel 4.13 Selektifitas Benzena, Toluena, dan Xylene

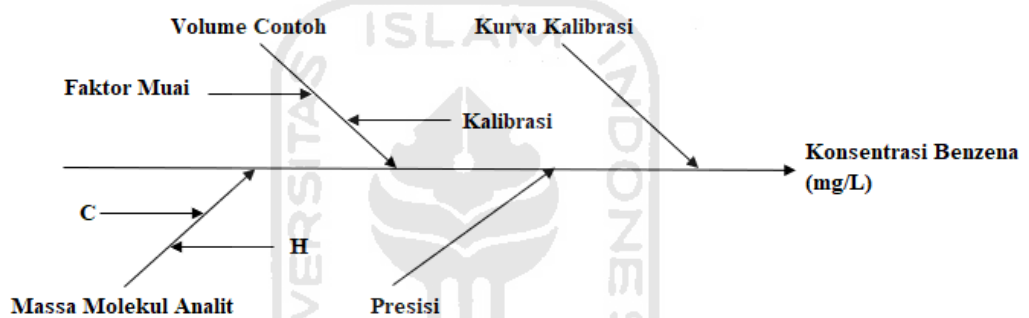
Pengulangan	Komponen	Waktu Retensi (menit)	Lebar Puncak	Resolusi (Rs)
1	Benzena	7,962	0,0546	51,2648
	Toluena	10,779	0,0553	43,0039
	P-Xylene	12,998	0,0479	2,9527
	M-Xylene	13,179	0,0747	8,3209
	O-Xylene	13,682	0,0462	50,7111
	Benzena	7,963	0,0551	43,2780
2	Toluena	10,780	0,0560	3,0390
	P-Xylene	12,998	0,0465	8,4667
	M-Xylene	13,177	0,0713	
	O-Xylene	13,685	0,0487	

Menurut Miller dan Miller (2005), syarat keberterimaan selektifitas adalah memiliki nilai resolusi puncak (R_s) $\geq 1,5$. Berdasarkan tabel 4.13 dapat dilihat bahwa nilai resolusi puncak (R_s) antar komponen didapatkan

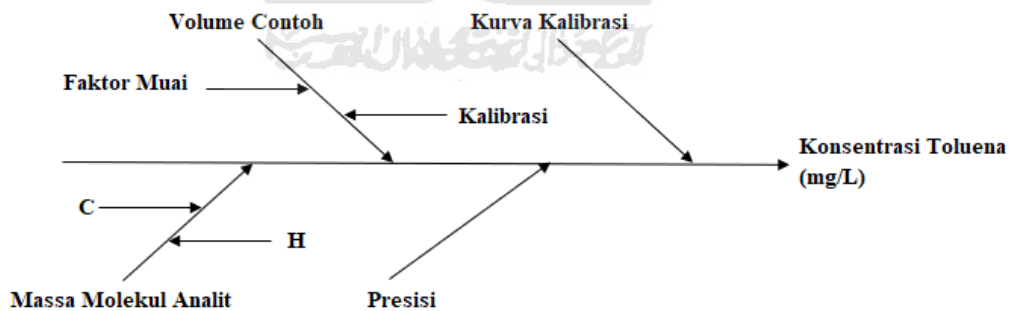
lebih dari 1,5, sehingga masing-masing komponen dalam sampel dapat terpisah secara sempurna atau dapat dikatakan memiliki selektifitas yang baik.

4.11 Estimasi Ketidakpastian Pengukuran

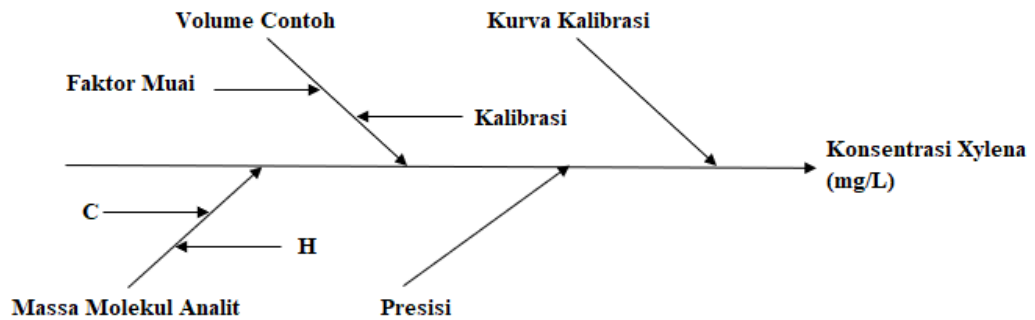
Penentuan ketidakpastian pengukuran dilakukan dengan menggunakan data linearitas dan data penentuan benzena, toluena, dan xylene pada sampel air tanah kemudian dihitung nilai ketidakpastian ketidakpastian kurva kalibrasi dan ketidakpastian presisi yang digabungkan menjadi ketidakpastian gabungan dan ketidakpastian diperluas.



Gambar 4.16 Diagram Tulang Ikan (*Fish Bone*) Benzena



Gambar 4.17 Diagram Tulang Ikan (*Fish Bone*) Toluena



Gambar 4.20 Diagram Tulang Ikan (*Fish Bone*) Xylena

Ketidakpastian benzena berasal dari ketidakpastian kurva kalibrasi dan ketidakpastian presisi. Ketidakpastian kurva kalibrasi didapatkan dari data konsentrasi larutan standar, luas area standar, dan luas area sampel. Sedangkan, ketidakpastian presisi didapatkan dari data konsentrasi benzena, toluena, dan xylena pada sampel air tanah.

Tabel 4.14 Ketidakpastian Pengukuran Benzena, Toluena, dan Xylena

Parameter Ketidakpastian	Nilai		
	Benzena	Toluena	Xylena
Ketidakpastian volume contoh ($\mu(V_c)$)	0,0124	0,0124	0,0124
Ketidakpastian kurva kalibrasi ($\mu(C_x)$)	1,1226	0,8573	0,8030
Ketidakpastian massa molekul analit ($\mu(M)$)	0,0028	0,0032	0,0037
Ketidakpastian presisi ($\mu(p)$)	0,1025	0,0281	0,0219
Ketidakpastian gabungan (μ_c)	0,0228	0,0173	0,0163
Ketidakpastian diperluas (μ)	0,0456	0,0347	0,0325
Ketidakpastian dilaporkan	33,9569 $\pm 0,0456$ mg/L	31,9971 $\pm 0,0347$ mg/L	32,4092 $\pm 0,0325$ mg/L

Menurut Sunardi dkk (2007), ketidakpastian merupakan rentang nilai benar dari hasil penelitian atau pengujian. Berdasarkan tabel 4.14, dapat dilihat bahwa nilai ketidakpastian atau rentang nilai benar untuk konsentrasi benzena adalah antara 33,9569 – 0,0456 mg/L dan 33,9569 + 0,0456 mg/L atau dapat dikatakan berada antara 33,9113 mg/L sampai dengan 34,0025 mg/L, untuk konsentrasi toluena adalah antara 31,9971 – 0,0347 mg/L dan 31,9971 + 0,0347 mg/L atau dapat dikatakan berada

antara 31,9624 mg/L sampai dengan 32,0318 mg/L, dan untuk konsentrasi xylena adalah antara $32,4092 - 0,0325$ mg/L dan $32,4092 + 0,0325$ mg/L atau dapat dikatakan berada antara 32,3767 mg/L sampai dengan 32,4417 mg/L.



BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian validasi metode penentuan benzena, toluena, dan xylene di PPPTMGB “LEMIGAS” Jakarta dapat disimpulkan bahwa:

- 1) Konsentrasi benzena pada sampel air didapatkan sebesar 33,9569 mg/L; konsentrasi toluena pada sampel air sebesar 31,9971 mg/L; dan konsentrasi xylene pada sampel air tanah sebesar 32,4092 mg/L yang menunjukkan bahwa komponen benzena, toluena, dan xylene dapat dianalisis menggunakan metode tersebut karena nilai konsentrasi yang didapatkan berada di atas batas deteksi dan batas kuantisasi, yaitu batas deteksi (*Limit of Detection/ LOD*) benzena sebesar 4,0152 mg/L; batas deteksi (*Limit of Detection/ LOD*) toluena sebesar 3,0457 mg/L; batas deteksi (*Limit of Detection/ LOD*) xylene sebesar 2,8559 mg/L; batas kuantisasi (*Limit of Quantitation/ LOQ*) benzena sebesar 13,3841 mg/L; batas kuantisasi (*Limit of Quantitation/ LOQ*) toluena sebesar 10,1524; batas kuantisasi (*Limit of Quantitation/ LOQ*) xylene sebesar 9,5197.
- 2) Hasil validasi metode penentuan benzena, toluena, dan xylene pada sampel air tanah telah memenuhi syarat keberterimaan untuk parameter validasi yang menunjukkan bahwa metode tersebut dapat digunakan untuk analisis komponen benzena, toluena, dan xylene pada sampel air, yaitu: koefisien korelasi (r) benzena sebesar 0,9995; koefisien korelasi (r) toluena sebesar 0,9997; koefisien korelasi (r) xylene sebesar 0,9998; keterulangan (repeatabilitas) untuk luas area benzena sebesar 0,4852 % dan untuk konsentrasi benzena sebesar 0,5942 %; keterulangan (repeatabilitas) untuk luas

area toluena sebesar 0,9099 % dan untuk konsentrasi toluena sebesar 0,7791 %; keterulangan (repeatabilitas) untuk luas area xylene sebesar 0,9654 % dan untuk konsentrasi xylene sebesar 0,9682 %; presisi antara (*intermediate precision*) untuk luas area benzena sebesar 1,3334 % dan untuk konsentrasi benzena sebesar 1,2900 %; presisi antara (*intermediate precision*) untuk luas area toluena sebesar 1,7729 % dan untuk konsentrasi toluena sebesar 1,7497 %; presisi antara (*intermediate precision*) untuk luas area xylene sebesar 1,8712 % dan untuk konsentrasi xylene sebesar 1,8767 %; kecermatan (akurasi) benzena sebesar 102,9218 %; kecermatan (akurasi) toluena sebesar 99,5624 %; kecermatan (akurasi) xylene sebesar 96,5094 %; kekuatan (*robustness*) untuk Benzena, Toluena, dan Xylene memiliki nilai signifikansi lebih dari 0,05; selektifitas untuk resolusi antara benzena dengan toluena pada pengulangan 1 adalah sebesar 51,2648 dan pada pengulangan 2 sebesar 50,7111; selektifitas untuk resolusi antara toluena dengan para-xylene pada pengulangan 1 adalah sebesar 43,0039 dan pada pengulangan 2 sebesar 43,2780; selektifitas untuk resolusi antara para-xylene dengan meta-xylene pada pengulangan 1 adalah sebesar 2,9527 dan pada pengulangan 2 sebesar 3,0390; selektifitas untuk resolusi antara meta-xylene dengan orto-xylene pada pengulangan 1 adalah sebesar 8,3209 dan pada pengulangan 2 sebesar 8,4667; estimasi ketidakpastian pengukuran benzena sebesar $33,9569 \pm 0,0456$ mg/L; estimasi ketidakpastian pengukuran toluena sebesar $31,9971 \pm 0,0347$ mg/L; estimasi ketidakpastian pengukuran xylene sebesar $32,4092 \pm 0,0325$ mg/L.

5.2 Saran

Berdasarkan hasil penelitian validasi metode penentuan benzena, toluena, dan xylene pada sampel air menggunakan kromatografi gas dengan detektor ionisasi nyala dan kolom kapiler DB-5MS yang telah dilakukan, maka metode analisis tersebut dapat digunakan untuk

menganalisis komponen benzena, toluena, dan xylene pada sampel air, serta dapat digunakan untuk penelitian lebih lanjut untuk jenis sampel yang lebih spesifik.



DAFTAR PUSTAKA

- Agency for Toxic Substances and Disease Registry (ATSDR). 2000. *Benzene Toxicity*. Atlanta, Georgia, USA: US Department of Health and Human Service, Public Health Service.
- Agency for Toxic Substances and Disease Registry (ATSDR). 2005. *Toxicological Profiles for Benzene*. Atlanta, Georgia, USA: US Department of Health and Human Service, Public Health Service.
- Agency for Toxic Substances and Disease Registry (ATSDR). 2006. *Case Studies in Environmental Medicine, Benzene Toxicity*. Atlanta, Georgia, USA: US Department of Health and Human Service, Public Health Service.
- Agency for Toxic Substances and Disease Registry (ATSDR). 2007. *Carcinogenic Effects of Benzenes (An Update)*. Atlanta, Georgia, USA: US Department of Health and Human Service, Public Health Service.
- Anggraeni, N. D. 2015. Pengaruh Good Corporate Governance dan Earning Power terhadap Manajemen Laba. *Skripsi*. Fakultas Ekonomi. Bandung: Universitas Pasundan.
- Arviana, Nerissa. 2009. Produksi Benzena, Toluena, dan Xilena (BTX) dari Minyak Jarak melalui Reaksi Simultan Perengkahan dan Dehidrogenasi menggunakan Katalis Za-ZSM-5. *Skripsi*. Fakultas Teknik. Depok: Universitas Indonesia.
- Chan, C. C., H. L. Y., Lee., dan X., Zhang. 2004. *Analytical Method Validation and Instrumental Performance Verification*. Willey Intercine A, John Willey, and Sons. Inc. Publication.
- Chandra, Budiman. 2007. *Pengantar Kesehatan Lingkungan*. Jakarta: EGC.
- Day, R. A. dan Underwood, A. L. 1999. *Analisis Kimia Kuantitatif*, diterjemahkan oleh: Pudjaatmaka, A. H. Jakarta: Erlangga.
- Data, P. 1995. *Pengantar Statistik*. Jakarta: Pendidikan Kebudayaan dan Setjen Kemdikbud.
- Environmental Protection Agency. 1998. *Carcinogenic Effects of Benzenes (An Update)*. U.S.A Environmental Protection Agency.
- Ermer, J. H. dan Miller, McB. 2005. *Method Validation in Pharmaceutical Analysis, A Guide to Best Practice*. Weinheim: WILEY-VCH Verlag GmbH and Co. KGaA.

- EURACHEM/ CITAC Guide CG 4. 2000. Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement. *UK Department of Trade and Industry as Part of The National Measurement System Valid Analytical Measurement (VAM) Programme*.
- Gandjar, I.G. dan Rohman, A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Ghozali, M. R. dan Wibowo, R. 2019. Analisis Risiko Produksi Usaha Tani Bawang Merah di Desa Petak Kecamatan Bagor Kabupaten Nganjuk. *Jurnal Ekonomi Pertanian dan Agribisnis*. 3. 294 – 310.
- Gonzales, A. G., dan Herrador, M. A. 2007. A Practical Guide to Analytical Method Validation, Including Measurement Uncertainty and Accuracy Profiles. *Trend in Analytical Chemistry*. 26. 227 – 238.
- Gritter, R. J., Bobbit, J. M., dan Swharting, A. E. 1991. *Pengantar Kromatografi Edisi Kedua*. Bandung: ITB.
- Hamilton, R. J., Phillips, S. D., McCluskey, G. J. 2003. *Occupational, Industrial, and Environmental Toxicology, 2nd Edition*. Pennsylvania, USA: Mosby Inc.
- Hanafiah, Kemas Ali. 2005. *Dasar-Dasar Ilmu Tanah*. Jakarta: Raja Grafindo.
- Harmita. 2004. Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian 1*. 3. 117 – 135.
- Hendayana, Sumar. 2006. *Kimia Pemisahan Metode Kromatografi dan Elektroforesis Modern*. Bandung: PT Remaja Rosdakarya.
- Hetiny. 2011. *Karya Ilmiah Pengaruh Benzene didalam Bensin*. https://www.chemicalbook.com/ChemicalProductProperty_EN_CB0428260.html, diakses pada tanggal 5 Juni 2020.
- International Agency for Research on Cancer (IARC)/ WHO. 2012. *Estimated Cancer Incidence, Mortality, and Prevalence World Wide in 2012*.
- Irawati, Yana. 2010. Analisis Resiko Kesehatan Paparan Xylene pada Pekerja Bengkel Sepatu 'X' di Kawasan Perkampungan Industri Kecil (PIK) Pulogadung Jakarta Timur 2010. *Tesis*. Fakultas Kesehatan Masyarakat. Depok: UI.
- Jacobson, G. A. dan McLean, S. 2003. Biological Monitoring of Low Level Occupational Xylene Exposure and The Role of Recent Exposure. *British Occupational Hygiene Society*. 47. 331 – 336.
- Johnson, E. L. dan Stevenson, R. 1991. *Dasar Kromatografi Cair*, diterjemahkan oleh: Kosasih Padmawinata. Bandung: ITB.
- Juwita, Ratulani. t.t. *Kimia Dasar*. Sumatera Barat: STKIP.

- Kusnoputranto, Haryoto. 2010. *Kesehatan Lingkungan*. Jakarta: UI Press.
- Kusumaningtyas, D. I., Sumarno, D., dan Purnama, P. 2016. Estimasi Ketidakpastian Pengukuran dalam Metode Penentuan Fosfat (P-PO_4) Seacara Spektrofotometri. *Buletin Teknik Litkayasa*. 14. 1 – 8.
- Lael, B. F., Sntosa, B., Aryadi, T. 2018. Perbedaan Penggunaan Xylol (Xylene) dan Toluol (Toluene) pada Proses Clearing terhadap Kualitas Preparat Awetan Permanen *Cimex lectularius*. *Prosiding Seminar Nasional Mahasiswa Unimus*. 1. 232 – 237.
- Lie, L. C. C. 2011. Optimasi Metode Analisis Asam Valporat Secara Kromatografi Gas. *Skripsi*. FMIPA. Depok: UI.
- McNair, H. M. dan Miller, J. M. 1998. *Basic Gas Chromatography*. New York: John Willey & Sons.
- Mardoni. 2007. *Perbandingan Metode Kromatografi Gas Dan Berat Jenis Pada Penetapan Kadar Etanol Dalam Minuman Anggur*. http://www.usd.ac.id/06/publ_dosen/far/mardoni.pdf, diakses pada tanggal 13 Juni 2020.
- Merckmillipore. 2017. Sigmaaldrich. *Lembar Data Keselamatan Bahan menurut Peraturan (UE) No. 1907/2006 Versi 1.0*. Supelco: www.merckmillipore.com, diakses pada tanggal 20 Juni 2020.
- Merckmillipore. 2017. Sigmaaldrich. *Lembar Data Keselamatan Bahan menurut Peraturan (UE) No. 1907/2006 Versi 7.2*. Supelco: www.merckmillipore.com, diakses pada tanggal 20 Juni 2020.
- Merckmillipore. 2019. Sigmaaldrich. *Lembar Data Keselamatan Bahan menurut Peraturan (UE) No. 1907/2006 Versi 3.9*. Supelco: www.merckmillipore.com, diakses pada tanggal 20 Juni 2020.
- Merckmillipore. 2019. Sigmaaldrich. *Lembar Data Keselamatan Bahan menurut Peraturan (UE) No. 1907/2006 Versi 5.15*. Supelco: www.merckmillipore.com, diakses pada tanggal 20 Juni 2020.
- Mulyadi, I. K. A. 2011. Validasi Metode Analisis Irbesartan dalam Plasma In Vitro Secara Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT). *Skripsi*. FMIPA. Depok: UI.
- Moskovkina, M. N., dan Milina, R. S. 2008. Environmental Organic Pollutants Analysis. *Eurasian Journal of Analytical Chemistry*. 1. 123 – 133.
- Panggabean, A. S., Pasaribu, S. P., dan Kristiana, F. 2018. The Utilization of Nitrogen Gas a Carrier Gas in Determination of Hg Ions Using Cold Vapor-Atomic Absorption Spectrophotometer (CV-AAS). *Indonesian Journal of Chemistry* 18. 2. 279 – 285.

- Panggabean, A. S., Widyastuti, T., Hindryawati, N. 2019. Validasi Metode Penentuan Benzena, Toluena, dan Xilena pada Sampel Udara dan Tanah Menggunakan Kromatografi Gas. *ALCHEMY* 15. 2. 177 – 189.
- Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 70 Tahun 2016. *Standar dan Persyaratan Kesehatan Lingkungan Kerja Industri*. Jakarta.
- Pramono. 2014. *Estimasi Ketidakpastian Pengukuran*. Tangerang: BMD Street Consulting.
- Proctor, W. dan Yoder, J. 1988. *The Self-Confident Child*. New York: Library of Congress Catalog in Publication Data.
- Ramdyasari, Intan. 2014. Pengolahan Air Sumur Menjadi Air Siap Minum Melalui Proses Reverse Osmosis. *Skripsi*. Jurusan Teknik Kimia. Palembang: Politeknik Negeri Sriwijaya.
- Riyanto. 2014. *Validasi dan Verifikasi Metode*. Yogyakarta: Deepublish.
- Slamet. 2007. *Kesehatan Lingkungan*. Yogyakarta: UGM Press.
- Suga, K. K. dan Fatimah, F. 2016. Penentuan Massa Jenis Zat Cair. *Laporan Praktikum*. Fakultas Pertanian. Purwokerto: Universitas Jenderal Soedirman.
- Sunardi, TS, Susana, Nuraini, E. 2007. Ketidakpastian Pengukuran pada Metode AANC untuk Analisis N, P, K, Si, Al, Cu, Fe dalam Cuplikan Sedimen. *Prosiding PPI-PDIPTN*. 256 – 262.
- Suriawiria, Unus. 2007. *Air dalam Kehidupan dan Lingkungan yang Sehat*. Bandung: Alumni.
- Syilfi, Ispriyanti, D., Safitri, D. 2012. Analisis Regresi Linier Piecewise Dua Segmen. *Jurnal Gaussian*. 1. 219 – 228.
- Taufiq, M., Sabarudin. A., dan Mulyasuryani. A. 2016. Pengembangan dan Validasi Metode Destruksi Gelombang Mikro untuk Penentuan Logam Berat Kadmium dan Timbal dalam Cokelat dengan Spektroskopi Serapan Atom (SSA). *ALCHEMY* 5. 2. 31 – 37.
- Warsito, Agus. 2007. Analisis Pemajanan Toluena Terhadap Profil Darah pada Pekerja Sektor Industri Penyulingan Minyak Bumi. *Tesis*. Magister Kesehatan Lingkungan. Semarang: Universitas Diponegoro.
- White, Alexandra J., Teitelbaum, Susan L., Stellman, Steven D., Beyea, Jan., Steck, Susan E., Mordukhovich, Irina., McCarty, Kathleen M., Ahn, Jiyoung., Jr., Pavel Rossner., Santella, Regina M., Gammon, Marilie D. 2014. Indoor Air Pollution Exposure from Use of Indoor

Stoves and Fireplaces in Association with Breast Cancer: A Case-Control Study. *Environmental Health*. 13. 1 – 12.

Widada, B. 2000. Pengenalan Alat Kromatografi Gas. *Urania*. 6. 1-6.

Wispriyono dan Handoyo. 2016. Risiko Kesehatan Pajanan Benzena, Toluena, dan Xylena Petugas Pintu Tol. *Jurnal Kesehatan Masyarakat*. 2. 96 – 102.

Yamada, E., Hosokawa, Y., Furuya, Y., Matsushita, K., dan Fusu, Y. 2004. Simple Analysis of Volatile Organic Compounds (VOCs) in The Atmosphere Using Passive Samplers. *Analytical Sciences*. 20. 107 – 112.

Yuwono, M. dan Indrayanto, G. 2005. Validation of Chromatographic Methods of Analysis. *Profiles of Drug Substances, Excipients and Related Methodology*. 32.



LAMPIRAN

Lampiran 1. Kondisi operasi alat

Injector <i>Syringe size</i> <i>Injection volume</i> <i>Multiple injection delay</i> <i>Solvent A washes</i> <i>Solvent B washes</i> <i>Sample washes</i> <i>Sample pumps</i>	<i>10 μL</i> <i>0,2 μL</i> <i>0 second</i> <i>5 (PreInjection); 5 (PostInjection)</i> <i>0 (PreInjection); 0 (PostInjection)</i> <i>3 (PreInjection)</i> <i>6 (PreInjection)</i>
Split-Splitless Inlet <i>Heater</i> <i>Pressure</i> <i>Total flow</i> <i>Septum purge flow</i> <i>Gas saver</i> <i>Mode</i> <i>Split ratio</i>	<i>300°C</i> <i>5,963 psi</i> <i>104 mL/min</i> <i>3 mL/min</i> <i>20 mL/min</i> <i>Split</i> <i>100 : 1 (100 mL/min)</i>
Column <i>Column size</i> <i>Initial temperature</i> <i>Final temperature</i> <i>Flow</i> <i>Pressure</i> <i>Average velocity</i> <i>Holdup time</i> <i>Initial value</i> <i>Initial holdup time</i> <i>Initial run time</i> <i>Ramp 1 rate</i> <i>Ramp 1 value</i> <i>Ramp 1 holdup time</i> <i>Ramp 1 run time</i> <i>Post run</i>	<i>30 m X 250 μm X 0,5 μm</i> <i>35°C</i> <i>325°C</i> <i>1 mL/min</i> <i>5,963 psi</i> <i>29,132 cm/sec</i> <i>1,7163 min</i> <i>1 mL/min</i> <i>22 min</i> <i>22 min</i> <i>1 mL/min per min</i> <i>5 mL/min</i> <i>200 min</i> <i>157,5 min</i> <i>1,5 mL/min</i>
Oven <i>Equibration time</i> <i>Post run time</i> <i>Initial value</i> <i>Initial holdup time</i> <i>Initial run time</i> <i>Ramp 1 rate</i> <i>Ramp 1 value</i> <i>Ramp 1 holdup time</i>	<i>5 min</i> <i>0 min</i> <i>35°C</i> <i>5 min</i> <i>5 min</i> <i>10°C/min</i> <i>280°C</i> <i>3,5 min</i>

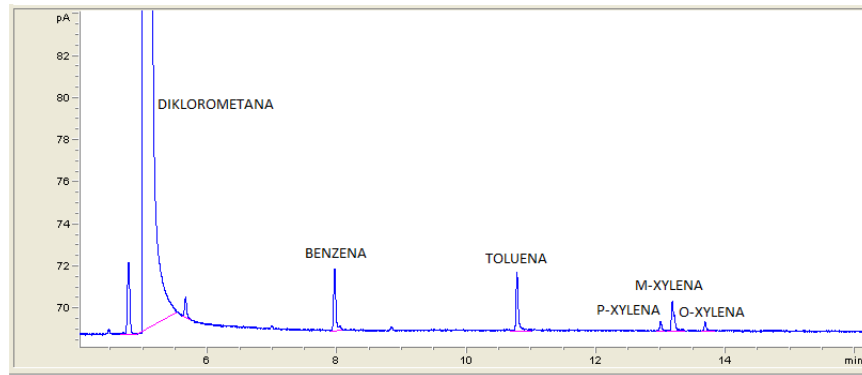
<i>Ramp 1 run time</i>	<i>33 min</i>
<i>Ramp 2 rate</i>	<i>10°C/min</i>
<i>Ramp 2 value</i>	<i>325°C</i>
<i>Ramp 2 holdup time</i>	<i>120 min</i>
<i>Ramp 2 run time</i>	<i>157,5 min</i>
<i>Post run</i>	<i>35°C</i>
<i>Detectors</i>	
<i>Heater</i>	<i>350°C</i>
<i>H₂ flow</i>	<i>30 mL/min</i>
<i>Air flow</i>	<i>150 mL/min</i>
<i>Makeup flow (N₂)</i>	<i>10 mL/min</i>
<i>Flame and Electrometer</i>	<i>Yes</i>



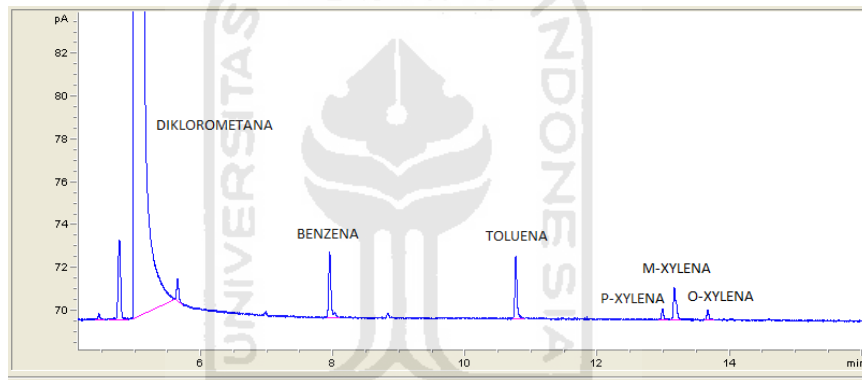
Lampiran 2. Kromatogram benzena, toluena, dan xylene

I. Kromatogram penentuan benzena, toluena, dan xylene

1. Pengulangan 1

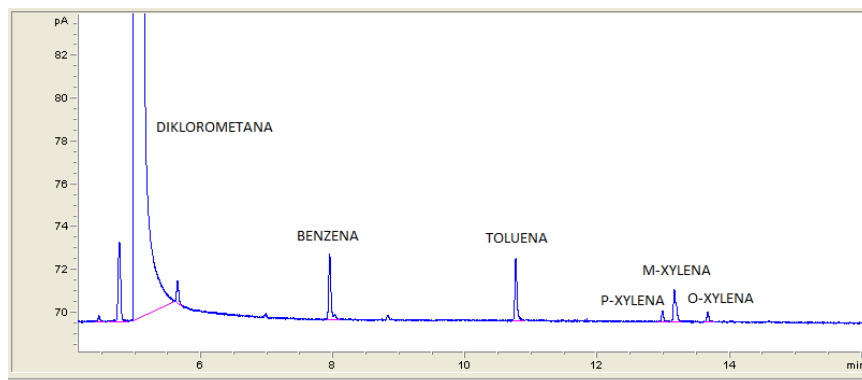


2. Pengulangan 2

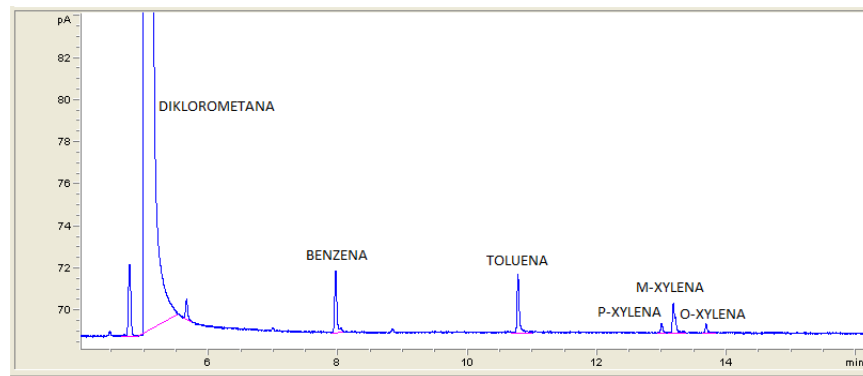


II. Kromatogram penentuan keterulangan (repeatabilitas)

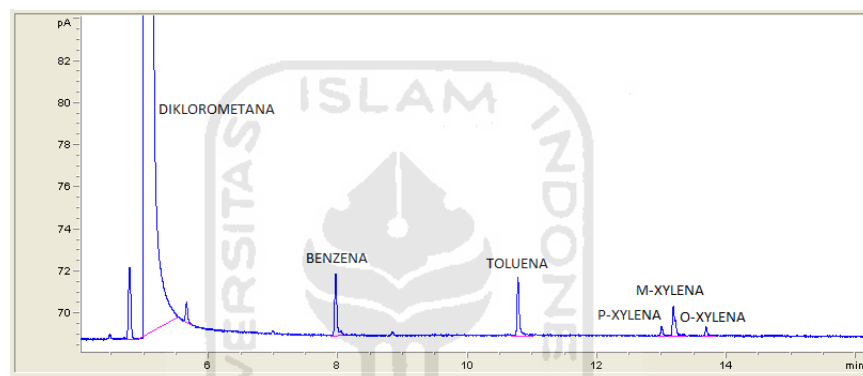
1. Pengulangan 1



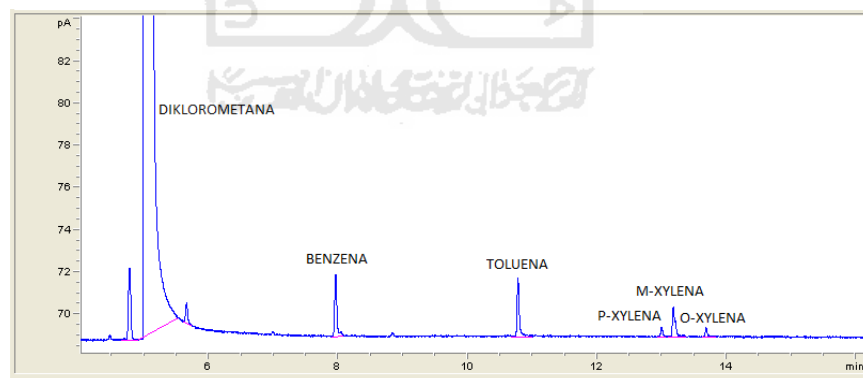
2. Pengulangan 2



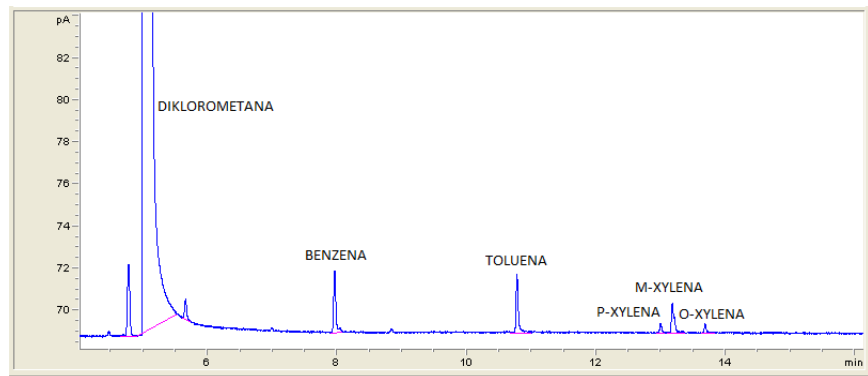
3. Pengulangan 3



4. Pengulangan 4

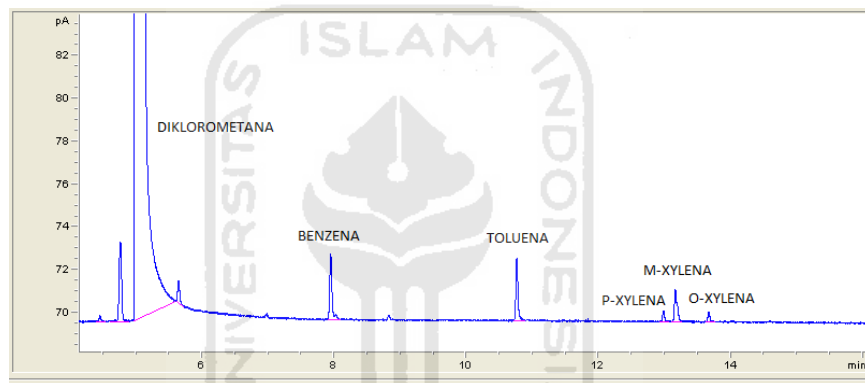


5. Pengulangan 5

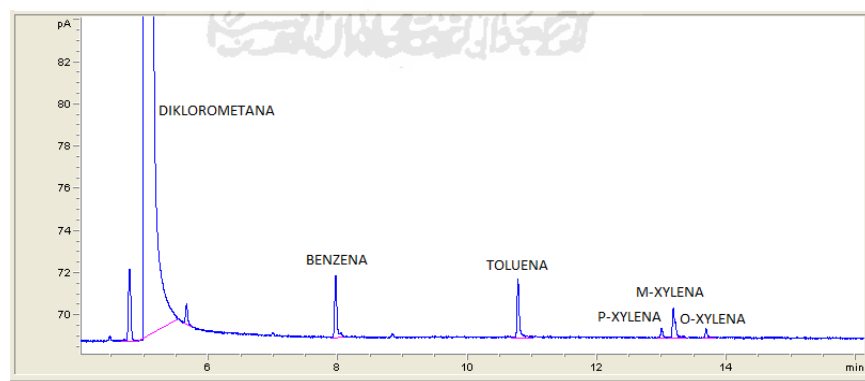


III. Kromatogram penentuan presisi antara (*intermediate precision*)

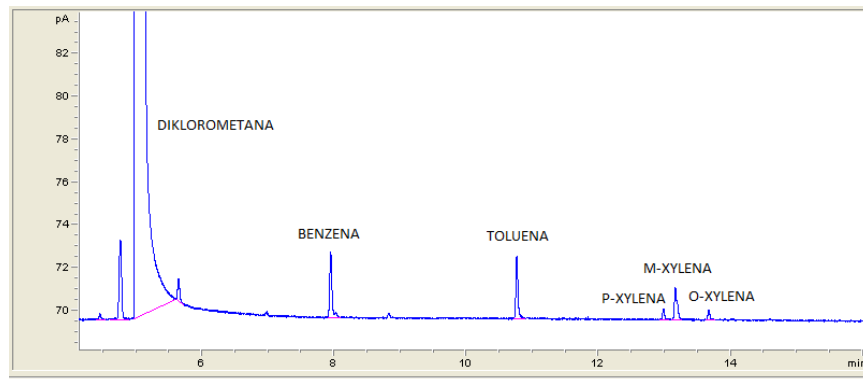
1. Pengulangan 1



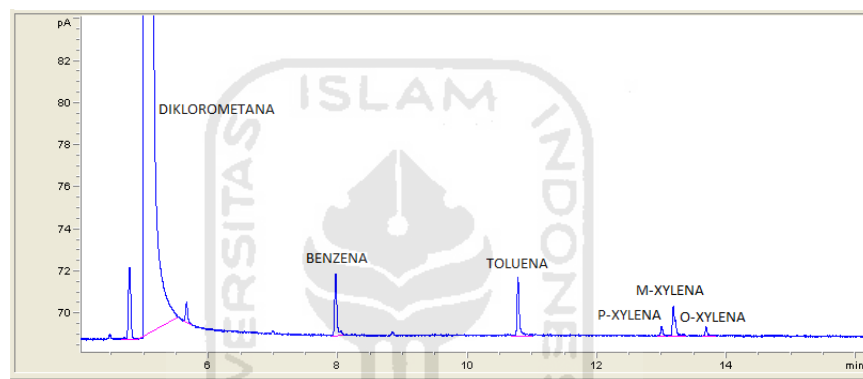
2. Pengulangan 2



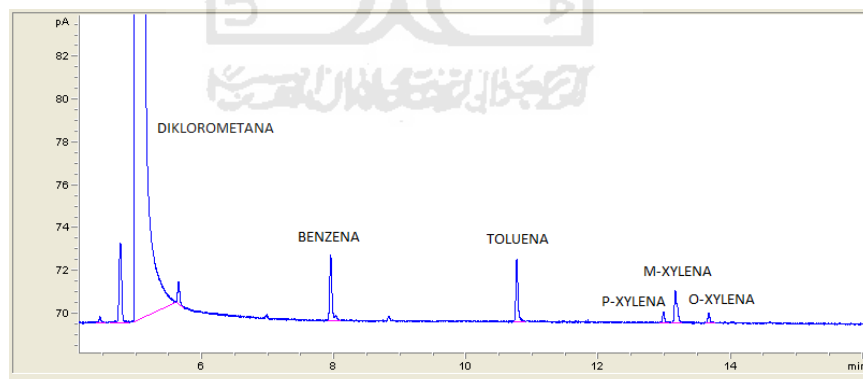
3. Pengulangan 3



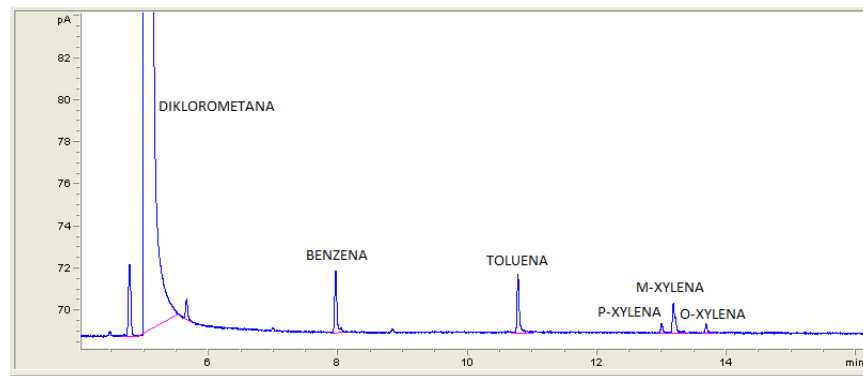
4. Pengulangan 4



5. Pengulangan 5



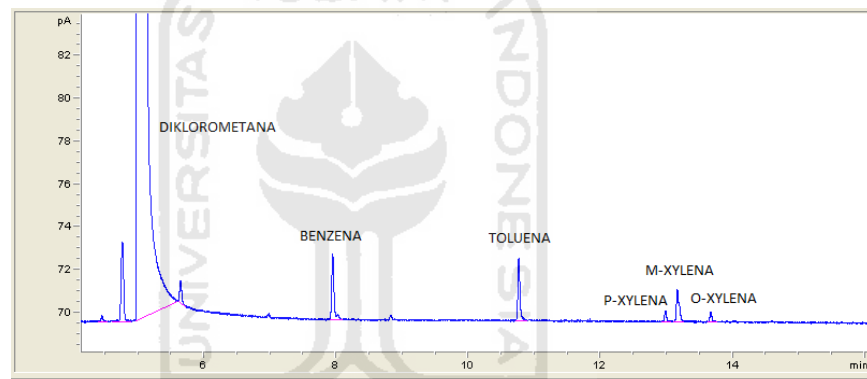
6. Pengulangan 6



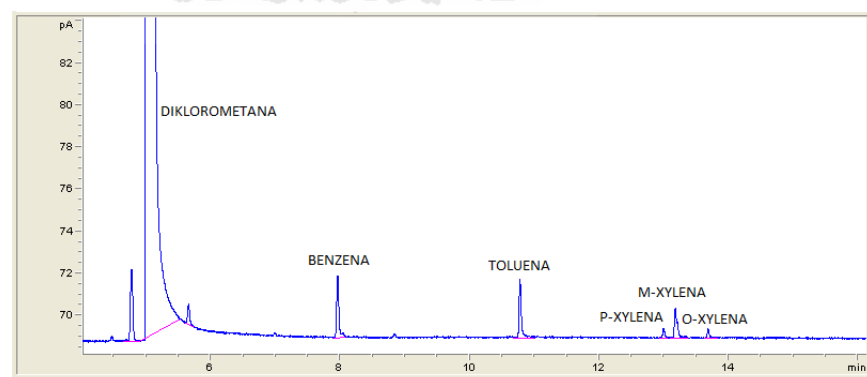
IV. Kromatogram penentuan kecermatan (akurasi)

1. Sampel

a. Pengulangan 1

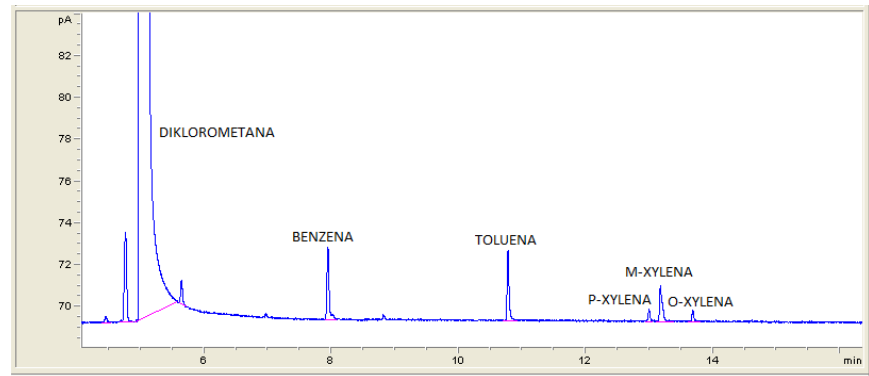


b. Pengulangan 2

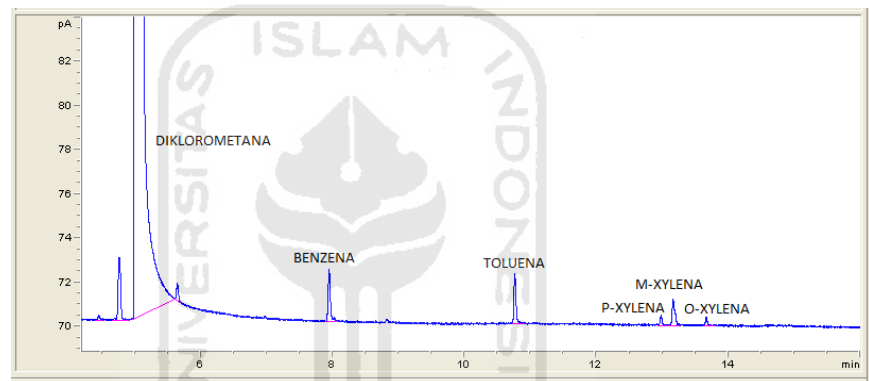


2. Sampel + Spike

a. Pengulangan 1



b. Pengulangan 2



Lampiran 3. Perhitungan validasi metode penentuan benzena, toluena, dan xylene di PPPTMGB “LEMIGAS” Jakarta

I. Batas deteksi dan batas kuantitasi

1. Batas deteksi dan batas kuantitasi benzena

Data pengamatan:

Konsentrasi (mg/L)	Luas Area		
	Pengulangan 1	Pengulangan 2	Rata-Rata
0	0	0	0,0000
20	4,32329	4,13861	4,2310
40	8,09060	8,14438	8,1175
60	12,94269	12,7739	12,8583
80	16,98691	17,47684	17,2319
100	21,99364	22,02926	22,0115

Analisis data:

Konsentrasi (mg/L)	Luas Area (Y)	(Yi)	(Y - Yi) ²
0	0,0000	-0,2441	0,0596
20	4,2310	4,1499	0,0066
40	8,1175	8,5439	0,1818
60	12,8583	12,9379	0,0063
80	17,2319	17,3319	0,0100
100	22,0115	21,7259	0,0815
$\Sigma(Y - Yi)^2$			0,3459

Perhitungan Yi:

a. Konsentrasi 0 mg/L

$$Y_i = ax + b$$

$$Y_i = (0,2197 \text{ L/mg} \times 0 \text{ mg/L}) + (-0,2441)$$

$$Y_i = -0,2441$$

b. Konsentrasi 20 mg/L

$$Y_i = ax + b$$

$$Y_i = (0,2197 \text{ L/mg} \times 20 \text{ mg/L}) + (-0,2441)$$

$$Y_i = 4,1499$$

c. Konsentrasi 40 mg/L

$$Y_i = ax + b$$

$$Y_i = (0,2197 \text{ L/mg} \times 40 \text{ mg/L}) + (-0,2441)$$

$$Y_i = 8,5439$$

d. Konsentrasi 60 mg/L

$$Y_i = ax + b$$

$$Y_i = (0,2197 \text{ L/mg} \times 60 \text{ mg/L}) + (-0,2441)$$

$$Y_i = 12,9379$$

e. Konsentrasi 80 mg/L

$$Y_i = ax + b$$

$$Y_i = (0,2197 \text{ L/mg} \times 80 \text{ mg/L}) + (-0,2441)$$

$$Y_i = 17,3319$$

f. Konsentrasi 100 mg/L

$$Y_i = ax + b$$

$$Y_i = (0,2197 \text{ L/mg} \times 100 \text{ mg/L}) + (-0,2441)$$

$$Y_i = 21,7259$$

Perhitungan $S_{y/x}$:

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{\sum(Y - Y_i)^2}{n - 2}}$$

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{0,3459}{6 - 2}}$$

$$S_{y/x} = 0,2940$$

Perhitungan batas deteksi (*Limit of Detection/ LOD*):

$$LOD = \frac{3 \times S_{y/x}}{\text{Slope}}$$

$$LOD = \frac{3 \times 0,2940}{0,2197 \text{ L/mg}}$$

$$LOD = 4,0152 \text{ mg/L}$$

Perhitungan batas kuantitasi (*Limit of Quantitation/ LOQ*):

$$LOQ = \frac{10 \times S_{y/x}}{\text{Slope}}$$

$$\text{LOQ} = \frac{10 \times 0,2940}{0,2197 \text{ L/mg}}$$

$$\text{LOQ} = 13,3841 \text{ mg/L}$$

2. Batas deteksi dan batas kuantitasi toluena

Data pengamatan:

Konsentrasi (mg/L)	Luas Area		Rata-Rata
	Pengulangan 1	Pengulangan 2	
0	0	0	0,0000
20	4,28501	3,9492	4,1171
40	7,99526	8,20977	8,1025
60	12,59265	12,54654	12,5696
80	16,00334	16,68075	16,3420
100	21,30571	20,74226	21,0240

Analisis data:

Konsentrasi (mg/L)	Luas Area (Y)	(Yi)	(Y - Yi) ²
0	0,0000	-0,0881	0,0078
20	4,1171	4,0899	0,0007
40	8,1025	8,2679	0,0274
60	12,5696	12,4459	0,0153
80	16,3420	16,6239	0,0794
100	21,0240	20,8019	0,0493
$\Sigma(Y - Yi)^2$			0,1799.

Perhitungan Yi:

a. Konsentrasi 0 mg/L

$$Y_i = ax + b$$

$$Y_i = (0,2089 \text{ L/mg} \times 0 \text{ mg/L}) + (-0,0881)$$

$$Y_i = -0,0881$$

b. Konsentrasi 20 mg/L

$$Y_i = ax + b$$

$$Y_i = (0,2089 \text{ L/mg} \times 20 \text{ mg/L}) + (-0,0881)$$

$$Y_i = 4,0899$$

c. Konsentrasi 40 mg/L

$$Y_i = ax + b$$

$$Y_i = (0,2089 \text{ L/mg} \times 40 \text{ mg/L}) + (-0,0881)$$

$$Y_i = 8,2679$$

d. Konsentrasi 60 mg/L

$$Y_i = ax + b$$

$$Y_i = (0,2089 \text{ L/mg} \times 60 \text{ mg/L}) + (-0,0881)$$

$$Y_i = 12,4459$$

e. Konsentrasi 80 mg/L

$$Y_i = ax + b$$

$$Y_i = (0,2089 \text{ L/mg} \times 80 \text{ mg/L}) + (-0,0881)$$

$$Y_i = 16,6239$$

f. Konsentrasi 100 mg/L

$$Y_i = ax + b$$

$$Y_i = (0,2089 \text{ L/mg} \times 100 \text{ mg/L}) + (-0,0881)$$

$$Y_i = 20,8019$$

Perhitungan $S_{y/x}$:

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{\sum(Y - Y_i)^2}{n - 2}}$$

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{0,1799}{6 - 2}}$$

$$S_{y/x} = 0,2121$$

Perhitungan batas deteksi (*Limit of Detection/ LOD*):

$$LOD = \frac{3 \times S_{y/x}}{\text{Slope}}$$

$$LOD = \frac{3 \times 0,2121}{0,2089 \text{ L/mg}}$$

$$LOD = 3,0457 \text{ mg/L}$$

Perhitungan batas kuantitasi (*Limit of Quantitation/ LOQ*)

$$LOQ = \frac{10 \times S_{y/x}}{\text{Slope}}$$

$$LOQ = \frac{10 \times 0,2121}{0,2089 \text{ L/mg}}$$

$$LOQ = 10,1524 \text{ mg/L}$$

3. Batas deteksi dan batas kuantitasi xylene

Data pengamatan:

Konsentrasi (mg/L)	Luas Area		
	Pengulangan 1	Pengulangan 2	Rata-Rata
0	0	0	0,0000
20	4,412216	4,091496	4,2519
40	8,07672	8,26717	8,1719
60	12,8542	12,63364	12,7439
80	17,10882	15,72134	16,4151
100	20,40593	21,35967	20,8828

Analisis data:

Konsentrasi (mg/L)	Luas Area (Y)	(Yi)	(Y - Yi) ²
0	0,0000	0,0198	0,0004
20	4,2519	4,1758	0,0058
40	8,1719	8,3318	0,0256
60	12,7439	12,4878	0,0656
80	16,4151	16,6438	0,0523
100	20,8828	20,7998	0,0069
$\Sigma(Y - Yi)^2$			0,1565

Perhitungan Yi:

a. Konsentrasi 0 mg/L

$$Y_i = ax + b$$

$$Y_i = (0,2078 \text{ L/mg} \times 0 \text{ mg/L}) + 0,0198$$

$$Y_i = 0,0198$$

b. Konsentrasi 20 mg/L

$$Y_i = ax + b$$

$$Y_i = (0,2078 \text{ L/mg} \times 20 \text{ mg/L}) + 0,0198$$

$$Y_i = 4,1758$$

c. Konsentrasi 40 mg/L

$$Y_i = ax + b$$

$$Y_i = (0,2078 \text{ L/mg} \times 40 \text{ mg/L}) + 0,0198$$

$$Y_i = 8,3318$$

d. Konsentrasi 60 mg/L

$$Y_i = ax + b$$

$$Y_i = (0,2078 \text{ L/mg} \times 60 \text{ mg/L}) + 0,0198$$

$$Y_i = 12,4878$$

e. Konsentrasi 80 mg/L

$$Y_i = ax + b$$

$$Y_i = (0,2078 \text{ L/mg} \times 80 \text{ mg/L}) + 0,0198$$

$$Y_i = 16,6438$$

f. Konsentrasi 100 mg/L

$$Y_i = ax + b$$

$$Y_i = (0,2078 \text{ L/mg} \times 100 \text{ mg/L}) + 0,0198$$

$$Y_i = 20,7998$$

Perhitungan $S_{y/x}$:

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{\sum(Y - Y_i)^2}{n - 2}}$$

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{0,1565}{6 - 2}}$$

$$S_{y/x} = 0,1978$$

Perhitungan batas deteksi (*Limit of Detection/ LOD*):

$$\text{LOD} = \frac{3 \times S_{y/x}}{\text{Slope}}$$

$$\text{LOD} = \frac{3 \times 0,1978}{0,2078 \text{ L/mg}}$$

$$\text{LOD} = 2,8559 \text{ mg/L}$$

Perhitungan batas kuantitasi (*Limit of Quantitation/ LOQ*):

$$\text{LOQ} = \frac{10 \times S_{y/x}}{\text{Slope}}$$

$$\text{LOQ} = \frac{10 \times 0,1978}{0,2078 \text{ L/mg}}$$

$$\text{LOQ} = 9,5197 \text{ mg/L}$$

II. Penentuan benzena, toluena, dan xylene

Data pengamatan:

Pengulangan	Luas Area		
	Benzena	Toluena	Xylene
1	7,19371	6,59022	6,758975
2	7,23875	6,60198	6,749889

Analisis data:

1. Konsentrasi benzena pada sampel air

a. Pengulangan 1

$$x_1 = \frac{y - b}{a}$$

$$x_1 = \frac{7,19371 - (-0,2441)}{0,2197 \text{ L/mg}}$$

$$x_1 = 33,8544 \text{ mg/L}$$

b. Pengulangan 2

$$x_2 = \frac{y - b}{a}$$

$$x_2 = \frac{7,23875 - (-0,2441)}{0,2197 \text{ L/mg}}$$

$$x_2 = 33,0594 \text{ mg/L}$$

c. Rata-rata pengulangan 1 dan pengulangan 2

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2}{2}$$

$$\bar{x} = \frac{33,8544 \text{ mg/L} + 33,0594 \text{ mg/L}}{2}$$

$$\bar{x} = 33,9569 \text{ mg/L}$$

2. Konsentrasi toluena pada sampel air

a. Pengulangan 1

$$x_1 = \frac{y - b}{a}$$

$$x_1 = \frac{6,59022 - (-0,0881)}{0,2089 \text{ L/mg}}$$

$$x_1 = 31,9690 \text{ mg/L}$$

b. Pengulangan 2

$$x_2 = \frac{y - b}{a}$$

$$x_2 = \frac{6,60198 - (-0,0881)}{0,2089 \text{ L/mg}}$$

$$x_2 = 32,0253 \text{ mg/L}$$

c. Rata-rata pengulangan 1 dan pengulangan 2

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2}{2}$$

$$\bar{x} = \frac{31,9690 \text{ mg/L} + 32,0253 \text{ mg/L}}{2}$$

$$\bar{x} = 31,9971 \text{ mg/L}$$

3. Konsentrasi xylene pada sampel air

a. Pengulangan 1

$$x_1 = \frac{y - b}{a}$$

$$x_1 = \frac{6,75898 - 0,0198}{0,2078 \text{ L/mg}}$$

$$x_1 = 32,4311 \text{ mg/L}$$

b. Pengulangan 2

$$x_2 = \frac{y - b}{a}$$

$$x_2 = \frac{6,74989 - 0,0198}{0,2078 \text{ L/mg}}$$

$$x_2 = 32,3873 \text{ mg/L}$$

c. Rata-rata pengulangan 1 dan pengulangan 2

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2}{2}$$

$$\bar{x} = \frac{32,4311 \text{ mg/L} + 32,3873 \text{ mg/L}}{2}$$

$$\bar{x} = 32,4092 \text{ mg/L}$$

III. Keterulangan (repeatabilitas)

Data pengamatan:

Pengulangan	Luas Area		
	Benzena	Toluena	Xylena
1	7,23635	6,62835	6,77142
2	7,21577	6,64326	6,71733
3	7,15014	6,71789	6,65058
4	7,13845	6,59057	6,78029
5	7,15326	6,59006	6,81836
Rata-Rata	7,17879	6,63403	6,74760

Analisis data:

1. Keterulangan (repeatabilitas) benzena

a. Luas area

Pengulangan	Luas Area
1	7,23635
2	7,21577
3	7,15014
4	7,13845
5	7,15326
Rata-Rata	7,17879
SD	0,0348

$$\% \text{ RSD} = \frac{\text{SD}}{\bar{x}} \times 100\%$$

$$\% \text{ RSD} = \frac{0,0348}{7,17879} \times 100\%$$

$$\% \text{ RSD} = 0,4852 \%$$

b. Konsentrasi

Pengulangan	Luas Area	Konsentrasi (mg/L)
1	7,23635	34,0485
2	7,21577	33,9548
3	7,15014	33,6561
4	7,13845	33,6029
5	7,15326	33,6703

Perhitungan konsentrasi benzena (mg/L):

a. Pengulangan 1

$$x_1 = \frac{y - b}{a}$$

$$x_1 = \frac{7,23635 - (-0,2441)}{0,2197 \text{ L/mg}}$$

$$x_1 = 34,0485 \text{ mg/L}$$

b. Pengulangan 2

$$x_2 = \frac{y - b}{a}$$

$$x_2 = \frac{7,21577 - (-0,2441)}{0,2197 \text{ L/mg}}$$

$$x_2 = 33,9548 \text{ mg/L}$$

c. Pengulangan 3

$$x_3 = \frac{y - b}{a}$$

$$x_3 = \frac{7,15014 - (-0,2441)}{0,2197 \text{ L/mg}}$$

$$x_3 = 33,6561 \text{ mg/L}$$

d. Pengulangan 4

$$x_4 = \frac{y - b}{a}$$

$$x_4 = \frac{7,13845 - (-0,2441)}{0,2197 \text{ L/mg}}$$

$$x_4 = 33,6029 \text{ mg/L}$$

e. Pengulangan 5

$$x_5 = \frac{y - b}{a}$$

$$x_5 = \frac{7,15326 - (-0,2441)}{0,2197 \text{ L/mg}}$$

$$x_5 = 33,6703 \text{ mg/L}$$

Pengulangan	Konsentrasi (mg/L)
1	34,0485
2	33,9548
3	33,6561
4	33,6029
5	33,6703
Rata-Rata	33,7865
SD	0,2007

$$\% \text{ RSD} = \frac{\text{SD}}{\bar{x}} \times 100 \%$$

$$\% \text{ RSD} = \frac{0,2007 \text{ mg/L}}{33,7865 \text{ mg/L}} \times 100 \%$$

$$\% \text{ RSD} = 0,4852 \%$$

2. Keterulangan (repeatabilitas) toluena

a. Luas area

Pengulangan	Luas Area
1	6,62835
2	6,64326
3	6,71789
4	6,59057
5	6,59006
Rata-Rata	6,63403
SD	0,0604

$$\% \text{ RSD} = \frac{\text{SD}}{\bar{x}} \times 100 \%$$

$$\% \text{ RSD} = \frac{0,0604}{6,63403} \times 100 \%$$

$$\% \text{ RSD} = 0,9099 \%$$

b. Konsentrasi

Pengulangan	Luas Area	Konsentrasi (mg/L)
1	6,62835	32,1515
2	6,64326	32,2229
3	6,71789	32,5801
4	6,59057	31,9707
5	6,59006	31,9682

Perhitungan konsentrasi toluena (mg/L):

a. Pengulangan 1

$$x_1 = \frac{y - b}{a}$$

$$x_1 = \frac{6,62835 - (-0,0881)}{0,2089 \text{ L/mg}}$$

$$x_1 = 32,1515 \text{ mg/L}$$

b. Pengulangan 2

$$x_2 = \frac{y - b}{a}$$

$$x_2 = \frac{6,64326 - (-0,0881)}{0,2089 \text{ L/mg}}$$

$$x_2 = 32,2229 \text{ mg/L}$$

c. Pengulangan 3

$$x_3 = \frac{y - b}{a}$$

$$x_3 = \frac{6,71789 - (-0,0881)}{0,2089 \text{ L/mg}}$$

$$x_3 = 32,5801 \text{ mg/L}$$

d. Pengulangan 4

$$x_4 = \frac{y - b}{a}$$

$$x_4 = \frac{6,59057 - (-0,0881)}{0,2089 \text{ L/mg}}$$

$$x_4 = 31,9707 \text{ mg/L}$$

e. Pengulangan 5

$$x_5 = \frac{y - b}{a}$$

$$x_5 = \frac{6,59006 - (-0,0881)}{0,2089 \text{ L/mg}}$$

$$x_5 = 31,9682 \text{ mg/L}$$

Pengulangan	Konsentrasi (mg/L)
1	32,1515
2	32,2229
3	32,5801
4	31,9707
5	31,9682
Rata-Rata	32,1787
SD	0,2507

$$\% \text{ RSD} = \frac{\text{SD}}{\bar{x}} \times 100 \%$$

$$\% \text{ RSD} = \frac{0,2507 \text{ mg/L}}{32,1787 \text{ mg/L}} \times 100 \%$$

$$\% \text{ RSD} = 0,7791 \%$$

3. Keterulangan (repeatabilitas) xylene

a. Luas area

Pengulangan	Luas Area
1	6,77142
2	6,71733
3	6,65058
4	6,78029
5	6,81836
Rata-Rata	6,74760
SD	0,0651

$$\% \text{ RSD} = \frac{\text{SD}}{\bar{x}} \times 100 \%$$

$$\% \text{ RSD} = \frac{0,0651}{6,74760} \times 100 \%$$

$$\% \text{ RSD} = 0,9654 \%$$

b. Konsentrasi

Pengulangan	Luas Area	Konsentrasi (mg/L)
1	6,77142	32,4909
2	6,71733	32,2307
3	6,65058	31,9094
4	6,78029	32,5336
5	6,81836	32,7169

Perhitungan konsentrasi xylene (mg/L):

a. Pengulangan 1

$$x_1 = \frac{y - b}{a}$$

$$x_1 = \frac{6,77142 - 0,0198}{0,2078 \text{ L/mg}}$$

$$x_1 = 32,4909 \text{ mg/L}$$

b. Pengulangan 2

$$x_2 = \frac{y - b}{a}$$

$$x_2 = \frac{6,71733 - 0,0198}{0,2078 \text{ L/mg}}$$

$$x_2 = 32,2307 \text{ mg/L}$$

c. Pengulangan 3

$$x_3 = \frac{y - b}{a}$$

$$x_3 = \frac{6,65058 - 0,0198}{0,2078 \text{ L/mg}}$$

$$x_3 = 31,9094 \text{ mg/L}$$

d. Pengulangan 4

$$x_4 = \frac{y - b}{a}$$

$$x_4 = \frac{6,78029 - 0,0198}{0,2078 \text{ L/mg}}$$

$$x_4 = 32,5336 \text{ mg/L}$$

e. Pengulangan 5

$$x_5 = \frac{y - b}{a}$$

$$x_5 = \frac{6,81836 - 0,0198}{0,2078 \text{ L/mg}}$$

$$x_5 = 32,7169 \text{ mg/L}$$

Pengulangan	Konsentrasi (mg/L)
1	32,4909
2	32,2307
3	31,9094
4	32,5336
5	32,7169
Rata-Rata	32,3763
SD	0,3135

$$\% \text{ RSD} = \frac{\text{SD}}{\bar{x}} \times 100 \%$$

$$\% \text{ RSD} = \frac{0,3135 \text{ mg/L}}{32,3763 \text{ mg/L}} \times 100 \%$$

$$\% \text{ RSD} = 0,9682 \%$$

IV. Presisi antara (*intermediate precision*)

Data pengamatan:

Pengulangan	Luas Area		
	Benzena	Toluena	Xylena
1	7,35546	6,78656	6,88081
2	7,32976	6,77404	6,75880
3	7,28473	6,66798	6,69848
4	7,26839	6,60351	6,76399
5	7,10970	6,51584	6,45862

6	7,16030	6,52753	6,53113
Rata-Rata	7,25139	6,64591	6,68197

Analisis data:

1. Presisi antara (*intermediate precision*) benzena

a. Luas area

Pengulangan	Luas Area
1	7,35546
2	7,32976
3	7,28473
4	7,26839
5	7,10970
6	7,16030
Rata-Rata	7,25139
SD	0,0967

$$\% \text{RSD} = \frac{\text{SD}}{\bar{x}} \times 100 \%$$

$$\% \text{RSD} = \frac{0,0967}{7,25139} \times 100 \%$$

$$\% \text{RSD} = 1,3334 \%$$

b. Konsentrasi

Pengulangan	Luas Area	Konsentrasi (mg/L)
1	7,35546	34,5906
2	7,32976	34,4736
3	7,28473	34,2687
4	7,26839	34,1943
5	7,10970	33,4720
6	7,16030	33,7023

Perhitungan konsentrasi benzena (mg/L):

a. Pengulangan 1

$$x_1 = \frac{y - b}{a}$$
$$x_1 = \frac{7,35546 - (-0,2441)}{0,2197 \text{ L/mg}}$$
$$x_1 = 34,5906 \text{ mg/L}$$

b. Pengulangan 2

$$x_2 = \frac{y - b}{a}$$
$$x_2 = \frac{7,32976 - (-0,2441)}{0,2197 \text{ L/mg}}$$
$$x_2 = 34,4736 \text{ mg/L}$$

c. Pengulangan 3

$$x_3 = \frac{y - b}{a}$$
$$x_3 = \frac{7,28473 - (-0,2441)}{0,2197 \text{ L/mg}}$$
$$x_3 = 34,2687 \text{ mg/L}$$

d. Pengulangan 4

$$x_4 = \frac{y - b}{a}$$
$$x_4 = \frac{7,26839 - (-0,2441)}{0,2197 \text{ L/mg}}$$
$$x_4 = 34,1943 \text{ mg/L}$$

e. Pengulangan 5

$$x_5 = \frac{y - b}{a}$$
$$x_5 = \frac{7,10970 - (-0,2441)}{0,2197 \text{ L/mg}}$$
$$x_5 = 33,4720 \text{ mg/L}$$

f. Pengulangan 6

$$x_6 = \frac{y - b}{a}$$

$$x_6 = \frac{7,16030 - (-0,2441)}{0,2197 \text{ L/mg}}$$

$$x_6 = 33,7023 \text{ mg/L}$$

Pengulangan	Konsentrasi (mg/L)
1	34,5906
2	34,4736
3	34,2687
4	34,1943
5	33,4720
6	33,7023
Rata-Rata	34,1169
SD	0,4401

$$\% \text{ RSD} = \frac{\text{SD}}{\bar{x}} \times 100 \%$$

$$\% \text{ RSD} = \frac{0,4401 \text{ mg/L}}{34,1169 \text{ mg/L}} \times 100 \%$$

$$\% \text{ RSD} = 1,2900 \%$$

2. Presisi antara (*intermediette precision*) toluena

a. Luas area

Pengulangan	Luas Area
1	6,78656
2	6,77404
3	6,66798
4	6,60351
5	6,51584
6	6,52753
Rata-Rata	6,64591
SD	0,1178

$$\% \text{ RSD} = \frac{\text{SD}}{\bar{x}} \times 100 \%$$

$$\% \text{ RSD} = \frac{0,1178}{6,64591} \times 100 \%$$

$$\% \text{ RSD} = 1,7729 \%$$

b. Konsentrasi

Pengulangan	Luas Area	Konsentrasi (mg/L)
1	6,78656	32,9089
2	6,77404	32,8489
3	6,66798	32,3412
4	6,60351	32,0326
5	6,51584	31,6129
6	6,52753	31,6689

Perhitungan konsentrasi toluena (mg/L):

a. Pengulangan 1

$$x_1 = \frac{y - b}{a}$$

$$x_1 = \frac{6,78656 - (-0,0881)}{0,2089 \text{ L/mg}}$$

$$x_1 = 32,9089 \text{ mg/L}$$

b. Pengulangan 2

$$x_2 = \frac{y - b}{a}$$

$$x_2 = \frac{6,77404 - (-0,0881)}{0,2089 \text{ L/mg}}$$

$$x_2 = 32,8489 \text{ mg/L}$$

c. Pengulangan 3

$$x_3 = \frac{y - b}{a}$$

$$x_3 = \frac{6,66798 - (-0,0881)}{0,2089 \text{ L/mg}}$$

$$x_3 = 32,3412 \text{ mg/L}$$

d. Pengulangan 4

$$x_4 = \frac{y - b}{a}$$
$$x_4 = \frac{6,60351 - (-0,0881)}{0,2089 \text{ L/mg}}$$
$$x_4 = 32,0326 \text{ mg/L}$$

e. Pengulangan 5

$$x_5 = \frac{y - b}{a}$$
$$x_5 = \frac{6,51584 - (-0,0881)}{0,2089 \text{ L/mg}}$$
$$x_5 = 31,6129 \text{ mg/L}$$

f. Pengulangan 6

$$x_6 = \frac{y - b}{a}$$
$$x_6 = \frac{6,52753 - (-0,0881)}{0,2089 \text{ L/mg}}$$
$$x_6 = 31,6689 \text{ mg/L}$$

Pengulangan	Konsentrasi (mg/L)
1	32,9089
2	32,8489
3	32,3412
4	32,0326
5	31,6129
6	31,6689
Rata-Rata	32,2356
SD	0,5640

$$\% \text{ RSD} = \frac{\text{SD}}{\bar{x}} \times 100 \%$$

$$\% \text{ RSD} = \frac{0,5640 \text{ mg/L}}{32,2356 \text{ mg/L}} \times 100 \%$$

$$\% \text{ RSD} = 1,7497 \%$$

3. Presisi antara (*intermediate precision*) xylene

a. Luas area

Pengulangan	Luas Area
1	6,88081
2	6,75880
3	6,69848
4	6,76399
5	6,85862
6	6,53113
Rata-Rata	6,74864
SD	0,1263

$$\% \text{ RSD} = \frac{\text{SD}}{\bar{x}} \times 100 \%$$

$$\% \text{ RSD} = \frac{0,1263}{6,74864} \times 100 \%$$

$$\% \text{ RSD} = 1,8712 \%$$

b. Konsentrasi

Pengulangan	Luas Area	Konsentrasi (mg/L)
1	6,88081	33,0174
2	6,75880	32,4302
3	6,69848	32,1399
4	6,76399	32,4552
5	6,85862	32,9106
6	6,53113	31,3346

Perhitungan konsentrasi xylene (mg/L):

a. Pengulangan 1

$$x_1 = \frac{y - b}{a}$$

$$x_1 = \frac{6,88081 - 0,0198}{0,2078 \text{ L/mg}}$$

$$x_1 = 33,0174 \text{ mg/L}$$

b. Pengulangan 2

$$x_2 = \frac{y - b}{a}$$
$$x_2 = \frac{6,75880 - 0,0198}{0,2078 \text{ L/mg}}$$
$$x_2 = 32,4302 \text{ mg/L}$$

c. Pengulangan 3

$$x_3 = \frac{y - b}{a}$$
$$x_3 = \frac{6,69848 - 0,0198}{0,2078 \text{ L/mg}}$$
$$x_3 = 32,1399 \text{ mg/L}$$

d. Pengulangan 4

$$x_4 = \frac{y - b}{a}$$
$$x_4 = \frac{6,76399 - 0,0198}{0,2078 \text{ L/mg}}$$
$$x_4 = 32,4552 \text{ mg/L}$$

e. Pengulangan 5

$$x_5 = \frac{y - b}{a}$$
$$x_5 = \frac{6,85862 - 0,0198}{0,2078 \text{ L/mg}}$$
$$x_5 = 32,9106 \text{ mg/L}$$

f. Pengulangan 6

$$x_5 = \frac{y - b}{a}$$
$$x_5 = \frac{6,53113 - 0,0198}{0,2078 \text{ L/mg}}$$
$$x_5 = 31,3346 \text{ mg/L}$$

Pengulangan	Konsentrasi (mg/L)
1	33,0174
2	32,4302
3	32,1399

4	32,4552
5	32,9106
6	31,3346
Rata-Rata	32,3813
SD	0,6077

$$\% \text{ RSD} = \frac{\text{SD}}{\bar{x}} \times 100 \%$$

$$\% \text{ RSD} = \frac{0,6077 \text{ mg/L}}{32,3813 \text{ mg/L}} \times 100 \%$$

$$\% \text{ RSD} = 1,8767 \%$$

V. Kecermatan (akurasi)

Data pengamatan:

Larutan	Pengulangan	Luas Area		
		Benzena	Toluena	Xylena
Sampel	1	7,07536	6,53710	6,72118
	2	7,15638	6,57374	6,90145
Sampel + <i>spike</i>	1	7,76291	7,12568	7,36021
	2	7,76094	7,17365	7,40840

Analisis data:

1. Kecermatan (akurasi) benzena

Perhitungan konsentrasi sampel (mg/L):

a. Pengulangan 1

$$x_1 = \frac{y - b}{a}$$

$$x_1 = \frac{7,07536 - (-0,2441)}{0,2197 \text{ L/mg}}$$

$$x_1 = 33,3157 \text{ mg/L}$$

b. Pengulangan 2

$$x_2 = \frac{y - b}{a}$$
$$x_2 = \frac{7,15638 - (-0,2441)}{0,2197 \text{ L/mg}}$$
$$x_2 = 33,6845 \text{ mg/L}$$

c. Rata-rata pengulangan 1 dan pengulangan 2

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2}{2}$$
$$\bar{x} = \frac{33,3157 \text{ mg/L} + 33,6845 \text{ mg/L}}{2}$$
$$\bar{x} = 33,5001 \text{ mg/L}$$

Perhitungan konsentrasi sampel + *spike* (mg/L):

a. Pengulangan 1

$$x_1 = \frac{y - b}{a}$$
$$x_1 = \frac{7,76291 - (-0,2441)}{0,2197 \text{ L/mg}}$$
$$x_1 = 36,4452 \text{ mg/L}$$

b. Pengulangan 2

$$x_2 = \frac{y - b}{a}$$
$$x_2 = \frac{7,76094 - (-0,2441)}{0,2197 \text{ L/mg}}$$
$$x_2 = 36,4362 \text{ mg/L}$$

c. Rata-rata pengulangan 1 dan pengulangan 2

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2}{2}$$
$$\bar{x} = \frac{36,4452 \text{ mg/L} + 36,4362 \text{ mg/L}}{2}$$
$$\bar{x} = 36,4407 \text{ mg/L}$$

Perhitungan konsentrasi target (mg/L):

$$C_{\text{target}} = \frac{V_{\text{standar}} \times C_{\text{standar}}}{V_{\text{total}}}$$

$$C_{\text{target}} = \frac{0,25 \text{ mL} \times 60 \text{ mg/L}}{5,25 \text{ mL}}$$

$$C_{\text{target}} = 2,8571 \text{ mg/L}$$

Perhitungan persen perolehan kembali (% *Recovery*):

$$\% \text{ Recovery} = \frac{C_{\text{sampel+spike}} - C_{\text{sampel}}}{C_{\text{target}}} \times 100 \%$$

$$\% \text{ Recovery} = \frac{36,4407 \text{ mg/L} - 33,5001 \text{ mg/L}}{2,8571 \text{ mg/L}} \times 100 \%$$

$$\% \text{ Recovery} = 102,9218 \%$$

2. Kecermatan (akurasi) toluena

Perhitungan konsentrasi sampel (mg/L):

a. Pengulangan 1

$$x_1 = \frac{y - b}{a}$$

$$x_1 = \frac{6,53710 - (-0,0881)}{0,2089 \text{ L/mg}}$$

$$x_1 = 31,7147 \text{ mg/L}$$

b. Pengulangan 2

$$x_2 = \frac{y - b}{a}$$

$$x_2 = \frac{6,57374 - (-0,0881)}{0,2089 \text{ L/mg}}$$

$$x_2 = 31,8901 \text{ mg/L}$$

c. Rata-rata pengulangan 1 dan pengulangan 2

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2}{2}$$

$$\bar{x} = \frac{31,7147 \text{ mg/L} + 31,8901 \text{ mg/L}}{2}$$

$$\bar{x} = 31,8024 \text{ mg/L}$$

Perhitungan konsentrasi sampel + *spike* (mg/L):

a. Pengulangan 1

$$x_1 = \frac{y - b}{a}$$
$$x_1 = \frac{7,12568 - (-0,0881)}{0,2089 \text{ L/mg}}$$
$$x_1 = 34,5322 \text{ mg/L}$$

b. Pengulangan 2

$$x_2 = \frac{y - b}{a}$$
$$x_2 = \frac{7,17365 - (-0,0881)}{0,2089 \text{ L/mg}}$$
$$x_2 = 34,7618 \text{ mg/L}$$

c. Rata-rata pengulangan 1 dan pengulangan 2

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2}{2}$$
$$\bar{x} = \frac{34,5322 \text{ mg/L} + 34,7618 \text{ mg/L}}{2}$$
$$\bar{x} = 34,6470 \text{ mg/L}$$

Perhitungan konsentrasi target (mg/L):

$$C \text{ target} = \frac{V \text{ standar} \times C \text{ standar}}{V \text{ total}}$$
$$C \text{ target} = \frac{0,25 \text{ mL} \times 60 \text{ mg/L}}{5,25 \text{ mL}}$$
$$C \text{ target} = 2,8571 \text{ mg/L}$$

Perhitungan persen perolehan kembali (% *Recovery*):

$$\% \text{ Recovery} = \frac{C \text{ sampel} + \textit{spike} - C \text{ sampel}}{C \text{ target}} \times 100 \%$$
$$\% \text{ Recovery} = \frac{34,6470 \text{ mg/L} - 31,8024 \text{ mg/L}}{2,8571 \text{ mg/L}} \times 100 \%$$
$$\% \text{ Recovery} = 99,5624 \%$$

3. Kecermatan (akurasi) xylene

Perhitungan konsentrasi sampel (mg/L):

a. Pengulangan 1

$$x_1 = \frac{y - b}{a}$$
$$x_1 = \frac{6,72118 - 0,0198}{0,2078 \text{ L/mg}}$$
$$x_1 = 32,2492 \text{ mg/L}$$

b. Pengulangan 2

$$x_2 = \frac{y - b}{a}$$
$$x_2 = \frac{6,90145 - 0,0198}{0,2078 \text{ L/mg}}$$
$$x_2 = 33,1167 \text{ mg/L}$$

c. Rata-rata pengulangan 1 dan pengulangan 2

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2}{2}$$
$$\bar{x} = \frac{32,2492 \text{ mg/L} + 33,1167 \text{ mg/L}}{2}$$
$$\bar{x} = 32,6829 \text{ mg/L}$$

Perhitungan konsentrasi sampel + *spike* (mg/L):

a. Pengulangan 1

$$x_1 = \frac{y - b}{a}$$
$$x_1 = \frac{7,36021 - 0,0198}{0,2078 \text{ L/mg}}$$
$$x_1 = 35,3244 \text{ mg/L}$$

b. Pengulangan 2

$$x_2 = \frac{y - b}{a}$$
$$x_2 = \frac{7,40840 - 0,0198}{0,2078 \text{ L/mg}}$$
$$x_2 = 35,5563 \text{ mg/L}$$

c. Rata-rata pengulangan 1 dan pengulangan 2

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2}{2}$$

$$\bar{x} = \frac{35,3244 \text{ mg/L} + 35,5563 \text{ mg/L}}{2}$$

$$\bar{x} = 35,4404 \text{ mg/L}$$

Perhitungan konsentrasi target (mg/L):

$$C \text{ target} = \frac{V \text{ standar} \times C \text{ standar}}{V \text{ total}}$$

$$C \text{ target} = \frac{0,25 \text{ mL} \times 60 \text{ mg/L}}{5,25 \text{ mL}}$$

$$C \text{ target} = 2,8571 \text{ mg/L}$$

Perhitungan persen perolehan kembali (% *Recovery*):

$$\% \text{ Recovery} = \frac{C \text{ sampel} + \text{spike} - C \text{ sampel}}{C \text{ target}} \times 100 \%$$

$$\% \text{ Recovery} = \frac{35,4404 \text{ mg/L} - 32,6829 \text{ mg/L}}{2,8571 \text{ mg/L}} \times 100 \%$$

$$\% \text{ Recovery} = 96,5094 \%$$

VI. Kekuatan (*robustness*)

Data pengamatan:

Waktu Sonikasi	Luas Area		
	Benzene	Toluene	Xylene
15 menit	7,07536	6,5371	6,72118
	7,11965	6,70307	6,85108
60 menit	7,15638	6,57374	6,79891
	7,07088	6,73781	6,87099
120 menit	7,1326	6,69305	6,87625
	7,05201	6,49426	6,76461

Analisis data:

1. Kekuatan (*robustness*) benzena

a. Uji ANOVA satu arah (*one way ANOVA*)

		Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	(Combined)	.010	2	.005	.094	.913
	Linear Term	.001	1	.001	.018	.901
	Deviation	.009	1	.009	.170	.708
Within Groups		.163	3	.054		
Total		.174	5			

b. Uji *post hoc*

(I) menit	(J) menit	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
					Lower Bound	Upper Bound
15	60	-,0734000	,2333315	,774	-,815965	,669165
	120	,0237000	,2333315	,926	-,718865	,766265
60	15	,0734000	,2333315	,774	-,669165	,815965
	120	,0971000	,2333315	,705	-,645465	,839665
120	15	-,0237000	,2333315	,926	-,766265	,718865
	60	-,0971000	,2333315	,705	-,839665	,645465

2. Kekuatan (*robustness*) toluena

a. Uji ANOVA satu arah (*one way ANOVA*)

		Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	(Combined)	.089	2	.045	.124	.888
	Linear Term	.022	1	.022	.061	.820
	Deviation	.067	1	.067	.187	.695
Within Groups		1.077	3	.359		
Total		1.166	5			

b. Uji *post hoc*

Post Hoc Tests

Multiple Comparisons

Dependent Variable: %v/v

LSD

(I) menit	(J) menit	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
					Lower Bound	Upper Bound
15	60	-,1708500	,5991141	.794	-2,077498	1,735798
	120	,1265500	,5991141	.846	-1,780098	2,033198
60	15	,1708500	,5991141	.794	-1,735798	2,077498
	120	,2974000	,5991141	.654	-1,609248	2,204048
120	15	-,1265500	,5991141	.846	-2,033198	1,780098
	60	-,2974000	,5991141	.654	-2,204048	1,609248

3. Kekuatan (*robustness*) xylene

a. Uji ANOVA satu arah (*one way ANOVA*)

		ANOVA					
%v/v		Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.	
Between Groups	(Combined)	.058	2	.029	.218	.816	
	Linear Term	Contrast	.023	1	.023	.169	.709
		Deviation	.036	1	.036	.268	.641
Within Groups		.400	3	.133			
Total		.458	5				

b. Uji *post hoc*

Post Hoc Tests

Multiple Comparisons

Dependent Variable: %v/v

LSD

(I) menit	(J) menit	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
					Lower Bound	Upper Bound
15	60	-,2349000	,3650738	.566	-1,396728	,926928
	120	-,1650500	,3650738	.682	-1,326878	,996778
60	15	,2349000	,3650738	.566	-,926928	1,396728
	120	,0698500	,3650738	.860	-1,091978	1,231678
120	15	,1650500	,3650738	.682	-,996778	1,326878
	60	-,0698500	,3650738	.860	-1,231678	1,091978

VII. Selektifitas

Data pengamatan:

Komponen	Pengulangan	Waktu Retensi (menit)	Lebar Puncak
Benzena	1	7,962	0,0546
	2	7,963	0,0551
Toluena	1	10,779	0,0553
	2	10,780	0,0560
Para-Xylena	1	12,998	0,0479
	2	12,998	0,0465
Meta-Xylena	1	13,179	0,0747
	2	13,177	0,0713
Orto-Xylena	1	13,682	0,0462
	2	13,685	0,0487

Analisis data:

1. Selektifitas benzena dan toluena

a. Pengulangan 1

$$\text{Resolusi (Rs)} = \frac{tR^b - tR^a}{0,5(w^b + w^a)}$$

$$\text{Resolusi (Rs)} = \frac{10,779 - 7,962}{0,5(0,0553 + 0,0546)}$$

$$\text{Resolusi (Rs)} = 51,2648$$

b. Pengulangan 2

$$\text{Resolusi (Rs)} = \frac{tR^b - tR^a}{0,5(w^b + w^a)}$$

$$\text{Resolusi (Rs)} = \frac{10,780 - 7,963}{0,5(0,0560 + 0,0551)}$$

$$\text{Resolusi (Rs)} = 50,7111$$

2. Selektifitas toluena dan para-xylena

a. Pengulangan 1

$$\text{Resolusi (Rs)} = \frac{tR^b - tR^a}{0,5(w^b + w^a)}$$
$$\text{Resolusi (Rs)} = \frac{12,998 - 10,779}{0,5(0,0479 + 0,0553)}$$
$$\text{Resolusi (Rs)} = 43,0039$$

b. Pengulangan 2

$$\text{Resolusi (Rs)} = \frac{tR^b - tR^a}{0,5(w^b + w^a)}$$
$$\text{Resolusi (Rs)} = \frac{12,998 - 10,780}{0,5(0,0465 + 0,0560)}$$
$$\text{Resolusi (Rs)} = 43,2780$$

3. Selektifitas para-xylena dan meta-xylena

a. Pengulangan 1

$$\text{Resolusi (Rs)} = \frac{tR^b - tR^a}{0,5(w^b + w^a)}$$
$$\text{Resolusi (Rs)} = \frac{13,179 - 12,998}{0,5(0,0747 + 0,0479)}$$
$$\text{Resolusi (Rs)} = 2,9527$$

b. Pengulangan 2

$$\text{Resolusi (Rs)} = \frac{tR^b - tR^a}{0,5(w^b + w^a)}$$
$$\text{Resolusi (Rs)} = \frac{13,177 - 12,998}{0,5(0,0713 + 0,0465)}$$
$$\text{Resolusi (Rs)} = 3,0390$$

4. Selektifitas meta-xylene dan orto-xylene

a. Pengulangan 1

$$\text{Resolusi (Rs)} = \frac{tR^b - tR^a}{0,5(w^b + w^a)}$$

$$\text{Resolusi (Rs)} = \frac{13,682 - 13,179}{0,5(0,0462 + 0,0747)}$$

$$\text{Resolusi (Rs)} = 8,3209$$

b. Pengulangan 2

$$\text{Resolusi (Rs)} = \frac{tR^b - tR^a}{0,5(w^b + w^a)}$$

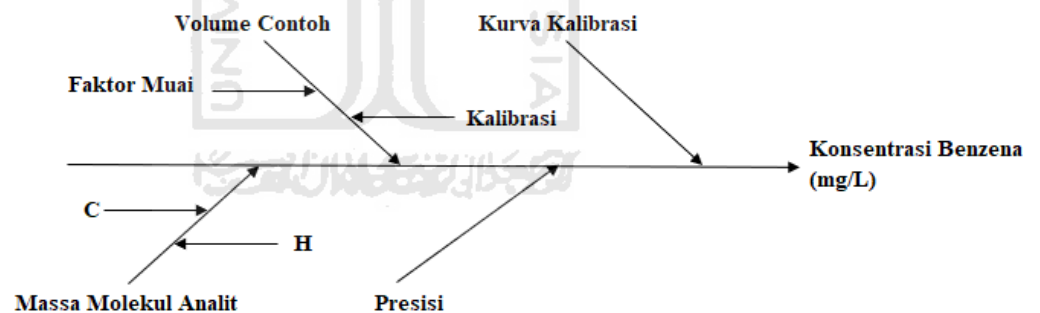
$$\text{Resolusi (Rs)} = \frac{13,685 - 13,177}{0,5(0,0487 + 0,0713)}$$

$$\text{Resolusi (Rs)} = 8,4667$$

VIII. Estimasi ketidakpastian pengukuran

1. Estimasi ketidakpastian pengukuran benzena

Diagram tulang ikan (*fish bone*) ketidakpastian benzena:



a. Ketidakpastian volume contoh ($\mu(V_c)$)

Ketidakpastian kalibrasi pipet ($\mu(V)$):

$$(\mu(V)) = \frac{V}{\sqrt{6}}$$

$$(\mu(V)) = \frac{0,03 \text{ mL}}{\sqrt{6}}$$

$$(\mu(V)) = 0,0122 \text{ mL}$$

Ketidakpastian faktor muai ($\mu(T)$):

$$(\mu(V)) = \frac{V \times \beta \times \Delta T}{\sqrt{6}}$$

$$(\mu(V)) = \frac{5 \text{ mL} \times 0,00021 /^{\circ}\text{C} \times (25-20)^{\circ}\text{C}}{\sqrt{6}}$$

$$(\mu(V)) = 0,0021 \text{ mL}$$

Ketidakpastian volume contoh ($\mu(V_c)$):

$$(\mu(V_c)) = \sqrt{((\mu(V))^2 + (\mu(T))^2)}$$

$$(\mu(V_c)) = \sqrt{(0,0122 \text{ mL})^2 + (0,0021 \text{ mL})^2}$$

$$(\mu(V_c)) = 0,0124 \text{ mL}$$

b. Ketidakpastian kurva kalibrasi ($\mu(C_x)$)

Konsentrasi standar:

No.	Konsentrasi (Xi) (mg/L)	(Xi - \bar{X})	(Xi - \bar{X}) ²
1.	0	-50	2500
2.	20	-30	900
3.	40	-10	100
4.	60	10	100
5.	80	30	900
6.	100	50	2500
Rata-Rata (\bar{X})		50	
$\Sigma(Xi - \bar{X})^2$			7000

Luas area standar:

No.	Konsentrasi (Xi) (mg/L)	Luas Area
1.	0	0,0000
2.	20	4,2310
3.	40	8,1175
4.	60	12,8583
5.	80	17,2319
6.	100	22,0115
Rata-Rata (\bar{X})		10,7417

Sy/x	0,2940
Slope	0,2197

Luas area sampel:

No.	Luas Area
1.	7,19371
2.	7,23875
Rata-Rata (\bar{X})	7,2162

Ketidakpastian kurva kalibrasi ($\mu(Cx)$):

$$\mu(Cx) = \frac{S}{B1} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(\bar{y} \text{ sampel} - \bar{y} \text{ standar})^2}{\text{Slope}^2 \times \sum(Xi - \bar{X})^2}}$$

$$\mu(Cx) = \frac{0,2940 \text{ mg/L}}{0,2197 \text{ L/mg}} \sqrt{\frac{1}{2} + \frac{1}{6} + \frac{(7,2162 - 10,7417)^2}{(0,2197 \text{ L/mg})^2 \times 7000 \text{ mg/L}}}$$

$$\mu(Cx) = 1,1226 \text{ mg/L}$$

c. Ketidakpastian massa molekul analit ($\mu(M)$)

Ketidakpastian karbon ($\mu(C)$):

$$(\mu(C)) = \frac{\text{Ketidakpastian terkait C}}{k} \times \text{Jumlah atom C}$$

$$(\mu(C)) = \frac{0,0008 \text{ g/mol}}{\sqrt{2}} \times 6$$

$$(\mu(C)) = 0,0027 \text{ g/mol}$$

Ketidakpastian hidrogen ($\mu(H)$):

$$(\mu(H)) = \frac{\text{Ketidakpastian terkait H}}{k} \times \text{Jumlah atom H}$$

$$(\mu(H)) = \frac{0,00007 \text{ g/mol}}{\sqrt{2}} \times 6$$

$$(\mu(H)) = 0,00024 \text{ g/mol}$$

Ketidakpastian massa molekul benzena ($\mu(M)$):

$$(\mu(M)) = \sqrt{(\mu(C))^2 + (\mu(H))^2}$$

$$(\mu(M)) = \sqrt{(0,0027)^2 + (0,00024)^2} \text{ g/mol}$$

$$(\mu(M)) = 0,0028 \text{ g/mol}$$

d. Ketidakpastian presisi ($\mu(P)$)

Pengulangan Sampel	Luas Area	Konsentrasi Sampel (C) (mg/L)
1	7,19371	33,8544
2	7,23875	34,0594
Rata-rata		33,9569
SD (S)		0,1450

$$(\mu(P)) = \frac{S}{\sqrt{n}}$$

$$(\mu(P)) = \frac{0,1450 \text{ mg/L}}{\sqrt{2}}$$

$$(\mu(P)) = 0,1025 \text{ mg/L}$$

e. Ketidakpastian gabungan ($\mu(C)$)

$$\mu(C) = \sqrt{\left(\frac{\mu(Vc)}{Vc}\right)^2 + \left(\frac{\mu(Cx)}{Cx}\right)^2 + \left(\frac{\mu(M)}{Mr}\right)^2 + \left(\frac{\mu(p)}{p}\right)^2}$$

$$\mu(C) = \sqrt{\left(\frac{0,0124}{5}\right)^2 + \left(\frac{1,1226}{50}\right)^2 + \left(\frac{0,0028}{78,11}\right)^2 + \left(\frac{0,1025}{33,9569}\right)^2 +}$$

$$\mu(C) = 0,0228$$

f. Ketidakpastian diperluas (μ)

$$\mu = \mu(C) \times 2$$

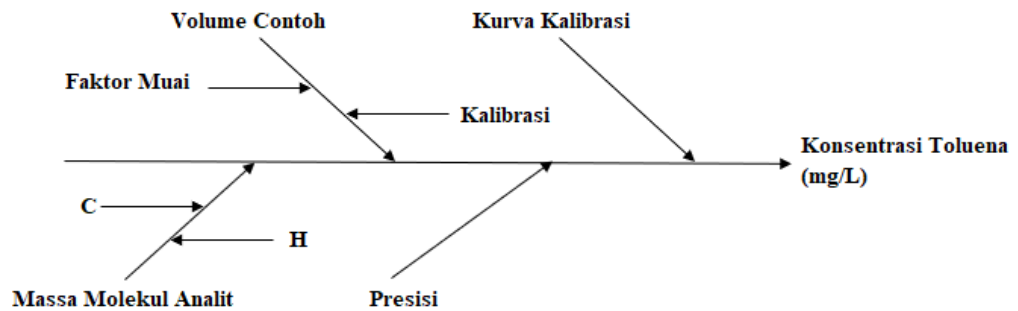
$$\mu = 0,0228 \times 2$$

$$\mu = 0,0456$$

$$\mu = 33,9569 \pm 0,0456 \text{ mg/L}$$

2. Estimasi ketidakpastian pengukuran toluena

Diagram tulang ikan (*fish bone*) ketidakpastian toluena:



a. Ketidakpastian volume contoh ($\mu(V_c)$)

Ketidakpastian kalibrasi pipet ($\mu(V)$):

$$(\mu(V)) = \frac{V}{\sqrt{6}}$$

$$(\mu(V)) = \frac{0,03 \text{ mL}}{\sqrt{6}}$$

$$(\mu(V)) = 0,0122 \text{ mL}$$

Ketidakpastian faktor muai ($\mu(T)$):

$$(\mu(V)) = \frac{V \times \beta \times \Delta T}{\sqrt{6}}$$

$$(\mu(V)) = \frac{5 \text{ mL} \times 0,00021 / ^\circ\text{C} \times (25-20)^\circ\text{C}}{\sqrt{6}}$$

$$(\mu(V)) = 0,0021 \text{ mL}$$

Ketidakpastian volume contoh ($\mu(V_c)$):

$$(\mu(V_c)) = \sqrt{((\mu(V))^2 + (\mu(T))^2)}$$

$$(\mu(V_c)) = \sqrt{(0,0122 \text{ mL})^2 + (0,0021 \text{ mL})^2}$$

$$(\mu(V_c)) = 0,0124 \text{ mL}$$

b. Ketidakpastian kurva kalibrasi ($\mu(Cx)$)

Konsentrasi standar:

No.	Konsentrasi (Xi) (mg/L)	(Xi - \bar{X})	(Xi - \bar{X}) ²
1.	0	-50	2500
2.	20	-30	900
3.	40	-10	100
4.	60	10	100
5.	80	30	900
6.	100	50	2500
Rata-Rata (\bar{X})		50	
$\Sigma(Xi - \bar{X})^2$			7000

Luas area standar:

No.	Konsentrasi (Xi) (mg/L)	Luas Area
1.	0	0,0000
2.	20	4,1171
3.	40	8,1025
4.	60	12,5696
5.	80	16,3420
6.	100	21,0240
Rata-Rata (\bar{X})		10,3592
Sy/x		0,2121
Slope		0,2089

Luas area sampel:

No.	Luas Area	
1.	6,59022	
2.	6,60198	
Rata-Rata (\bar{X})		6,5961

Ketidakpastian kurva kalibrasi ($\mu(Cx)$):

$$\mu(Cx) = \frac{S}{B1} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(\bar{y} \text{ sampel} - \bar{y} \text{ standar})^2}{\text{Slope}^2 \times \Sigma(Xi - \bar{X})^2}}$$

$$\mu(C_x) = \frac{0,2121 \text{ mg/L}}{0,2089 \text{ L/mg}} \sqrt{\frac{1}{2} + \frac{1}{6} + \frac{(6,5961 - 10,3592)^2}{(0,2089 \text{ L/mg})^2 \times 7000 \text{ mg/L}}}$$

$$\mu(C_x) = 0,8573 \text{ mg/L}$$

c. Ketidakpastian massa molekul analit ($\mu(M)$)

Ketidakpastian karbon ($\mu(C)$):

$$(\mu(C)) = \frac{\text{Ketidakpastian terkait C}}{k} \times \text{Jumlah atom C}$$

$$(\mu(C)) = \frac{0,0008 \text{ g/mol}}{\sqrt{2}} \times 7$$

$$(\mu(C)) = 0,0032 \text{ g/mol}$$

Ketidakpastian hidrogen ($\mu(H)$):

$$(\mu(H)) = \frac{\text{Ketidakpastian terkait H}}{k} \times \text{Jumlah atom H}$$

$$(\mu(H)) = \frac{0,00007 \text{ g/mol}}{\sqrt{2}} \times 8$$

$$(\mu(H)) = 0,00032 \text{ g/mol}$$

Ketidakpastian massa molekul benzena ($\mu(M)$):

$$(\mu(M)) = \sqrt{(\mu(C))^2 + (\mu(H))^2}$$

$$(\mu(M)) = \sqrt{(0,0032)^2 + (0,00032)^2} \text{ g/mol}$$

$$(\mu(M)) = 0,0032 \text{ g/mol}$$

d. Ketidakpastian presisi ($\mu(P)$)

Pengulangan Sampel	Luas Area	Konsentrasi Sampel (C) (mg/L)
1	6,59022	31,9690
2	6,60198	32,0253
Rata-rata		31,9971
SD (S)		0,0398

$$(\mu(P)) = \frac{S}{\sqrt{n}}$$

$$(\mu(P)) = \frac{0,0398 \text{ mg/L}}{\sqrt{2}}$$

$$(\mu(P)) = 0,0281 \text{ mg/L}$$

e. Ketidakpastian gabungan ($\mu(C)$)

$$\mu(C) = \sqrt{\left(\frac{\mu(Vc)}{Vc}\right)^2 + \left(\frac{\mu(Cx)}{Cx}\right)^2 + \left(\frac{\mu(M)}{Mr}\right)^2 + \left(\frac{\mu(p)}{p}\right)^2}$$

$$\mu(C) = \sqrt{\left(\frac{0,0124}{5}\right)^2 + \left(\frac{0,8573}{50}\right)^2 + \left(\frac{0,0032}{92,14}\right)^2 + \left(\frac{0,0281}{31,9971}\right)^2}$$

$$\mu(C) = 0,0173$$

f. Ketidakpastian diperluas (μ)

$$\mu = \mu(C) \times 2$$

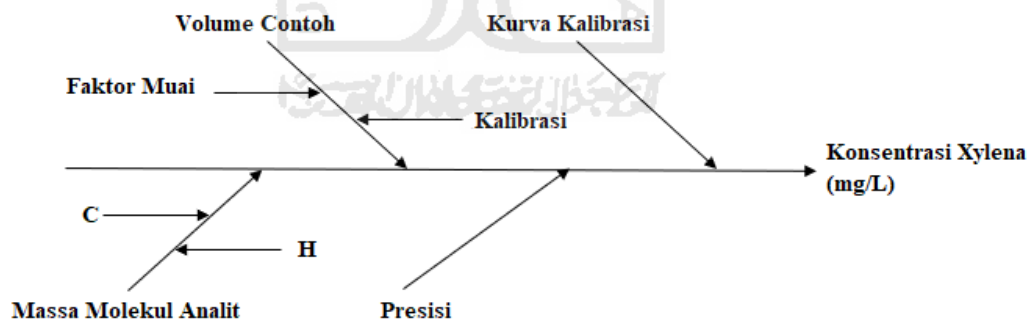
$$\mu = 0,0173 \times 2$$

$$\mu = 0,0347$$

$$\mu = 33,9569 \pm 0,0347 \text{ mg/L}$$

3. Estimasi ketidakpastian pengukuran xylene

Diagram tulang ikan (*fish bone*) ketidakpastian xylene:



a. Ketidakpastian volume contoh ($\mu(Vc)$)

Ketidakpastian kalibrasi pipet ($\mu(V)$):

$$(\mu(V)) = \frac{V}{\sqrt{6}}$$

$$(\mu(V)) = \frac{0,03 \text{ mL}}{\sqrt{6}}$$

$$(\mu(V)) = 0,0122 \text{ mL}$$

Ketidakpastian faktor muai ($\mu(T)$):

$$(\mu(V)) = \frac{V \times \beta \times \Delta T}{\sqrt{6}}$$

$$(\mu(V)) = \frac{5 \text{ mL} \times 0,00021 /^{\circ}\text{C} \times (25-20)^{\circ}\text{C}}{\sqrt{6}}$$

$$(\mu(V)) = 0,0021 \text{ mL}$$

Ketidakpastian volume contoh ($\mu(V_c)$):

$$(\mu(V_c)) = \sqrt{((\mu(V))^2 + (\mu(T))^2)}$$

$$(\mu(V_c)) = \sqrt{(0,0122 \text{ mL})^2 + (0,0021 \text{ mL})^2}$$

$$(\mu(V_c)) = 0,0124 \text{ mL}$$

b. Ketidakpastian kurva kalibrasi ($\mu(C_x)$)

Konsentrasi standar:

No.	Konsentrasi (Xi) (mg/L)	(Xi - \bar{X})	(Xi - \bar{X}) ²
1.	0	-50	2500
2.	20	-30	900
3.	40	-10	100
4.	60	10	100
5.	80	30	900
6.	100	50	2500
Rata-Rata (\bar{X})		50	
$\sum(Xi - \bar{X})^2$		7000	

Luas area standar:

No.	Konsentrasi (Xi) (mg/L)	Luas Area
1.	0	0,0000
2.	20	4,2519
3.	40	8,1719
4.	60	12,7439
5.	80	16,4151
6.	100	20,8828
Rata-Rata (\bar{X})		10,4109

Sy/x	0,1978
Slope	0,2078

Luas area sampel:

No.	Luas Area
1.	6,85898
2.	6,64989
Rata-Rata (\bar{X})	6,7544

Ketidakpastian kurva kalibrasi ($\mu(Cx)$):

$$\mu(Cx) = \frac{S}{B1} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(\bar{y} \text{ sampel} - \bar{y} \text{ standar})^2}{\text{Slope}^2 \times \sum(Xi - \bar{X})^2}}$$

$$\mu(Cx) = \frac{0,1978 \text{ mg/L}}{0,2078 \text{ L/mg}} \sqrt{\frac{1}{2} + \frac{1}{6} + \frac{(6,7544 - 10,4109)^2}{(0,2078 \text{ L/mg})^2 \times 7000 \text{ mg/L}}}$$

$$\mu(Cx) = 0,8027 \text{ mg/L}$$

c. Ketidakpastian massa molekul analit ($\mu(M)$)

Ketidakpastian karbon ($\mu(C)$):

$$(\mu(C)) = \frac{\text{Ketidakpastian terkait C}}{k} \times \text{Jumlah atom C}$$

$$(\mu(C)) = \frac{0,0008 \text{ g/mol}}{\sqrt{2}} \times 8$$

$$(\mu(C)) = 0,0037 \text{ g/mol}$$

Ketidakpastian hidrogen ($\mu(H)$):

$$(\mu(H)) = \frac{\text{Ketidakpastian terkait H}}{k} \times \text{Jumlah atom H}$$

$$(\mu(H)) = \frac{0,00007 \text{ g/mol}}{\sqrt{2}} \times 10$$

$$(\mu(H)) = 0,00040 \text{ g/mol}$$

Ketidakpastian massa molekul benzena ($\mu(M)$):

$$(\mu(M)) = \sqrt{(\mu(C))^2 + (\mu(H))^2}$$

$$(\mu(M)) = \sqrt{(0,0037)^2 + (0,00040)^2} \text{ g/mol}$$

$$(\mu(M)) = 0,0037 \text{ g/mol}$$

d. Ketidakpastian presisi ($\mu(P)$)

Pengulangan Sampel	Luas Area	Konsentrasi Sampel (C) (mg/L)
1	6,85898	32,43106
2	6,649889	32,38734
Rata-rata		32,4092
SD (S)		0,0309

$$(\mu(P)) = \frac{S}{\sqrt{n}}$$

$$(\mu(P)) = \frac{0,0309 \text{ mg/L}}{\sqrt{2}}$$

$$(\mu(P)) = 0,0219 \text{ mg/L}$$

e. Ketidakpastian gabungan ($\mu(C)$)

$$\mu(C) = \sqrt{\left(\frac{\mu(Vc)}{Vc}\right)^2 + \left(\frac{\mu(Cx)}{Cx}\right)^2 + \left(\frac{\mu(M)}{Mr}\right)^2 + \left(\frac{\mu(p)}{p}\right)^2}$$

$$\mu(C) = \sqrt{\left(\frac{0,0124}{5}\right)^2 + \left(\frac{0,8030}{50}\right)^2 + \left(\frac{0,0037}{106,17}\right)^2 + \left(\frac{0,0219}{32,4092}\right)^2}$$

$$\mu(C) = 0,0163$$

f. Ketidakpastian diperluas (μ)

$$\mu = \mu(C) \times 2$$

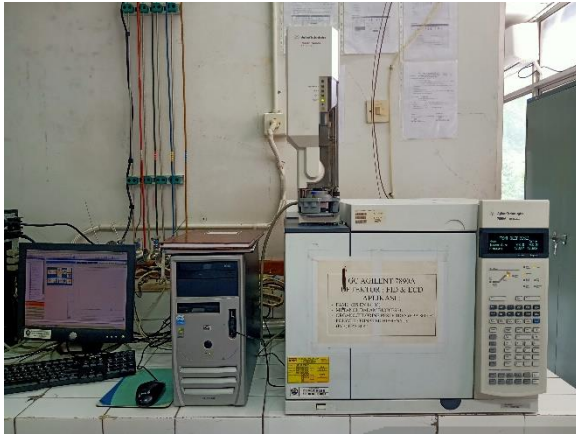
$$\mu = 0,0163 \times 2$$

$$\mu = 0,0325$$

$$\mu = 33,9569 \pm 0,0325 \text{ mg/L}$$

Lampiran 4. Dokumentasi validasi metode

I. Alat kromatografi gas Agilent 7890A



II. Gas hidrogen, nitrogen, dan udara tekan



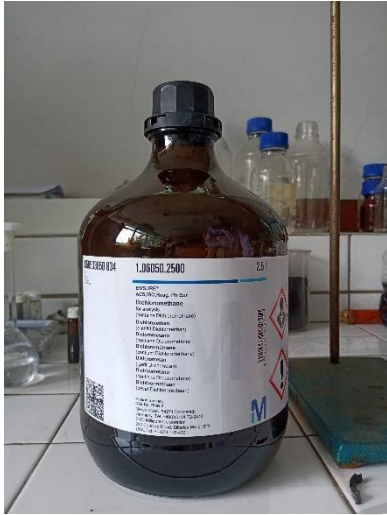
III. Sampel air dengan penambahan benzena, toluena, dan xylena



IV. Standar benzena, toluena, dan xylena



V. Diklorometana



VI. Larutan induk benzena, toluena, dan xylene 100 mg/L



VII. Larutan standar benzena, toluena, dan xylene 0; 20; 40; 60; 80; dan 100 mg/L



VIII. Proses sonikasi sampel air



IX. Sampel terpisah menjadi 2 fasa (fasa air dan diklorometana)

