

LAPORAN TUGAS AKHIR

**ANALISIS BENZENE, TOLUENE, ETHYLBENZENE,
DAN XYLENE (BTEX) DALAM TANAH DENGAN GAS
CHROMATOGRAPHY – MASS SPECTROMETRY (GC –
MS)**

**Diajukan Kepada Universitas Islam Indonesia untuk Memenuhi Persyaratan
Memperoleh Derajat Sarjana Strata Satu (S1) Teknik Lingkungan**



FAISAL ARSYAD

13513128

**PROGRAM STUDI TEKNIK LINGKUNGAN
FAKLUTAS TEKNIK SIPIL DAN PERENCANAAN
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA**

2017

LEMBAR PENGESAHAN

ANALISIS BENZENE, TOLUENE, ETHYLBENZENE, DAN XYLENE (BTEX) DALAM TANAH DENGAN GAS CHROMATOGRAPHY – MASS SPECTROMETRY (GC – MS)

**Diajukan Kepada Universitas Islam Indonesia untuk Memenuhi Persyaratan
Memperoleh Derajat Sarjana Strata Satu (S1) Teknik Lingkungan**



Telah diperiksa dan disetujui oleh:

Dosen Pembimbing I

Any Juliani, S.T., M.Sc (Res.Eng)

Tanggal : 13/9 / 2017

Dosen Pembimbing II

Puji Lestari, S.Si., M.Si

Tanggal : 20/9 / 2017

Mengetahui :

Ketua Program Studi Teknik Lingkungan FTSP UII

Hudori, S.T., M.T

Tanggal : 20/9 / 2017



LEMBAR PENGESAHAN

ANALYSIS BENZENE, TOLUENE, ETHYLBENZENE, AND XYLENE (BTEX) IN SOIL BY GAS CHROMATOGRAPHY – MASS SPECTROMETRY (GC – MS)

**Diajukan Kepada Universitas Islam Indonesia untuk Memenuhi Persyaratan
Memperoleh Derajat Sarjana Strata Satu (S1) Teknik Lingkungan**



Telah diperiksa dan disetujui oleh:

Dosen Pembimbing I

Any Juliani, S.T., M.Sc (Res.Eng)

Tanggal : 13 / 9 / 2017

الإسلامية
الاندونيسية

Dosen Pembimbing II

Puji Lestari, S.Si., M.Si

Tanggal : 20 / 9 / 2017

Mengetahui :

Ketua Program Studi Teknik Lingkungan FTSP UII

Hudori, S.T., M.T.

Tanggal : 20 / 9 / 2017



LEMBAR PENGESAHAN

ANALYSIS BENZENE, TOLUENE, ETHYLBENZENE, AND XYLENE (BTX) IN SOIL BY GAS CHROMATOGRAPHY – MASS SPECTROMETRY (GC – MS)

**Diajukan Kepada Universitas Islam Indonesia untuk Memenuhi Persyaratan Memperoleh Derajat
Sarjana Strata Satu (S1) Teknik Lingkungan**



Telah diperiksa dan disetujui oleh:

Dosen Penguji I

Any Juliani, S.T., M.Sc (Res.Eng)

Tanggal : 13/9/2017

Dosen Penguji II

Puji Lestari, S.Si., M.Si

Tanggal : 20/9/2017

Dosen Penguji III

Dr. Suphia Rahmawati, S.T., M.T.

Tanggal : 13/9/2017

LEMBAR PENGESAHAN

ANALYSIS BENZENE, TOLUENE, ETHYLBENZENE, AND XYLENE (BTX) IN SOIL BY GAS CHROMATOGRAPHY – MASS SPECTROMETRY (GC – MS)

**Diajukan Kepada Universitas Islam Indonesia untuk Memenuhi Persyaratan Memperoleh Derajat
Sarjana Strata Satu (S1) Teknik Lingkungan**



Telah diperiksa dan disetujui oleh:

Dosen Penguji I

Any Juliani, S.T., M.Sc (Res.Eng)

Tanggal : 13/9/2017

Dosen Penguji II

Puji Lestari, S.Si., M.Si

Tanggal : 20/9/2017

Dosen Penguji III

Dr. Suphia Rahmawati, S.T., M.T.

Tanggal : 13/9/2017

PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa:

1. Karya tulis ini adalah asli dan belum pernah diajukan untuk mendapatkan gelar akademik apapun, baik di Universitas Islam Indonesia maupun di perguruan tinggi lainnya.
2. Karya tulis ini adalah merupakan gagasan, rumusan, dan penelitian saya sendiri, tanpa bantuan pihak lain kecuali arahan Dosen Pembimbing.
3. Dalam karya tulis ini tidak terdapat kata atau pendapat orang lain, kecuali secara tertulis dengan jelas dicantumkan sebagai acuan dalam naskah dengan disebutkan nama penulis dan dicantumkan dalam daftar pustaka.
4. Program *software* komputer yang digunakan dalam penelitian ini sepenuhnya menjadi tanggung jawab saya, bukan tanggung jawab Universitas Islam Indonesia. (apabila menggunakan *software* khusus)
5. Pernyataan ini saya buat dengan sesungguhnya dan apabila dikemudian hari terdapat penyimpangan dan ketidak benaran dalam pernyataan ini, maka saya bersedia menerima sanksi akademik dengan pencabutan gelar yang sudah diperoleh, serta sanksi lainnya sesuai dengan norma yang berlaku di perguruan tinggi.
6. Hasil penelitian ini dapat dipublikasikan dengan arahan atau persetujuan Dosen Pembimbing tugas akhir.

Yogyakarta, 13 September 2017

Yang membuat pernyataan



Faisal Arsyad

PERSEMBAHAN

Syukur alhamdulillah saya persembahkan karya ini untuk : Allah SWT dan
Rasulullah SAW

Orang tua dengan kasih sayang yang tiada henti mengalir dan mendokan

Keluarga saya yang selalu mendukung

Teman – teman yang selalu ada menemani

Almamater, Universitas Islam Indonesia

Para Guru dan Dosen yang telah mendidik saya selama ini

Keluarga besar Program Studi Teknik Lingkungan Angkatan 2013

KATA PENGANTAR



Assalamu‘alaikum Wr. Wb.

Segala puji bagi Allah SWT, yang telah menciptakan alam semesta beserta isinya. Shalawat serta salam tak lupa penulis junjungkan kepada Nabi Muhammad SAW beserta para keluarga dan sahabatnya, serta orang-orang yang mengikuti jejak mereka hingga akhir zaman. Alhamdulillahirobbil‘alamin atas rahmat dan hidayah-Nya, penulis dapat menyelesaikan penyusunan tugas akhir yang berjudul “**Analisis Benzene, Toluene, Ethylbenzene, dan Xylene (BTEX) dalam Tanah dengan Gas Chromatography - Mass Spectrometry (GC – MS).**”.

Dalam penyusunan tugas akhir ini penulis tidak lepas dari motivasi, bimbingan dan doa dari berbagai pihak. Penulis mengucapkan terimakasih kepada:

1. Ibu Empoy Supartini dan Bapak Suarman Guntara orang tua tercinta yang selalu mendo’akan dan memberikan dukungan moril dan materil yang tiada henti, dan juga Kakak dan Adik , Fajar Ibnil Hafiz dan Fathan Ziaurrahman, yang selalu menyemangati hingga sekarang dan nanti.
2. Bapak Hudori ST., MT, selaku Ketua Program Studi Teknik Lingkungan Universitas Islam Indonesia, yang telah banyak memberikan inspirasi, ilmu dan pegalamannya.
3. Ibu Any Juliany, S.T., M.Sc (Res. Eng) , Ibu Puji Lestari, S.Si., M.Si, dan Ibu Dr. Suphia Rahmawati S.T., M.T selaku dosen pembimbing, terima kasih atas bimbingan, bantuan dan arahnya selama penyusunan tugas akhir ini.
4. Seluruh dosen dan staf Program Studi Lingkungan FTSP Universitas Islam Indonesia, terima kasih atas pelajaran, pengalaman dan bantuan yang

diberikan. Semoga ilmu dan pengalaman ini dapat bermanfaat bagi diri kami dan orang lain.

5. Pak Tasyono, Pak Iwan, Mba Nuri, Mba Diah, dan Mba Rina yang telah membantu dan memberi masukan selama pengerjaan Tugas Akhir di Laboratorium Kualitas Lingkungan FTSP UII.
6. Kepada Azkiya rekan satu tim BTEX yang telah berjuang bersama melalui halangan dan rintangan dalam mengerjakan tugas ini dan selalu ada dikala sedih dan senang.
7. Kepada Willy Dosan sahabat yang selalu mendukung dan mengajak makan untuk menghilangkan stres saat mengerjakan tugas akhir ini. Dan Sahabat Kontrakan GGS: Dio, Taufik dan Tegar yang selalu mendengarkan keluhan kesah dan menyemangati mengerjakan tugas akhir ini.
8. Sahabat – sahabat berkeluh kesah: Diana Pavita, Mahakarya Agung, Yosi Mutiara Pertiwi yang tidak pernah lelah mendengarkan keluhan kesah penulis yang kadang hiperbolis. Teman – teman group line “Wacana” yang selalu saling menyemangati agar cepat lulus.
9. Teman – teman KKN angkatan 55 Unit MG – 290 : Donny, Wildan, Fachrizal, Chintya, Lia, Nuke, Nia dan Aulia yang selalu memotivasi untuk cepat lulus dengan cara yang berbeda dan luar biasa.
10. Keluarga besar mahasiswa Teknik Lingkungan FTSP UII angkatan 2013, terimakasih atas kebersamaannya selama ini. Semoga kita semua menjadi orang yang sukses dan bermanfaat untuk orang lain serta selalu menjaga silaturahmi.

Semoga apa yang penulis sampaikan dalam penelitian ini dapat berguna bagi rekan-rekan mahasiswa maupun semua pihak yang membutuhkan sehingga dapat menjadi studi literatur bagi penelitian yang berhubungan.

Wassalamu‘alaikum Wr. Wb.

Yogyakarta, Agustus 2017

Penulis

DAFTAR ISI

LEMBAR PENGESAHAN.....	i
PERNYATAAN	v
PERSEMBAHAN	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR NOTASI	xii
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR GAMBAR	xiv
DAFTAR LAMPIRAN	xv
ABSTRAK.....	xvi
ABSTRACT	xvii
BAB I	1
PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian.....	3
1.4 Ruang Lingkup.....	3
1.5 Manfaat.....	3
BAB II.....	5
TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Senyawa Hidrokarbon	5
2.2 Pencemaran Tanah oleh Senyawa Hidrokarbon.....	5
2.3 Tanah.....	6
2.3.1 Bahan Padatan Tanah	7
2.3.2 Bahan Cairan Tanah (Larutan Tanah)	8
2.3.3 Bahan Gas (Udara Tanah)	9

2.4 Pencemaran Tanah	9
2.5 Benzena, Toluena, Etilbenzena dan Xylena (BTEX).....	10
2.6 Headspace dan Gas Chromatography – Mass Spectrometry (GC-MS)	11
2.7 Linieritas, <i>Limit of Detection</i> dan <i>Limit of Quantification</i>	12
BAB III	14
METODE PENELITIAN	14
3.1 Tahap Penelitian	14
3.2 Latar Belakang	15
3.3 Perumusan Masalah.....	15
3.4 Studi Literatur	15
3.5 Penentuan Kondisi Optimum HS GC-MS untuk Analisis Senyawa BTEX	15
3.6 Penentuan Linieritas, <i>Limit of Detection</i> (LOD) dan <i>Limit of Quantification</i> (LOQ)	16
3.7 Pengambilan Sampel Tanah	16
3.8 Pengujian Sampel Tanah	16
3.8.1 Pembuatan Tanah Steril	17
3.8.2 Analisis Senyawa BTEX dalam Tanah dengan Headspace Gas Chromatography – Mass Spectrometry.....	17
3.8.3 Analisis Kandungan Air dalam Tanah	17
3.8.4 Analisis Kandungan <i>Total Organic Carbon</i> (TOC) dalam Sampel Tanah	18
3.9 Hasil dan Analisis Data	18
3.9.1 Penentuan Linieritas.....	18
3.9.2 Perhitungan LOD dan LOQ.....	19
3.9.3 Analisis Senyawa BTEX dalam Tanah dengan Headspace Gas Chromatography – Mass Spectrometry.....	19
3.9.4 Perhitungan Kandungan Air dalam Sampel Tanah	19
3.9.5 Perhitungan Kandungan <i>Total Organic Carbon</i> (TOC) dalam Sampel Tanah.....	20

3.9.6 Perhitungan Koefisien Distribusi (Kd)	20
3.10 Lokasi Penelitian	20
BAB IV	22
HASIL PENELITIAN DAN ANALISIS DATA.....	22
4.1 Metode Analisis <i>Headspace Gas Chromatography – Mass Spectrometry</i> . 22	
4.1.1 Mode Analisis	22
4.1.2 Waktu Retensi	23
4.2 Penentuan Nilai Linieritas, <i>Limit of detection</i> dan <i>Limit of Quantification</i> dari Metode Analisis.	24
4.2.1 Linieritas	24
4.2.2 Limit Of Detection (LOD) dan Limit Of Quantification (LOQ)	26
4.3 Analisis <i>Benzene, Toluene, Ethylbenzene</i> dan <i>Xylene</i> dalam Sampel Tanah dengan <i>Gas Chromatography – Mass Spectrometry</i>	27
4.4 <i>Transport</i> Senyawa BTEX dalam Tanah	32
BAB V.....	35
KESIMPULAN.....	35
5.1 Kesimpulan.....	35
5.2 Saran.....	35
DAFTAR PUSTAKA	36
LAMPIRAN	41

DAFTAR NOTASI

BBM	= Bahan Bakar Minyak
BTEX	= <i>Benzene, Toluene, Ethylbenzene, Xylene</i>
foc	= Persentase TOC
GC	= <i>Gas Chromatography</i>
HS	= <i>Headspace</i>
Koc	= Koefisien adsorpsi
LOD	= <i>Limit of Detection</i>
LOQ	= <i>Limit of Quantification</i>
m	= Meter
MS	= <i>Mass Spectrometry</i>
ppb	= <i>part per billion</i>
ppm	= <i>part per million</i>
SIM	= <i>Selected Ion Monitoring</i>
TOC	= <i>Total Organic Carbon</i>
UST	= <i>Underground Storage Tank</i>

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Waktu Retensi Senyawa BTEX	23
Tabel 4.2 Nilai Koefisien Determinasi (R) dan Persamaan Regresi Linier pada Senyawa BTEX	25
Tabel 4.3 LOD dan LOQ Standar BTEX	26
Tabel 4.4 Hasil Analisis Sampel Tanah dan Tanah Pembanding	27
Tabel 4.5 Perbandingan Konsentrasi Senyawa BTEX dalam Airtanah dengan Tanah	31
Tabel 4.6 Perbandingan Konsentrasi Sampel Tanah dengan Baku Mutu	32

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Bahan Penyusun Tanah Secara Umum.....	7
Gambar 3.1 Diagram Alir Tahapan Penelitian.....	14
Gambar 3.2 Peta Citra Titik Sampling Tanah.....	21
Gambar 4.1 Kurva Linieritas Standar o-xylene	26
Gambar 4.2 Grafik Kedalaman Tanah Vs Konsentrasi BTEX	29
Gambar 4.3 Grafik Hubungan Antara Kedalaman Tanah dengan %TOC.....	30
Gambar 4.4 Grafik Hubungan antara Kedalaman Sampel dengan Kd	31
Gambar 4.5 Sumber BTEX dalam Tanah dari Kegiatan SPBU.....	33

DAFTAR LAMPIRAN

Perhitungan Konsentrasi Benzena	40
Perhitungan Konsentrasi Toluena	41
Perhitungan Konsentrasi Ethylbenzena	42
Perhitungan Konsentrasi o-xilena	43
Perhitungan Konsentrasi p-xilena	44
Perhitungan % Air Sampel Tanah	45
Perhitungan TOC Sampel Tanah	46

ABSTRAK

Meningkatnya kebutuhan bahan bakar minyak (BBM) di Indonesia khususnya di Yogyakarta sejalan dengan pertumbuhan jumlah kendaraan yang meningkatkan jumlah Stasiun Pengisian Bahan Bakar Umum (SPBU). SPBU memiliki kemungkinan mencemari lingkungan jika terjadi kebocoran pada tanki penyimpanan bawah tanah (*Underground Storage Tank/ UST*). Senyawa *Benzene, Toluene, Ethylbenzene dan Xylene* (BTEX) adalah indikator terjadinya kebocoran UST di lingkungan. Senyawa BTEX memiliki sifat yang sangat berbahaya bagi kesehatan yang dapat menyebabkan kanker. Selain itu senyawa BTEX adalah senyawa yang memiliki volatilitas tinggi sehingga memerlukan penanganan yang khusus mulai dari tahap sampling sampai tahap analisis agar senyawa BTEX tidak hilang saat proses analisis. Oleh karena itu, penelitian ini bertujuan untuk mengembangkan metode pengukuran konsentrasi senyawa BTEX di dalam tanah disekitar SPBU. Dalam penelitian ini senyawa BTEX dianalisis dengan *Headspace Gas Chromatography – Mass Spectrometry* (HS GC – MS). Sebelum melakukan analisis senyawa BTEX dalam tanah dilakukan pengukuran nilai linieritas, batas deteksi dan batas quantifikasi dari metode uji. Sampel tanah diambil dari sekitar SPBU yang memiliki riwayat kebocoran UST di Yogyakarta. Dari hasil penelitian sampel tanah mengandung senyawa BTEX dengan kisaran konsentrasi dari 9 ppb sampai 33 ppb.

Kata Kunci : Tanah, SPBU, BTEX, HS GC - MS

ABSTRACT

The increasing of gasoline demand in Indonesia especially in Yogyakarta is linear to the increasing of vehicles number, which will increase the number of gasoline stations. The gasoline station probably possess several effects to the environment when the storage tank leaks. The compounds of benzene, Toluene, Ethylbenzene and Xylene known as BTEX indicate the presence of gasoline leaking in the environment. The compounds of BTEX are highly hazardous to human health and can cause cancer. In addition, BTEX compounds have high volatility that requires special handling from sampling stage until the analysis phase to avoid BTEX compounds lost during the analysis proses. Therefore, the purpose of this study is to develop the method for measuring the concentration of BTEX compounds in the soil nearby the gasoline station. In this study BTEX compounds in soil were analyzed by Headspace – Gas Chromatography Mass Spectrometry (HS GC – MS). Before applying the method for soil analysis, the value linearity, of Limit of Detection, Limit of Quantification must be determined. Soil samples were taken from the soil around the gas station that had history of underground storage tank leaking in Yogyakarta. The result indicates that soil samples contain BTEX compounds the concentration range of 9 ppb to 33 ppb.

Keywords: Soil, Gas Station, BTEX, HS GC - MS

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Pertumbuhan kendaraan bermotor di Daerah Istimewa Yogyakarta dari tahun 2007 sampai 2015 mencapai 10% tiap tahunnya. Berdasarkan data Ditlantas Polda Daerah Istimewa Yogyakarta jumlah kendaraan bermotor di Daerah Istimewa Yogyakarta berjumlah 2.196.620 unit dengan 1.916.666 unit diantaranya adalah sepeda motor (Bada Pusat Statistik DIY, 2016).

Kenaikan jumlah kendaraan bermotor di Yogyakarta akan sejalan dengan peningkatan kebutuhan Bahan Bakar Minyak (BBM). Oleh karena itu akan terjadi juga peningkatan jumlah Stasiun Pengisian Bahan Bakar Umum (SPBU). Dengan meningkatnya jumlah SPBU akan meningkatkan kemungkinan terjadinya pencemaran tanah dan air tanah oleh bahan bakar minyak (BBM). Setiap SPBU memiliki *underground storage tank* (UST) untuk menyimpan bahan bakar minyak yang mereka miliki. Meskipun sebagian besar UST yang digunakan SPBU terbuat dari bahan baja, kemungkinan terjadinya kebocoran masih tetap ada.

Kasus kebocoran tangki penyimpanan bahan bakar minyak pernah terjadi pada beberapa SPBU di Wilayah Yogyakarta. Kasus yang pernah tercatat antara lain: 1) SPBU 41.424 Gambiran Kotamadya Yogyakarta, pada tahun 1987; 2) SPBU Jalan Wonosari Km 5,4 Banguntapan, Bantul, pada tahun 1995; 3) SPBU 44.552.10 Janti Bantilan Caturtunggal, Depok, Sleman, pada tahun 1999; 4) Beberapa SPBU lainnya seperti SPBU di Jalan Gejayan, Jalan Munggur, dan jalan HOS Cokroaminoto (Muryani, 2010). Pada penelitian sebelumnya dalam air tanah yang diambil dari sumur di sekitar SPBU yang memiliki sejarah kebocoran *underground storage tank* terdeteksi mengandung bahan bakar minyak tipe DEX (Hanifah, 2016).

Kebocoran UST dapat menyebabkan pencemaran tanah dan air tanah oleh senyawa hidrokarbon yang terkandung dalam bahan bakar minyak. Senyawa hidrokarbon yang terkandung dalam bahan bakar minyak adalah senyawa organik

aromatik Benzena, Toluena, Etilbenzena, dan Xilena (BTEX). Senyawa BTEX adalah senyawa organik volatil dan memiliki nilai kelarutan dalam air yang lebih besar dibandingkan senyawa organik volatil lain sehingga senyawa BTEX ini dapat menyebar di lingkungan. Pencemaran senyawa BTEX pada tanah dapat terjadi pada konsentrasi 10 mg/L sampai 10.000 mg/L (Church, 2001).

Senyawa BTEX merupakan senyawa karsinogenik dan neutrotoksik yang ditetapkan sebagai polutan prioritas oleh *Environmental Protection Agency* (EPA) Amerika Serikat. Senyawa BTEX juga merupakan agen Leukeamic pada manusia dan memiliki standar yang ketat dalam air minum yaitu sebesar 5 µg/L (Wang et al., 1995, dalam Menedez, 2000). Selain itu, analisis senyawa BTEX dalam sampel tanah adalah hal yang tidak mudah karena senyawa BTEX termasuk senyawa yang memiliki volatilitas yang tinggi sehingga dibutuhkan teknik preparasi dan pengambilan sampel yang tepat agar senyawa BTEX tidak hilang dalam proses analisis. Oleh karena itu sangat penting untuk mengembangkan metode pengukuran senyawa BTEX di berbagai komponen lingkungan, salah satunya adalah tanah. Dimana hasil pengukuran konsentrasi senyawa BTEX ini dalam ilmu teknik lingkungan dapat digunakan sebagai pertimbangan dalam merencanakan pemulihan tanah yang tercemar oleh senyawa BTEX. Metode pengukuran senyawa BTEX dalam tanah yang paling umum adalah dengan *gas chromatography*.

. Ekstraksi senyawa BTEX dari sampel tanah lebih sulit daripada dari air hal tersebut karena besarnya interaksi analit dengan matrix. Menghilangkan interaksi antara analit dengan matrix sangat sulit, oleh karena itu kinerja dari metode analitik sangat tergantung pada kondisi tanah seperti kelembaban, kandungan organik dan adanya kontaminasi dari polutan lain (Noellet, 2005).

Metode ekstraksi senyawa BTEX dalam tanah secara konvensional seperti ekstraksi Soxhlet dan ekstraksi padat – cair sangat membutuhkan waktu yang lama, multi prosedur, dan membutuhkan banyak pelarut organik. Saat ini terdapat metode *headspace* dimana metode ini tidak memerlukan pelarut organik, manipulasi sampel minimal dan mudah untuk mengotomatisasi prosedur (Pavon et al, 2009).

Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui linieritas, *Limit of Detection* dan *Limit of Quantification* metode analisis dan untuk mengukur konsentrasi senyawa BTEX dalam tanah menggunakan *headspace* yang tersambung dengan *Gas*

Chromatography – Mass Spectrometry. Maka penelitian ini mengangkat judul “Analisis *Benzene, Toluene, Ethylbenzen*, dan *Xylene* (BTEX) dalam tanah menggunakan *Gas Chromatography – Mass Spectrometry* (GC-MS)”

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan maslaah dari penelitian ini adalah:

1. Berapakah nilai *Limit of Detection*, *Limit of Quantification*, dan Linieritas analisis Benzena, Toluena, Etilbenzena, Xylena (BTEX) dalam tanah menggunakan *Headspace Gas Chromatography – Mass Spectrometry* (HS GC-MS)?
2. Berapa konsentrasi BTEX pada tanah sekitar SPBU ?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Mengetahui nilai *Limit of Detection*, *Limit of Quantification*, dan Linieritas metode yang digunakan.
2. Mengetahui konsentrasi BTEX pada tanah di sekitar SPBU.

1.4 Ruang Lingkup

Berdasarkan latar belakang masalah yang telah dijabarkan maka batasan dalam penelitian ini adalah :

1. Menganalisis *Limit of Detection*, *Limit of Quantification*, dan Linieritas metode analisis BTEX dalam tanah menggunakan *Headspace Gas Chromatography – Mass Spectrofotometry*.
2. Menganalisis konsentrasi BTEX pada tanah di sekitar SPBU yang diduga terjadi kebocoran pada *underground stororage tank* yang berada di Daerah Istimewa Yogyakarta.

1.5 Manfaat

Manfaat adanya penelitian ini adalah dapat mengetahui nilai *Limit of Detection*, *Limit of Quantification*, dan Linieritas dan memberikan informasi seberapa besar konsentrasi BTEX dalam tanah menjadi salah satu indikator pencemaran tanah oleh bahan bakar minyak yang berasal dari kegiatan SPBU PT. Pertamina yang diteliti. Sehingga hasil dari penelitian dapat digunakan untuk

memberikan rekomendasi bagi pihak SPBU tersebut, untuk menghindari terjadinya pencemaran tanah oleh bahan bakar minyak dan bisa dijadikan acuan untuk mendesain bagaimana memulihkan tanah yang telah tercemar oleh senyawa BTEX.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Senyawa Hidrokarbon

Minyak bumi atau minyak mentah (crude oil) merupakan campuran yang kompleks dari senyawa kimia, yang terdiri dari unsur – unsur karbon (C), hidrogen (H), sulfur (S), oksigen (O), nitrogen (N) dan logam (Cu, Fe, Ni dan lain-lain). Senyawaan yang hanya terdiri dari unsur karbon dan hidrogen dikelompokkan sebagai senyawaan hidrokarbon. Senyawaan hidrokarbon diklasifikasikan atas hidrokarbon parafin, olefin, naften dan aromatik. Sedangkan senyawaan campuran antara unsur karbon, hidrogen dan salah satu unsur atau lebih dari sulfur, oksigen, nitrogen dan logam dikelompokkan sebagai senyawaan non hidrokarbon (Muhtar, 2001 dalam Sulistyono et al., 2012). Dengan adanya proses kimia dan fisika, minyak bumi mentah dapat diubah menjadi berbagai produk, seperti bensin, terdiri dari hidrokarbon C₆ hingga C₁₀ dari alkana rantai normal dan bercabang serta sikloalkana dan alkil benzen (Nugroho, 2006).

2.2 Pencemaran Tanah oleh Senyawa Hidrokarbon

Minyak bumi (petroleum) adalah salah satu contoh produk yang sangat luas penggunaannya terutama di bidang industri. Pencemaran tanah oleh minyak bumi dapat disebabkan oleh terjadinya:

- Tumpahan minyak
- Kecelakaan kendaraan pengangkut
- Kebocoran pipa minyak
- Buangan proses
- Kebocoran tangki bawah tanah dan permukaan tanah (Ali, 2012).

Perembesan bensin dari tangki penyimpanan terjadi secara bertahap, sehingga biasanya tidak diketahui dan tidak terdeteksi (Darmono, 2001). Polutan ini bergerak secara vertikal melalui profil tanah dan secara horisontal melalui aliran air tanah (Franzmann, et al., 2002). Benzena dalam bensin akan mengapung pada permukaan airtanah dangkal, mengalir mengikuti arah aliran airtanah. Sebagian benzena ada

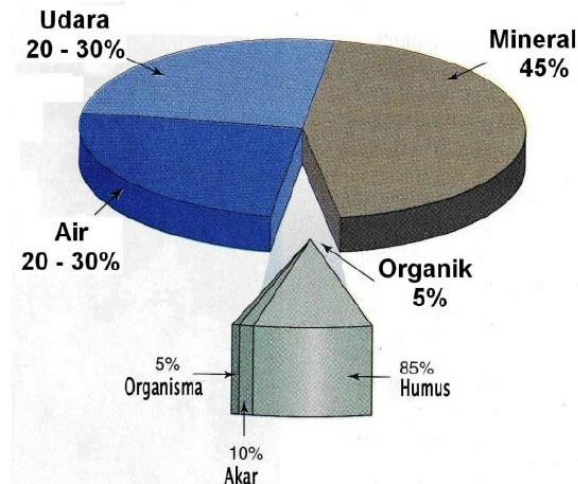
yang menguap dan ada yang mengalami biodegradasi oleh mikroba (Notodarmodjo, 2005).

Pada penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Hanifah (2016), Pencemaran airtanah terjadi di seluruh sumur pada lokasi SPBU A dengan sumber pencemarnya yaitu DEX. Faktor utama yang mempengaruhi pencemaran airtanah tersebut diantaranya riwayat kebocoran tangki penyimpanan BBM pada tahun 1999 serta letak sumur-sumur yang berdekatan dengan sumber pencemarnya (tangki BBM). Selain itu, jenis tanah pada SPBU A merupakan jenis tanah berbutir kasar yang memiliki diameter antara 0.875 mm – 100 mm. Sehingga, jenis tanah tersebut termasuk jenis yang memiliki pori-pori besar untuk dilewati dengan mudah oleh bahan pencemar.

2.3 Tanah

Ahli Geologi mendefinisikan tanah sebagai lapisan permukaan bumi yang berasal dari bebatuan yang telah mengalami serangkaian pelapukan oleh gayagaya alam, sehingga membentuk lapisan partikel halus (Foth,1998). Dokuchaev mendefinisikan tanah sebagai bahan padat (bahan mineral atau bahan organik) yang terletak di permukaan, yang telah dan sedang serta terus menerus mengalami perubahan yang dipengaruhi oleh faktor-faktor pembentuk tanah: bahan induk, iklim, organisme, topografi, dan waktu (Sarief,1985). Seorang ahli edaphologi dari Inggris bernama Dr.H. L. Jones mendefinisikan tanah sebagai media tumbuh tanaman.

Tanah memiliki komposisi penyusun yang beragam, yang terdiri dari 3 fase, yaitu bahan (fase) padatan, cairan dan gas. Secara umum bahan padatan menyusun sekitar 50% bahan tanah, dan 50% lagi berupa cairan dan gas. Bahan padatan terbagi menjadi sekitar 45% bahan mineral dan 5% bahan organik. Bahan cairan (air) dan gas (udara) secara bersama-sama dan bergantian mengisi pori-pori tanah, masing-masing dengan kisaran 20-30%.



Gambar 2.0.1 Bahan Penyusun Tanah Secara Umum

2.3.1 Bahan Padatan Tanah

Bahan padatan pada tubuh tanah dapat dikelompokkan menjadi bahan mineral (anorganik) dan bahan organik.

1. Bahan Mineral (Anorganik) Tanah

Bahan mineral tanah terutama berada dalam bentuk senyawa anorganik dengan struktur kristalin tertentu yang disebut mineral. Berdasarkan tingkat pelapukannya, bahan mineral tanah dapat dibedakan sebagai mineral primer dan mineral sekunder.

Mineral primer merupakan hasil pelapukan batuan beku, sedimen dan metamorf yang terutama melapuk secara fisik (ukuran menjadi lebih halus) sehingga belum banyak mengalami perubahan komposisi kimiawi. Mineral primer umumnya dijumpai dalam fraksi pasir dan debu, meskipun dapat juga dijumpai pada fraksi liat dari tanah-tanah yang belum terlapuk lanjut atau tanah muda. Mineral primer yang paling banyak dijumpai dalam tanah adalah kuarsa (SiO_2) dan feldspar (MAlSi_3O_8) di mana M menunjukkan kombinasi kation Na^+ , K^+ dan Ca^{2+} . Mineral primer lain yang sedikit dijumpai dalam tanah adalah mika, piroksen, amfibol, dan olivin.

Mineral sekunder terbentuk setelah batuan mengalami pelapukan melalui reaksi pada suhu rendah (di atas permukaan bumi), atau berasal langsung dari batuan beku yang memang sudah tersusun dari mineral sekunder. Fraksi liat tanah terutama tersusun dari mineral sekunder. Mineral sekunder yang umum dijumpai

dalam sistem tanah adalah mineral liat silikat berlapis (seperti kaolinit, haloisit, montmorilonit), berbagai oksida-oksida, mineral belerang dan mineral karbonat.

2. Bahan Organik Tanah

Bahan organik tanah merupakan akumulasi sisa tanaman dan hewan yang telah terdekomposisi dan tercampur dalam tanah. Bahan organik yang dimaksud di sini adalah terutama adalah humus, yang berasal dari dekomposisi jaringan makhluk hidup yang sudah mati. Walaupun dapat juga berasal dari hewan, sumber utama dari komponen organik tanah adalah tanaman. Pada tanah-tanah pertanian, sumber bahan organik juga berasal dari penambahan yang dilakukan oleh petani berupa pupuk kandang, sisa-sisa serasah tanaman yang dibudidayakan, dan sisa-sisa dari gulma.

Bahan organik berperan pada pertumbuhan tanaman melalui pengaruhnya terhadap sifat fisik, kimia dan biologi tanah. Fungsi bahan organik ini dapat dikelompokkan sebagai berikut.

- fungsi hara; yaitu sebagai sumber hara, terutama N, P, S, B, Zn dan unsur mikro lainnya bagi pertumbuhan tanaman;
- fungsi biologi; yaitu secara nyata mempengaruhi aktivitas mikroba tanah;
- fungsi fisik; yaitu menunjang pembentukan struktur tanah yang baik, menggemburkan tanah, meningkatkan kemampuan tanah menahan air, dan meningkatkan infiltrasi tanah; dan
- fungsi kimia; yaitu sebagai penyumbang sifat aktif koloid tanah, dan meningkatkan kapasitas penyangga tanah.

2.3.2 Bahan Cairan Tanah (Larutan Tanah)

Bahan cairan yang dimaksud di sini disebut sebagai larutan tanah, yaitu air yang terdapat dalam tanah bersama bahan-bahan yang terlarut di dalamnya. Dalam larutan tanah, terkandung bahan-bahan terlarut berupa kation, anion ataupun molekul, termasuk di dalamnya unsur-unsur hara. Sumber utama air tanah adalah air hujan atau air irigasi yang ditahan oleh partikel tanah secara adhesi dan kohesi. Air juga dapat tertahan di dalam tanah karena adanya lapisan yang tidak dapat ditembus (lapisan kedap) air pada lapisan bawah, atau karena drainase tanah yang buruk. Air pada lapisan bawah dapat menjadi air tanah karena gaya kapiler.

Kandungan air dalam tanah disebut sebagai kadar air tanah. Tingginya kadar air dalam tanah dipengaruhi oleh tekstur, bahan organik, jenis vegetasi penutup tanah, dan tinggi muka air tanah. Selain ditahan oleh partikel tanah, larutan tanah juga mengisi ruang pori mikro tanah, yaitu ruang pori yang berada di dalam unit – unit struktur tanah.

2.3.3 Bahan Gas (Udara Tanah)

Selain air, yang juga mengisi pori tanah adalah bahan gas. Pada umumnya bahan gas menempati ruang pori makro (pori $> 10\ \mu\text{m}$), yaitu ruang yang ada di antara unit-unit struktur tanah. Susunan gas yang terdapat dalam udara tanah ditentukan oleh hubungan antara tanah-air-tanaman. Gas - gas utama penyusun udara tanah sama dengan gas-gas penyusun udara atmosfer, yaitu CO_2 , O_2 dan gas-gas nitrogen. Namun demikian dikarenakan adanya proses respirasi akar dan mikroba tanah, serta dekomposisi bahan organik, kandungan CO_2 udara tanah lebih tinggi dari kandungan CO_2 atmosfer; sebaliknya kandungan O_2 udara tanah lebih rendah dari kandungan O_2 atmosfer. Pada tanah yang tergenang atau dalam kondisi air berlebih, kandungan O_2 bahkan dapat lebih rendah lagi. Pada kondisi anaerob (kekurangan oksigen), udara tanah dapat mengandung gas CH_4 dan H_2S . Adapun kandungan gas-gas nitrogen pada keduanya relatif sama. Selain itu udara tanah memiliki kandungan uap air lebih tinggi daripada di atmosfer (kelembaban nisbi dapat mencapai 100%). Bahan gas dalam tanah selain berasal dari difusi gas atmosfer juga berasal dari aktivitas akar maupun organisme tanah (Anwar, et al., 2014).

2.4 Pencemaran Tanah

Menurut keputusan Menteri Negara Kependudukan dan Lingkungan Hidup No.02/MENKLH/I/1988 yang dimaksud dengan polusi atau pencemaran tanah adalah masuk dan dimasukkannya makhluk hidup, zat, energi dan atau komponen lain ke dalam tanah dan atau berubahnya tatanan (komposisi) oleh kegiatan manusia atau proses alam, sehingga kualitas tanah menurun sampai ke tingkat tertentu yang menyebabkan tanah menjadi kurang atau tidak berfungsi lagi sesuai dengan peruntukannya.

2.5 Benzena, Toluena, Etilbenzena dan Xilena (BTEX)

BTEX adalah singkatan digunakan untuk empat senyawa yang ditemukan dalam produk minyak bumi yakni benzena, toluena, etilbenzena, dan xilena. Benzena, toluena, dan xilena ditemukan secara alami dalam produk minyak bumi seperti minyak mentah, solar dan bensin. Selain digunakan untuk memproduksi bensin, Etilbenzena juga digunakan sebagai bahan aditif untuk bahan bakar pesawat terbang serta digunakan secara luas dalam proses manufaktur. Benzena digunakan dalam produksi bahan sintetis dan produk konsumen, seperti sintetis karet, plastik, nilon, insektisida dan cat. Toluena digunakan sebagai pelarut untuk cat, pelapis, gusi, minyak, dan resin. Ethylbenzena digunakan untuk produksi beberapa produk seperti cat, tinta, plastik, dan pestisida. Xilena digunakan sebagai pelarut dalam pencetakan, karet, dan industri kulit. Oleh karena itu kehadiran senyawa BTEX digunakan sebagai indikator adanya pencemaran (TOSC,2012).

Benzena akan diserap dan didistribusikan ke seluruh tubuh dengan cepat. Pada paparan dengan konsentrasi tinggi (Lebih dari 10.000.000 ppb) dapat menyebabkan kematian. Pada konsentrasi yang lebih rendah (700.00 – 3.000.00 ppb) dapat menyebabkan kantuk, pusing, detak jantung menjadi cepat, sakit kepala, hingga pingsan. Pada paparan jangka panjang oleh Benzena dapat menyebabkan kanker darah (Leukemia) (ATSDR 2007a).

Toluena mudah diserap oleh saluran pencernaan kemudian di distribusikan hanya ke beberapa organ seperti ginjal dan otak. Efek utama dari paparan toluena adalah dengan menyerang kemampuan otak dan sistem syaraf. Dan efek langsung yang dapat teramati adalah kelelahan dan mengantuk (ASTDR 2000).

Etilbenzena mudah diserap oleh saluran pencernaan manusia. Penelitian yang dilakukan pada hewan menunjukkan pembesaran hati dan ginjal pada dosis 400 mg/berat badan per hari. Selain itu inhalasi ethylbenzena juga menyebabkan kerusakan pada organ hati. Pada umumnya toksisitas ethylbenzena pada manusia masih rendah namun telah dilaporkan adanya iritasi mata dan saluran pernafasan saat terjadi paparan ethylbenzena dengan konsentrasi tinggi di udara (IPCS, 1996).

Xilena dapat masuk kedalam tubuh manusia lewat inhalasi. Jangka panjang dan jangka pendek dari paparan xilena dengan konsentrasi tinggi dapat

menyebabkan beberapa malfungsi dari sistem syaraf seperti sakit kepala, tidak sinkronya koordinasi otot, pusing, linglung dan kehilangan keseimbangan tubuh serta iritasi mata dan kulit (ATSDR 2007c, IPCS, 1997).

2.6 Headspace dan Gas Chromatography – Mass Spectrometry (GC-MS)

Istilah *headspace* (HS) mengacu pada fasa gas (Dalam kondisi setimbang dan tanpa matriks) di atas sampel padat dan cair saat ditempatkan dalam tempat yang tertutup (biasanya botol yang ditutup rapat dengan septum). *Headspace* bisa dikelompokkan menjadi dua jenis yaitu *headspace* statis (S-HS) dan *headspace* dinamis (D-HS). Dalam sampling dengan S-HS, sistem dipanaskan untuk jangka waktu tertentu pada suhu yang ditentukan, unsur volatil didistribusikan antara fase sampel dan fasa gas sampai tercapai kesetimbangan. Sedikit fraksi HS dikeluarkan untuk dianalisis langsung dengan GC – MS karena sudah terbebas dari unsur non volatil. Namun S-HS juga dapat dilakukan dalam kondisi tidak setimbang selama parameter yang dianalisis dapat terbentuk dan dianalisis secara hati hati (Soria et al, 2015).

GC - MS merupakan metode pemisahan senyawa organik yang menggunakan dua metode analisis senyawa yaitu kromatografi gas (GC) untuk menganalisis jumlah senyawa secara kuantitatif dan spektrometri massa (MS) untuk menganalisis struktur molekul senyawa analit.

Gas kromatografi merupakan salah satu teknik kromatografi yang menggunakan prinsip pemisahan campuran berdasarkan perbedaan kecepatan migrasi komponen-komponen penyusunnya. Gas kromatografi biasa digunakan untuk mengidentifikasi suatu senyawa yang terdapat pada campuran gas dan juga menentukan konsentrasi suatu senyawa dalam fase gas.

Spektroskopi massa adalah suatu metode untuk mendapatkan berat molekul dengan cara mencari perbandingan massa terhadap muatan dari ion yang muatannya diketahui dengan mengukur jari-jari orbit melingkarnya dalam medan magnetik seragam.

Penggunaan kromatografi gas dapat dipadukan dengan spektroskopi massa. Paduan keduanya dapat menghasilkan data yang lebih akurat dalam pengidentifikasian senyawa yang dilengkapi dengan struktur molekulnya.

Kromatografi gas ini juga mirip dengan distilasi fraksional, karena kedua proses memisahkan komponen dari campuran terutama berdasarkan pada perbedaan titik didih (atau tekanan uap). Namun, distilasi fraksional biasanya digunakan untuk memisahkan komponen-komponen dari campuran pada skala besar, sedangkan kromatografi gas dapat digunakan pada skala yang lebih kecil, yaitu mikro (Pavia, 2006).

2.7 Linieritas, *Limit of Detection* dan *Limit of Quantification*

Validasi metode sangat diperlukan karena beberapa alasan yaitu validasi metode merupakan elemen penting dari kontrol kualitas, validasi membantu memberikan jaminan bahwa pengukuran akan dapat diandalkan. Dalam beberapa bidang, validasi metode adalah persyaratan peraturan. Menurut ISO 17025 validasi adalah konfirmasi dengan pemeriksaan dan penyediaan bukti obyektif bahwa persyaratan tertentu untuk suatu maksud khusus yang terpenuhi. Menurut Quality Assurance Standards for Forensic DNA Testing Laboratories, validasi adalah proses dimana prosedur dievaluasi untuk menentukan kemanjuran dan keandalan untuk analisis.

Metode uji divalidasi jika, metode baru yang akan digunakan dalam pekerjaan rutin, setiap kali kondisi berubah maka metode harus divalidasi, misalnya, instrumen yang berbeda dengan karakteristik yang berbeda, setiap kali metode berubah dan perubahannya di luar lingkup asli dari metode.

Metode kuantitatif untuk pengujian validasi mengandung beberapa parameter yang ditentukan yaitu:

A. Linieritas

Linearitas adalah kemampuan metode analisis memberikan respon proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Rentang metode adalah pernyataan batas terendah dan tertinggi analit yang sudah ditunjukkan dapat ditetapkan dengan kecermatan, keseksamaan, dan linearitas yang dapat diterima (Riyanto, 2014)

Uji linieritas dilakukan dengan suatu seri larutan standar yang terdiri dari minimal empat konsentrasi yang berbeda dengan rentang 50-150 % dari kadar analit dalam sampel. Parameter hubungan kelinieran yang digunakan yaitu koefisien korelasi (r) dan koefisien determinasi (R) pada analisis regresi linier $y = bx + a$ (b

adalah slope, a adalah intersep, x adalah konsentrasi analit dan y adalah respon instrumen). Koefisien determinasi adalah rasio dari variasi yang dijelaskan terhadap variasi keseluruhan. Nilai rasio ini selalu tidak negatif sehingga ditandai dengan R^2 . Koefisien korelasi adalah suatu ukuran hubungan linier antara dua set data dan ditandai dengan r . Hubungan linier yang ideal dicapai jika nilai $a = 0$ dan $r = +1$ atau -1 merupakan hubungan yang sempurna, tanda $+$ dan $-$ bergantung pada arah garis. Tanda positif ($+$) menunjukkan korelasi positif yang ditandai dengan arah garis yang miring ke kanan, sedangkan tanda negatif ($-$) menunjukkan korelasi negatif yang ditandai dengan arah garis yang miring ke kiri (Spiegel, 1988 dalam Riyanto, 2014)

B. *Limit of Detection (LOD)* dan *Limit of Quantification (LOQ)*

LOD adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi yang masih memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blanko. LOQ merupakan parameter pada analisis renik dan diartikan sebagai kuantitas terkecil analit dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama.

LOD dan LOQ dapat dihitung secara statistik melalui garis regresi linier dari kurva kalibrasi. Nilai pengukuran akan sama dengan nilai b pada persamaan garis linier $y = a + bx$, sedangkan simpangan baku blanko sama dengan simpangan baku residual (Sy/x).

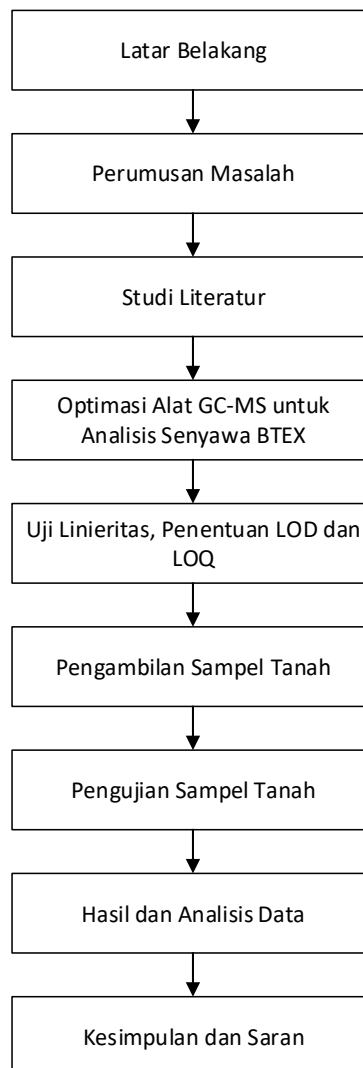
BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Tahap Penelitian

Tahapan dalam penelitian ini dimulai dari pengumpulan data primer dan data sekunder. Data primer berasal dari data pengujian sampel tanah, sedangkan data sekunder didapat dari hasil survei, jurnal, literatur, dan buku yang berhubungan dengan penelitian.

Secara umum tahapan penelitian dapat dilihat sebagai berikut :



Gambar 3.0.1 Diagram Alir Tahapan Penelitian

3.2 Latar Belakang

Kurangnya kualitas transportasi menyebabkan masyarakat lebih memilih menggunakan transportasi pribadi seperti sepeda motor dan mobil pribadi dalam melakukan aktifitas sehari – hari. Hal tersebut menyebabkan tingginya kebutuhan bahan bakar minyak (BBM) yang sejalan dengan bertambahnya jumlah underground storage tank di SPBU. UST tersebut memiliki resiko kebocoran yang dapat mencemari tanah disekitar UST.

3.3 Perumusan Masalah

Di Kota Yogyakarta tercatat terjadi beberapa kejadian kebocoran *Underground Storage Tank* (UST) di SPBU. pencemaran tanah di Kota Yogyakarta terutama senyawa *benzene*, *toluene*, *ethylbenzene* dan *xylene* (BTEX) belum banyak diteliti dan kurang mendapat perhatian dari pemerintah. Oleh sebab itu sangat penting untuk mengembangkan metode analisis senyawa BTEX dalam tanah dengan HS GC – MS.

3.4 Studi Literatur

Studi literatur dilakukan untuk mendapatkan informasi tentang pencemaran tanah oleh senyawa BTEX dari sumber buku, jurnal ilmiah dan publikasi ilmiah lain. Hasil dari studi literatur ini digunakan untuk menentukan dasar teori dan data sekunder.

3.5 Penentuan Kondisi Optimum HS GC-MS untuk Analisis Senyawa BTEX

Penentuan Kondisi Optimum HS GC-MS untuk Analisis Senyawa BTEX dilakukan dengan studi literatur untuk mendapatkan tiga kondisi pengukuran senyawa BTEX dengan HS GC-MS. Kemudian dipilih satu kondisi pengukuran dengan nilai konsentrasi BTEX paling sesuai dengan konsentrasi larutan BTEX standar. Berikut adalah prosedur penentuan Kondisi Optimum GC-MS untuk Analisis Senyawa BTEX:

1. Membuat Larutan Standar Kerja BTEX dengan konsentrasi 2 mg/L
2. Mengukur konsentrasi senyawa BTEX oleh GC-MS dengan tiga kondisi pengukuran

3. Menganalisis Grafik *Peak* dan konsentrasi senyawa BTEX hasil pengukuran dengan GC-MS
4. Menentukan kondisi pengukuran senyawa BTEX yang menghasilkan *peak* optimum pada larutan BTEX standar.

3.6 Penentuan Linieritas, *Limit of Detection* (LOD) dan *Limit of Quantification* (LOQ)

Dalam penentuan parameter validasi linieritas, LOD dan LOQ dilakukan dengan pembuatan kurva kalibrasi larutan standar BTEX dengan prosedur sebagai berikut:

1. Membuat deret larutan standar kerja BTEX dalam campuran 1 gram tanah dan 2 mL air dengan konsentrasi campuran 50ppb, 100ppb, 200ppb, 400ppb, 1000ppb dan 2000ppb.
2. Mengukur konsentrasi tiap larutan standar kerja BTEX
3. Membuat kurva kalibrasi dan persamaan regresi dari deret larutan standar kerja BTEX

3.7 Pengambilan Sampel Tanah

Pengambilan sampel tanah dilakukan di lokasi yang dijelaskan pada bagian 3.10. Penanganan sampel harus dilakukan sebaik mungkin karena senyawa BTEX termasuk senyawa volatil yang mudah menguap. Oleh karena itu harus digunakan wadah tertutup dan disimpan pada suhu yang rendah. Berikut adalah prosedur untuk pengambilan sampel tanah menggunakan alat sampling tanah sederhana (bor tangan):

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

3.8 Pengujian Sampel Tanah

Parameter yang diuji dalam pengujian sampel tanah dibagi menjadi dua bagian yaitu pengujian parameter utama dan parameter pendukung. Parameter utama yang diuji dari sampel tanah adalah kandungan senyawa BTEX dengan

parameter pendukung adalah kadar air dalam tanah dan *Total Organic Carbon* (TOC) dalam tanah.

3.8.1 Pembuatan Tanah Steril

Tanah Steril dibuat untuk membuat deret standar berbentuk slurry. Tanah banko diambil pada lokasi yang sama dengan lokasi pengambilan sampel. Berdasarkan penelitian yang dilakukan Ezquerro, *et al.* (2004) tanah yang akan digunakan untuk pembuatan deret standar diayak hingga menyisakan tanah dengan ukuran < 2 mm. Setelah itu tanah dipanaskan dalam oven bersuhu 120°C selama 3×24 jam. Diharapkan tanah tersebut steril dari senyawa BTEX.

3.8.2 Analisis Senyawa BTEX dalam Tanah dengan Headspace Gas Chromatography – Mass Spectrometry.

Berikut prosedur analisis senyawa BTEX dalam tanah menggunakan Headspace yang tersambung dengan GC – MS berdasarkan penelitian yang dilakukan Romero M, *et al.* (2016) :

1. Melakukan setting pada HS dan GC – MS.
2. Timbang 1 gram sampel tanah lalu masukan kedalam botol vial 20 mL dan tambahkan 2 mL *Aquadest*
3. Tutup botol vial tersebut dengan tutup botol vial bersepta hingga rapat.
4. Masukan botol vial kedalam HS *Sampler*.
5. Hitung Konsentrasi BTEX yang terdapat dalam sampel tanah.

3.8.3 Analisis Kandungan Air dalam Tanah

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

1. Timbang dan catat berat cawan kering yang kosong tempat benda uji.
2. Masukan sampel tanah pada cawan. Lalu tentukan berat cawan yang berisi tanah menggunakan timbangan analitik.
3. Masukan cawan yang berisi tanah ke dalam oven pengering pada oven dengan suhu $110^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$.

4. Dinginkan cawan yang berisi tanah yang telah dipanaskan dalam desikator lalu timbang cawan tersebut. Lakukan langkah 3 dan 4 hingga mendapatkan berat konstan.
5. Hitung kadar air dalam tanah.

3.8.4 Analisis Kandungan *Total Organic Carbon* (TOC) dalam Sampel Tanah

Analisis kandungan TOC dalam tanah menggunakan metode spektrofotometri dimana karbon sebagai senyawa organik akan mereduksi Cr^{6+} yang berwarna jingga menjadi Cr^{3+} yang berwarna hijau dalam suasana asam. Intensitas warna hijau yang terbentuk senilai dengan kadar karbon dan diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 561 nm. Berikut adalah prosedur penentuan persentasi TOC dalam sampel tanah:

1. Timbang sampel tanah berukuran <0,5 mm sebanyak 0,05 gram
2. Masukkan kedalam labu ukur 10 mL
3. Tambahkan 0,5 mL $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 1 N lalu kocok
4. Tambahkan 0,75 mL H_2SO_4 lalu kocok dan diamkan selama 30 menit
5. Tambahkan air sampai tanda batas labu ukur.
6. Mengukur absorbansi larutan dengan spektrofotometer dengan panjang gelombang 561 nm.
7. Niali absorbansi sampel tanah dibandingkan dengan deret larutan standar glukosa dengan konsentrasi 0 – 250 ppm.
8. Hitung persentase TOC dalam tanah

3.9 Hasil dan Analisis Data

3.9.1 Penentuan Linieritas

Parameter hubungan kelinieran yang digunakan yaitu koefisien korelasi (r) dan koefisien determinasi (R) pada analisis regresi linier $y = bx + a$. Berikut adalah rumus koefisien korelasi (r) dan koefisien determinasi (R):

$$r = \frac{n(\sum XY) - (\sum X)(\sum Y)}{\sqrt{[n(\sum X^2) - (\sum X)^2][n(\sum Y^2) - (\sum Y)^2]}}$$

$$R = \frac{((n)(\sum XY) - (\sum X)(\sum Y))^2}{(n(\sum X)^2) - (\sum X)^2 (n(\sum Y)^2) - (\sum Y)^2}$$

3.9.2 Perhitungan LOD dan LOQ

Perhitungan LOD dan LOQ dapat ditentukan dari persamaan regresi linear $y = bx + a$. Berikut rumus perhitungan LOD dan LOQ :

$$\text{LOD} = \frac{3 Sa}{b}$$

$$\text{LOQ} = \frac{10 Sa}{b}$$

(Riyanto, 2014)

Dimana : Sa adalah Standar Deviasi

b adalah slope

3.9.3 Analisis Senyawa BTEX dalam Tanah dengan Headspace Gas Chromatography – Mass Spectrometry.

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

3.9.4 Perhitungan Kandungan Air dalam Sampel Tanah

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

$$W = \frac{W1 - W2}{W2 - W3} \times 100\%$$

Dengan W : Kadar Air (%)

W1 : Berat cawan dan tanah basah (gram)

W2 : Berat cawan dan tanah kering (gram)

W3 : Berat cawan kosong (gram).

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

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

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

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

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

3.9.6 Perhitungan Koefisien Distribusi (*Kd*)

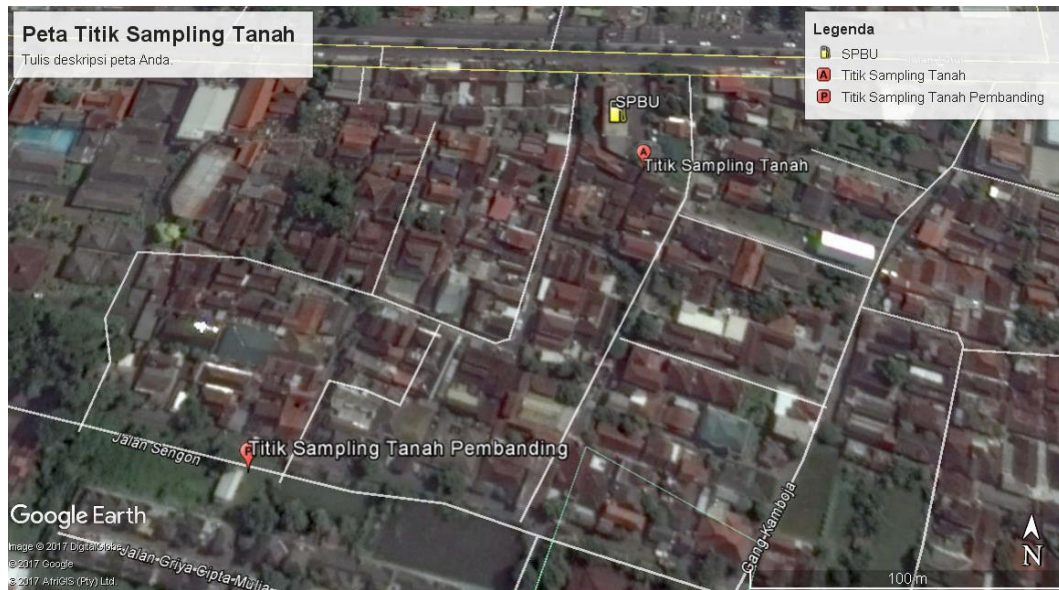
Koefisien distribusi adalah nilai matematis digunakan untuk memprediksi mobilitas dan transport dari kontaminan didalam tanah. Semakin besar nilai *Kd* maka kontaminan tersebut semakin terikat dengan tanah. Berikut adalah cara perhitungan koefisien distribusi :

$$Kd = Koc \times foc$$

Dimana *Koc* adalah Koefisien adsorpsi dan *foc* adalah persentase TOC dibagi 100 (Odermatt, 1993).

3.10 Lokasi Penelitian

Lokasi Penelitian ditentukan berdasarkan titik paling dekat dengan SPBU yang memiliki sejarah kebocoran *Underground Storage Tank* (UST) dan titik yang potensi pencemaran yang besar berdasarkan penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Muryani, (2012) tentang Zonasi Potensi Pencemaran Bahan Bakar Minyak terhadap Airtanah Bebas (Studi Kasus SPBU X Yogyakarta). Kedalaman UST pada SPBU tersebut diperkirakan sekitar 3 meter. Jumlah titik sampling adalah satu titik sampling utama dengan variasi kedalaman 0,5 m, 1 m, 1,5 m dan 2 m. Berikut adalah peta citra dari titik sampel.



Gambar 3.0.2 Peta Citra Titik Sampling Tanah
Sumber : Google Earth

Titik sampling tanah pembanding berjarak 185 meter dari titik sampling tanah. Titik sampling tanah pembanding memiliki jenis tanah yang sama dengan titik sampling yaitu tanah berpasir.

BAB IV

HASIL PENELITIAN DAN ANALISIS DATA

Pada penelitian ini digunakan instrumen *Headspace Gas Chromatography – Mass Spectrometry* (HS GC – MS) dengan rincian alat sebagai berikut. HS Agilent 7697 A, GC Agilent 7820 dan MS Agilent 5977B MSD dengan kolom HP – 5 MS yang dapat menganalisis senyawa BTEX. Larutan standar yang digunakan adalah larutan standar campuran senyawa BTEX dari Supelco HC BTEX 1 X 1 mL, 2000 µg/mL dalam metanol.

Sebelum melakukan analisis senyawa BTEX dalam tanah dengan HS GC – MS, dilakukan penentuan nilai linieritas, *Limit of Detection* dan *Limit of Quantification* dari metode analisis yang digunakan. Penentuan nilai tersebut dilakukan dengan cara membuat kurva kalibrasi BTEX dengan rentang konsentrasi antara 50 ppb sampai dengan 2000 ppb. Konsentrasi tersebut adalah konsentrasi larutan standar BTEX dalam satu gram tanah steril yang membentuk *slurry* sesuai prosedur yang dijelaskan pada BAB III.

4.1 Metode Analisis *Headspace Gas Chromatography – Mass Spectrometry*.

Dalam menentukan metode analisis HS GC – MS dilakukan beberapa kali pengukuran standar campuran BTEX lalu ditentukan kondisi pengukuran yang paling optimum yang memberikan respon terbesar dan *peak* terbaik dalam mengukur senyawa BTEX. Pada penentuan kondisi terbaik dilakukan terhadap beberapa kondisi pengukuran HS GC – MS dari beberapa penelitian sebelumnya yang sejenis. Pada analisis HS GC – MS terdapat beberapa parameter penting yang harus diperhatikan diantaranya mode analisis, waktu retensi dan rasio m/z .

4.1.1 Mode Analisis

Mode analisis dalam analisis dengan GC – MS dibagi menjadi dua mode yaitu *scan mode* dan *Selected Ion Monitoring (SIM) mode*. Mode pertama adalah *scan mode* dimana mode ini akan mendeteksi senyawa pada rentang masa yang dikenal sebagai rasio massa terhadap muatan ion (m/z) tertentu dalam periode waktu tertentu. *scan mode* ini digunakan untuk mendapatkan informasi kualitatif

tentang analit dan scan mode digunakan pada tahap penentuan metode analisis optimum (Wilson et al, 2008).

Setelah didapatkan kondisi optimum analisis, kemudia metode tersebut digunakan dalam pembuatan kurva kalibrasi dan pemeriksaan sampel tanah namun pada *Selected Ion Monitoring* (SIM) *Mode*. Metode ini memprogram MS untuk mendeteksi hanya fragmen ion tertentu pada waktu retensi tertentu untuk senyawa target dan mengabaikan senyawa lain. Hal ini meningkatkan rasio *signal* terhadap *noise* (S/N) untuk memungkinkan mendapatkan batas deteksi yang lebih rendah (Pleil et al, 1991).

4.1.2 Waktu Retensi

Waktu retensi adalah kunci dalam pemisahan, identifikasi dan pengukuran kuantitatif dalam kromatografi.. Identifikasi *peak* bisa dilakukan dengan membandingkan waktu retensi dari *peak* yang tidak diketahui dengan *peak* standar (Etxebarria, 2009).

Dalam penelitian ini waktu retensi dicari dengan memeriksa larutan standar BTEX dengan mode *scan* dengan kolom HP – 5 MS hingga didapatkan peak dari masing – masing senyawa dan dicatat waktu terbentuknya peak tersebut. Waktu retensi dari tiap senyawa BTEX tercantum dalam Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Waktu Retensi Senyawa BTEX

Senyawa	Waktu Retensi (menit)
Benzene	2,624
Toluene	4,444
Ethylbenzene	6,608
p-xylene	6,796
o-xylene	7,339

Sumber : Analisis HS GC – MS

Waktu retensi dipengaruhi oleh beberapa faktor diantaranya adalah volatilitas, polaritas dan jenis kolom. Dari tabel 4.1 diketahui waktu retensi paling singkat adalah senyawa benzena hal tersebut sesuai dengan nilai volatilitas dari senyawa benzena yang lebih tinggi dibandingkan dengan senyawa lain. Nilai volatilitas bisa dilihat dari nilai tekanan uap dari masing – masing senyawa BTEX dimana nilai volatilitas suatu senyawa berbanding lurus dengan nilai tekanan uap

senyawa suatu senyawa tersebut. Senyawa benzena memiliki tekanan uap 0,12 atm sedangkan nilai tekanan uap toluena, etilbenzena, dan total xilena berturut – turut 0,037 atm, 0,009 atm, dan 0,0036 atm (Filho, 2013). Selain tekanan uap volatilitas suatu senyawa dapat dilihat dari nilai titik didih suatu senyawa tersebut. Semakin rendah titik didih suatu senyawa maka semakin volatil senyawa tersebut. Benzena memiliki titik didih yang rendah yaitu 80 °C dibandingkan dengan senyawa toluena, etilbenzena, dan xilena yang memiliki nilai titik didih berturut – turut sebesar 111°C, 136 °C, dan 138 °C .

Pada penelitian ini menggunakan kolom HP – 5 MS yang memiliki sifat nonpolar dimana senyawa yang memiliki sifat non polar akan memiliki waktu retensi dari pada senyawa lain yang memiliki sifat polar. Pada penelitian ini senyawa benzena memiliki waktu retensi yang singkat sesuai dengan nilai polaritas relatif senyawa benzena yaitu 0,111. Nilai polaritas relatif senyawa benzena lebih besar bila dibandingkan dengan nilai polaritas relatif senyawa toluena dan xilena yaitu 0,099 dan 0,074 (Reichardt,2003).

4.2 Penentuan Nilai Linieritas, *Limit of detection* dan *Limit of Quantification* dari Metode Analisis.

Penentuan nilai linieritas, *limit of detection* dan *limit of quantification* metode analisis dilakukan dengan pembuatan deret standar BTEX dalam campuran tanah dan larutan standar dengan prosedur yang dijelaskan pada BAB III.

4.2.1 Linieritas

Linieritas metode analisis dapat menggambarkan ketelitian pengerjaan analisis yang dapat ditunjukkan dengan beberapa parameter. Parameter yang dapat digunakan dalam penentuan linieritas diantaranya adalah koefisien korelasi dan koefisien determinasi. Pada penelitian ini linieritas ditentukan berdasarkan nilai koefisien determinasi. Koefisien determinasi adalah ukuran statistika yang menjelaskan seberapa dekat data dengan garis regresi yang sesuai. Nilai koefisien determinasi berada pada interval 0 sampai dengan 1. Secara umum semakin tinggi nilai koefisien determinasi suatu metode analisis maka metode tersebut semakin baik (Draper et al, 1998).

Pada penentuan linieritas dari metode uji ini digunakan larutan standar campuran BTEX yang dibuat dengan metode menambahkan larutan standar BTEX kedalam tanah steril. Tanah steril dibuat sesuai dengan prosedur yang dijelaskan pada BAB III bagian 3.8.1. Tanah steril yang dibuat memiliki konsentrasi carbon organik total (TOC) yang cukup rendah yaitu 0,31%. Dari hasil analisis yang dilakukan, tidak semua senyawa BTEX terdeteksi pada semua konsentrasi larutan standar. Senyawa benzena hanya terdeteksi pada empat konsentrasi standar yaitu konsentrasi 200 ppb, 400 ppb, 1000 ppb dan 2000 ppb. Sedangkan senyawa toluene terdeteksi pada lima konsentrasi yaitu konsentrasi 100 ppb, 200 ppb, 400 ppb, 1000 ppb dan 2000 ppb. Hal tersebut dimungkinkan terjadi karena senyawa benzena dan toluene memiliki nilai tekanan uap yang tinggi sehingga mudah menguap dan pada konsentrasi rendah senyawa benzena dan toluene dapat menguap saat proses preparasi.

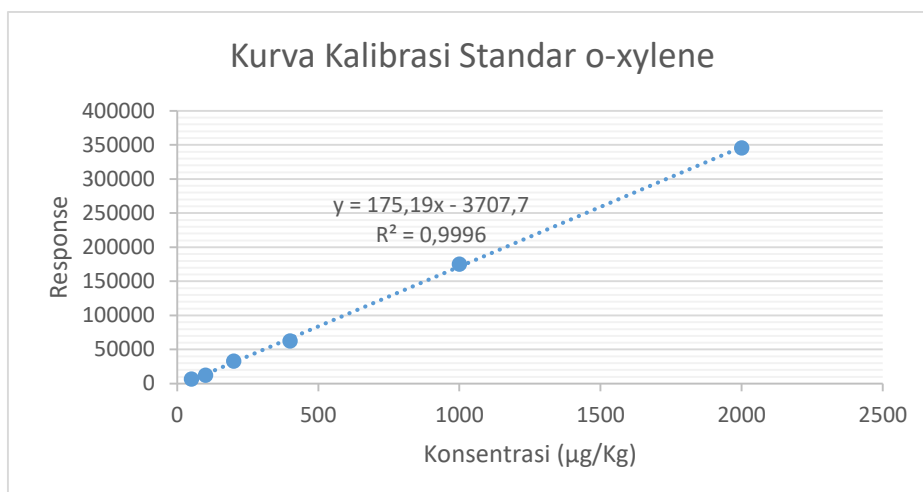
Berdasarkan hasil pengukuran terhadap respon dari deret larutan standar campuran Benzena, Toluena, Etilbenzena dan Xilena dengan rentang konsentrasi 50 ppb sampai 2000 ppb diperoleh persamaan garis lurus dengan nilai koefisien determinasi (R) lebih besar dari 0,9994 seperti pada tabel 4.2

Tabel 4.2 Nilai Koefisien Determinasi (R) dan Persamaan Regresi Linier pada Senyawa BTEX

Senyawa	R	Persamaan Regresi Linier
Benzene	0,9994	$y = 174,2x - 10105$
Toluene	0,9996	$y = 148,31x - 918,04$
Ethylbenzene	0,9995	$y = 232,96x - 7219,6$
o-xylene	0,9996	$y = 175,19x - 3707,7$
p-xylene	0,9994	$y = 351,17x - 11599$

Sumber : Hasil Analisis Data

Dari tabel 4.2 tersebut dapat disimpulkan metode analisis yang diuji mempunyai linieritas yang tinggi karena telah memenuhi persyaratan nilai kolerasi sebesar $\geq 0,997$ (Chan, 2004 dalam Riyanto, 2014). Gambar 4.1 adalah salah satu kurva kalibrasi standar senyawa BTEX.



Gambar 4.0.1 Kurva Linieritas Standar o-xylene

Sumber : Hasil Analisis Data

Dari gambar 4.1 dapat terlihat titik respon dari tiap pengukuran konsentrasi standar o-xylene berada hampir pada satu garis lurus yang linier. Dari kurva tersebut juga dapat disimpulkan semakin besar konsentrasi o-xylene maka semakin besar juga response yang terdeteksi oleh detektor dalam GC – MS.

4.2.2 Limit Of Detection (LOD) dan Limit Of Quantification (LOQ)

Nilai LOD dan LOQ ditentukan dengan metode statistik melalui garis regresi linier. Garis regresi linier tersebut dibentuk dari pengukuran deret standar BTEX dalam tanah dengan konsentrasi 50 ppb sampai dengan 2000 ppb. Kemudian garis regresi linier tersebut dihitung berdasarkan rumus yang terdapat pada prosedur penentuan LOD dan LOQ pada BAB III. Berikut adalah LOD dan LOQ dari senyawa BTEX.

Tabel 4.3 LOD dan LOQ Standar BTEX

Senyawa	LOD (ppb)	LOQ (ppb)
Benzene	13,92	46,39
Toluene	6,80	27,17
Ethylbenzene	9,75	32,51
o-xylene	10,81	43,23
p-xylene	6,47	21,57

Sumber : Hasil Analisis Data

Dari tabel 4.3 tersebut diperoleh nilai LOD dan LOQ untuk senyawa BTEX dengan rentang konsentrasi 6,47 ppb – 13,92 ppb untuk LOD dan 21,57 ppb – 46,39

ppb untuk LOQ. Bila nilai LOD metode yang diuji dibandingkan dengan penelitian serupa, LOD yang didapatkan pada metode yang diuji lebih tinggi penelitian yang dilakukan oleh Shin (2012), LOD pengujian BTEX dalam tanah menggunakan HS GC – MS berada pada range 0,08 – 0,09 ppb. Hal tersebut bisa terjadi karena pada penelitian tersebut menggunakan internal standard pada saat membuat kurva kalibrasi dan menggunakan konsentrasi standar BTEX dalam tanah yang lebih lebar yaitu 0,5 ppb – 1000 ppb.

4.3 Analisis Benzene, Toluene, Ethylbenzene dan Xylene dalam Sampel Tanah dengan Gas Chromatography – Mass Spectrometry

Analisis senyawa BTEX dilakukan terhadap sampel tanah yang diambil di lokasi sekitar SPBU yang memiliki riwayat kebocoran *underground storage tank* yang memiliki kedalaman sekitar 3 meter (Muryani, 2012) yang dijelaskan pada BAB III. Setelah didapatkan respon dari tiap senyawa BTEX, kemudian dihitung konsentrasi senyawa BTEX dalam sampel tanah menggunakan persamaan regresi linier standar tiap senyawa BTEX sehingga didapatkan hasil seperti pada tabel 4.4 berikut.

Tabel 4.4 Hasil Analisis Sampel Tanah dan Tanah Pembanding

Kedalaman Tanah	Konsentrasi (ppb)				
	Benzene	Toluene	Ethylbenzene	o-xylene	p-xylene
0,5	ND	11,19	31,28	21,54	33,37
1	ND	11,51	31,29	21,46	33,41
1,5	ND	9,41	31,12	21,47	33,32
2	ND	9,35	31,09	21,34	33,28
0,5 P	ND	9,93	31,15	21,38	33,33
1P	ND	10,66	31,18	21,43	33,33

Sumber : Hasil Pengolahan Data

Dari tabel 4.4 diketahui senyawa benzena tidak terdeteksi oleh metode analisis yang digunakan baik didalam sampel tanah maupun sampel tanah pembanding. Hal tersebut dikarenakan jenis tanah sampel dan sampel tanah pembanding adalah tanah berpasir dimana kemampuan adsorpsi benzen dalam tanah berpasir sangat rendah yaitu 3 µg/g, bila dibandingkan dengan senyawa lain seperti Etilbenzena dan kelompok senyawa xylene yaitu 16 µg/g dan 10 µg/g (Meney, 1998). Hal tersebut sesuai dengan senyawa benzena yang memiliki

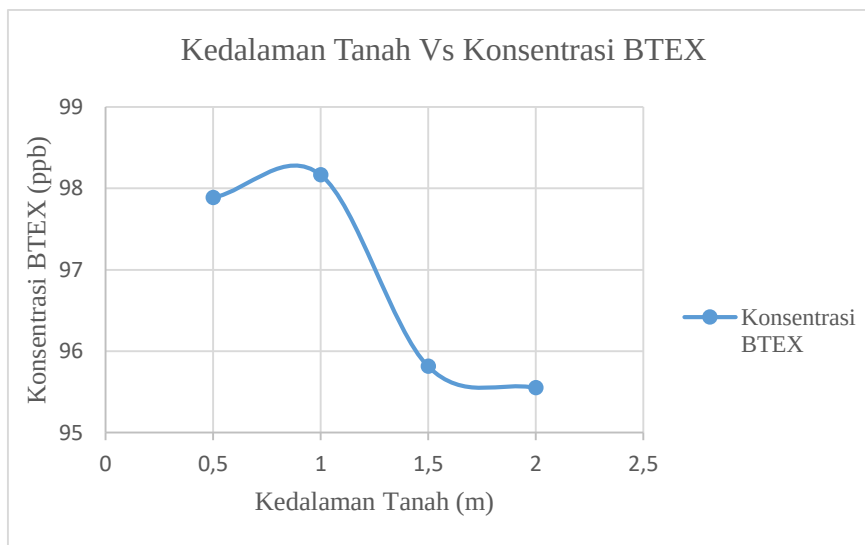
koefisien adsorpsi sebesar 60 L/Kg, lebih kecil dibandingkan dengan toluene, ethylbenzen dan total xylene yaitu 182 L/Kg, 363 L/Kg dan 400 L/Kg (Dragun J, 1988).

Dari hasil perhitungan konsentrasi pada tabel 4.4 diketahui urutan konsentrasi paling besar adalah konsentrasi senyawa total xilena, etilbenzena, dan toluena. Hal tersebut sesuai dengan nilai koefisien adsorpsi masing masing senyawa BTEX dimana senyawa yang memiliki koefisien adsorpsi tinggi akan terakumulasi lebih tinggi konsentrasinya, karena senyawa tersebut terikat kuat dalam partikel tanah.

Pada penelitian ini dilakukan juga pengukuran konsentrasi BTEX dalam tanah pembanding yang berjarak 185 m dari titik sampel yang dekat dengan UST. Namun setelah dihitung konsentrasi senyawa BTEX dalam tanah pembanding memiliki konsentrasi toluena, etilbenzena, o-xilena dan p-xilena yang mendekati konsentrasi pada tanah sampel. Hal tersebut bisa terjadi karena lokasi pengambilan tanah pembanding berada tepat di bahu jalan umum yang sering dilewati kendaraan bermotor karena senyawa BTEX berupa gas sebagian besar dihasilkan dari asap yang dihasilkan dari pembakaran BBM dari kendaraan bermotor (Valentin et al, 2013).

Koefisien adsorpsi senyawa BTEX juga berpengaruh terhadap mobilitas suatu senyawa. Semakin tinggi nilai koefisien adsorpsi maka semakin kecil mobilitas senyawa tersebut, karena senyawa tersebut akan lebih kuat mengikat pada tanah dari pada bermobilisasi. Senyawa dengan koefisien adsorpsi 50 L/Kg – 150 L/Kg termasuk senyawa dengan mobilitas tinggi sedangkan senyawa dengan koefisien adsorpsi 150 L/Kg – 500 L/Kg termasuk senyawa dengan mobilitas menengah (Dragun J, 1988). Oleh karena itu benzena termasuk senyawa dengan tingkat mobilitas yang tinggi sehingga dapat bergerak lebih cepat ke permukaan tanah sehingga tidak terdeteksi disemua kedalaman pada sampel tanah.

Bila dihubungkan dengan kedalaman tanah, berikut adalah grafik hubungan antara kedalaman tanah dan konsentrasi BTEX yang tertuang dalam gambar 4.2.



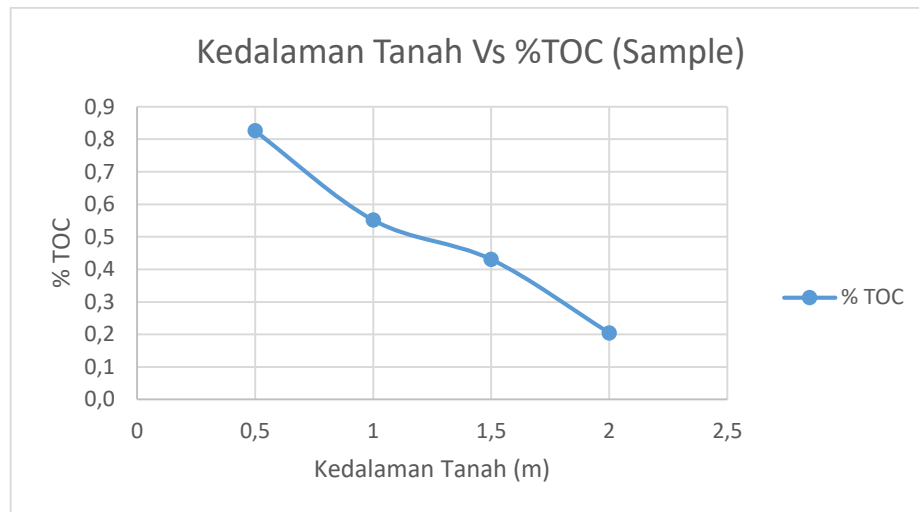
Gambar 4.2 Grafik Kedalaman Tanah Vs Konsentrasi BTEX

Sumber : Hasil Pengolahan Data

Dilihat dari gambar 4.2 secara umum semakin dalam sampel tanah konsentrasi senyawa BTEX cenderung semakin menurun. Namun konsentrasi senyawa BTEX pada kedalaman 1 meter adalah konsentrasi terbesar. Hal tersebut karena pada kedalaman kurang dari satu meter tanah memiliki kandungan organik yang lebih tinggi yang menyebabkan BTEX lebih mudah terbiodegradasi. Biodegradasi adalah mekanisme yang paling berpengaruh dalam penurunan konsentrasi BTEX terutama benzen yang memiliki tingkat biodegradasi 1% per hari (Robinson et al, 1993). Senyawa BTEX pada kedalaman sampling tanah 0,5 meter memiliki konsentrasi lebih rendah dibandingkan pada kedalaman 1 meter, hal tersebut karena biodegradasi senyawa BTEX akan lebih cepat dalam kondisi aerob yang terjadi pada kedalaman sampling tanah 0,5 meter. Pada kondisi anaerob biodegradasi senyawa BTEX dapat terjadi namun akan berjalan dengan lambat (Canadian Council of Ministers of the Environment, 2004).

Penurunan konsentrasi BTEX sejalan dengan kedalaman dari sampel tanah pada gambar 4.2 juga sebanding dengan persentase dari *Total Organic Carbon* (TOC) dalam sampel tanah seperti pada gambar 4.3. Pada penelitian ini persentase TOC diukur menggunakan metode spektrofotometri. Dasar penetapan nilai TOC metode spektrofotometri ini adalah karbon organik dalam sampel tanah direaksikan dengan Cr^{6+} , Lalu Cr^{6+} (berwarna jingga) tereduksi oleh karbon organik menjadi Cr^{3+} (berwarna hijau). Warna hijau yang terbentuk setara dengan karbon organik

dalam sampel tanah dan diukur dengan spektrofotometer dengan panjang gelombang 561 nm. Berikut grafik hubungan nilai TOC dalam tanah dengan kedalaman sampel tanah.



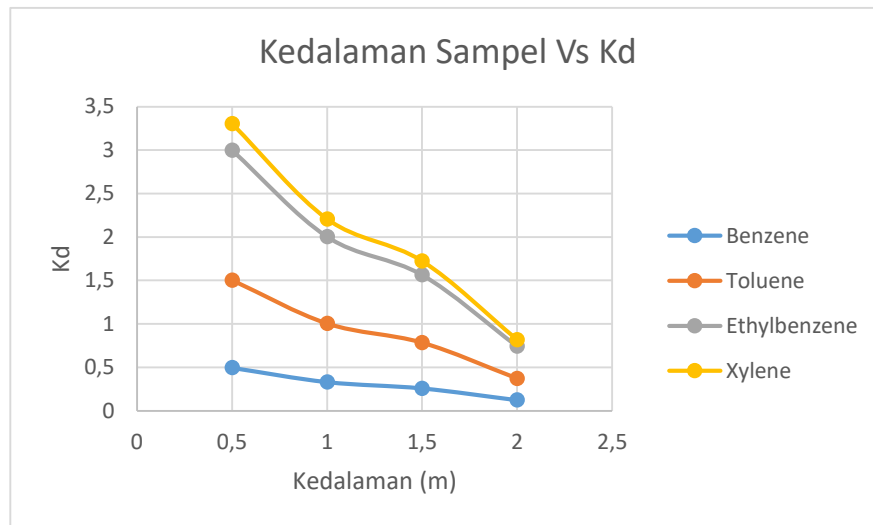
Gambar 4.3 Grafik Hubungan Antara Kedalaman Tanah dengan %TOC

Sumber : Hasil Pengolahan Data

Selain itu persentase TOC dalam tanah dapat menjelaskan tingginya konsentrasi BTEX total pada kedalaman tanah yang lebih dangkal bisa dijelaskan oleh koefisien distribusi (K_d). Koefisien distribusi digunakan untuk memprediksi mobilitas dan transport dari kontaminan didalam tanah. Semakin besar nilai K_d maka kontaminan tersebut semakin terikat dengan tanah dan memiliki kecenderungan untuk tidak mencemari airtanah dan permukaan tanah karena kontaminan tersebut terikat kuat dalam partikel tanah. Sebaliknya, jika nilai K_d kontaminan itu rendah maka mobilitas dan transport dari kontaminan akan tinggi sehingga beresiko untuk mencemari airtanah dan permukaan tanah (Odermatt, 1993). Nilai K_d dihitung menggunakan rumus berikut:

$$K_d = K_{oc} \times f_{oc} \quad (\text{Odermatt, 1993})$$

Dimana Koc adalah Koefisien adsorpsi dan foc adalah persentase TOC dibagi 100. Berikut adalah grafik hubungan kedalaman sampel dan nilai Kd.



Gambar 4.4 Grafik Hubungan antara Kedalaman Sampel dengan Kd
Sumber : Hasil Pengolahan Data

Dari gambar 4.4 tersebut dapat menjelaskan distribusi konsentrasi BTEX yang terukur dalam beberapa kedalaman sampel tanah. Dalam Tabel 4.4 senyawa yang paling besar konsentrasinya adalah total xilena. Hal tersebut sesuai dengan nilai Kd senyawa xylene yang semakin tinggi tiap pengurangan kedalaman sampel tanah karena senyawa xylene teradsorpsi kuat dalam partikel tanah.

Sekitar 3 meter dari titik pengambilan sampel tanah terdapat sumur dilakukan penelitian oleh Bariroh (2017), tentang konsentrasi senyawa BTEX dalam airtanah. Dari hasil penelitian tersebut dibandingkan konsentrasi masing – masing senyawa BTEX dalam airtanah dan tanah yang tertuang dalam Tabel 4.5 berikut.

Tabel 4.5 Perbandingan Konsentrasi Senyawa BTEX dalam Airtanah dengan Tanah

Komponen Lingkungan	Konsentrasi (ppb)				
	Benzene	Toluene	Ethylbenzene	o-xylene	p-xylene
AirTanah*	9,368	0,340	1,014	25,631	3,008
Tanah	ND	11,193	31,278	21,541	33,374

Sumber data : *Penelitian Bariroh, 2017 dan
Hasil Pengolahan Data

Dari hasil perbandingan tersebut dapat diketahui senyawa dengan konsentrasi terbesar baik dalam airtanah dan tanah adalah senyawa p-xylene dan senyawa dengan konsentrasi terkecil adalah senyawa benzena. Hal tersebut karena sifat fisik dan kimia dari senyawa BTEX dan adanya hubungan yang linear antara konsentrasi BTEX dalam tanah dan airtanah dalam kondisi setimbang. Oleh karena itu akan terjadi peningkatan konsentrasi senyawa BTEX dalam tanah jika ada peningkatan konsentrasi senyawa BTEX dalam air dengan faktor konstan (Chiou et al, 2000).

Indonesia belum memiliki regulasi tersendiri tentang batas mutu kualitas tanah khusus BTEX. Namun jika dibandingkan dengan baku mutu dalam Keputusan Menteri Lingkungan Hidup Nomor 128 tahun 2003, mengatur tentang tatacara dan persyaratan teknis pengolahan limbah dan tanah terkontaminasi oleh minyak bumi secara biologis maka konsentrasi senyawa BTEX dalam sampel tanah masih memenuhi baku mutu. Berikut adalah perbandingan konsentrasi sampel tanah dengan baku mutu tertuang dalam tabel 4.6

Tabel 4.6 Perbandingan Konsentrasi Sampel Tanah dengan Baku Mutu

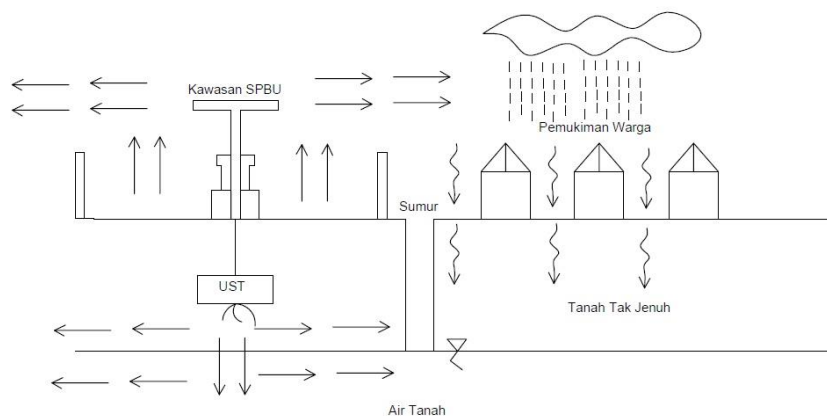
Senyawa	Baku Mutu* (µg/g)	Sampel (µg/g)				Keterangan
		0,5	1	1,5	2	
Benzene	1	ND	ND	ND	ND	Memenuhi BML
Toluene	10	0,0112	0,0115	0,0094	0,0093	Memenuhi BML
Ethylbenzene	10	0,0313	0,0313	0,0311	0,0311	Memenuhi BML
o - xylene	10	0,0215	0,0215	0,0215	0,0213	Memenuhi BML
p - xylene	10	0,0334	0,0334	0,0333	0,0333	Memenuhi BML

*Sumber : Keputusan Menteri Lingkungan Hidup Nomor 128 tahun 2003

Dari tabel 4.6 tersebut dapat diketahui senyawa BTEX dalam sampel tanah masih memenuhi baku mutu sehingga tidak perlu dilakukan tindakan remdiasi pada tanah tersebut.

4.4 Transport Senyawa BTEX dalam Tanah

Senyawa BTEX dari kegiatan SPBU dapat menjadi kontaminan pada tanah dengan beberapa cara. Cara pertama senyawa BTEX dapat mengkontaminasi tanah apabila terjadi kebocoran UST, cara kedua adalah adsorpsi senyawa BTEX dalam fasa gas oleh tanah. Berikut adalah gambar 4.5 Sumber BTEX dalam tanah dari kegiatan SPBU.



Gambar 4.5 Sumber BTEX dalam Tanah dari Kegiatan SPBU

Apabila terjadi kebocoran UST di SPBU senyawa BTEX dapat mencemari tanah. Hal tersebut sesuai penelitian yang dilakukan Lo dan Li (2004), dimana konsentrasi senyawa BTEX pada tahun pertama kebocoran akan terkonsentrasi di sepanjang garis vertikal titik kebocoran. Setelah itu senyawa BTEX terkonsentrasi dan membentuk zona konsentrasi tinggi di atas permukaan airtanah. Kemudian senyawa BTEX akan menyebar secara lateral. Hingga pada akhirnya konsentrasi BTEX akan menurun seiring dengan berjalannya waktu karena proses alam seperti biodegradasi. Selain senyawa BTEX bersifat volatil sehingga aktifitas pengisian bahan bakar pada kendaraan bermotor dapat menguapkan sejumlah senyawa BTEX ke udara. Tanah dapat mengadsorpsi senyawa BTEX dalam fasa gas. Pada adsorpsi ini senyawa BTEX dalam fasa gas dapat terjadi dengan mekanisme sebagai berikut: adsorpsi dari fasa uap ke permukaan mineral tanah murni, adsorpsi pada permukaan lapisan air yang teradsorpsi pada mineral tanah atau disolusi senyawa BTEX dalam fasa gas menjadi cair (Goss dan Steven, 1996).

Jika dibandingkan dengan hasil yang didapatkan pada penelitian ini, senyawa BTEX dalam sampel tanah dimungkinkan berasal dari adsorpsi senyawa BTEX oleh mineral tanah pada permukaan tanah karena zona konsentrasi tinggi terjadi di permukaan tanah bukan pada kedalaman terdalam sampel tanah. Namun diperlukan penelitian lanjutan untuk memastikan apakah senyawa BTEX yang terdapat pada sampel tanah benar – benar berasal dari senyawa BTEX dalam fasa gas.

BAB V

KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil analisis yang dilakukan dalam penelitian ini dapat disimpulkan bahwa :

1. Nilai Linieritas untuk senyawa benzena, toluena, etilbenzena, o-xilena dan p-xilena sebesar 0,9994, 0,9996, 0,9995, 0,9996, 0,9994. Nilai tersebut memenuhi persyaratan nilai linieritas metode analisis yaitu $\geq 0,997$. Nilai LOD metode analisis untuk senyawa benzena, toluena, etilbenzena, o-xilena dan p-xilena sebesar 13,92 ppb, 6,80 ppb, 9,75 ppb, 10,81 ppb, 6,47 ppb. Nilai LOQ metode analisis benzena, toluena, etilbenzena, o-xilena dan p-xilena sebesar 46,39 ppb, 27,17 ppb, 32,5082 ppb, 43,23 ppb, 21,57 ppb.
2. Konsentrasi senyawa benzena, toluena, etilbenzena, o-xilena dan p-xilena dalam sampel tanah pada kedalaman 2 meter sebesar '13,92 ppb, 9,35 ppb, 31,09 ppb, 21,34 ppb, 33,28 ppb. Pada kedalaman 1,5 meter sebesar '13,92 ppb, 9,41 ppb, 31,12 ppb, 21,47 ppb, 33,32 ppb. Pada kedalaman 1 meter sebesar '13,92 ppb, 11,51 ppb, 31,27 ppb, 21,46 ppb, 33,41 ppb. Pada kedalaman 0,5 meter sebesar '13,92 ppb, 11,19 ppb, 31,28 ppb, 21,54 ppb, 33,37 ppb.

5.2 Saran

Berdasarkan hasil analisis yang dilakukan dalam penelitian ini didapatkan beberapa saran:

1. Perlu dilakukan validasi metode analisis dengan parameter validasi yang lengkap agar hasil uji dapat dipertanggungjawabkan.
2. Perlunya pembuat laruta standar BTEX dengan konsentrasi rendah agar dapat mendeteksi senyawa BTEX yang relatif kecil dalam tanah.

DAFTAR PUSTAKA

- Ali, Munawar. 2012. **Monograf : Tinjauan Proses Bioremediasi Melalui Pengujian Tanah Tercemar Minyak**. Surabaya : UPN Press
- Anwar, Syaiful, Dyah Tjahyandari, Komarudin Idris. 2014. **Dasar – Dasar Ilmu Tanah**. Tangerang Selatan : Penerbit Universitas Terbuka
- ATSDR. 2000. **Toxicological profile for toluene. US Department of Health and Human Services**. USA : Agency for Toxic Substances and Disease Registry.
- ATSDR. 2007. **Toxicological profile for benzene. US Department of Health and Human Services**. USA : Agency for Toxic Substances and Disease Registry.
- ATSDR. 2007. **Toxicological profile for xylene. US Department of Health and Human Services**. USA : Agency for Toxic Substances and Disease Registry.
- Bariroh, Azkiyatul. 2017. **Analisis Benzene, Toluene, Etylbenzene dan Xylene dalam Sampel AirTanah di Sekitar SPBU X Kota Yogyakarta**. Yogyakarta: Universitas Islam Indonesia.
- BPS Provinsi D.I. Yogyakarta. 2016. **Daerah Istimewa Yogyakarta Dalam Angka**. Yogyakarta : Badan Pusat Statistik Provinsi D.I. Yogyakarta.
- Canadian Ministers of the Environment. 2004. **Canadian soil quality guidelines for the protection of environmental and human health: Benzene**. Winnipeg: Canadian Council of Ministers of the Environment.
- Chiou, C.T., and Kile, D.E. 2000. **Contaminant Sorption By Soil And Bed Sediment. Is There A Difference?.** U.S. Geological Survey Fact Sheet 087-00
- Church, P.E. 2001. **Distribution of Volatile Organic Compounds in**

Sediments Near Sutoon Brool Diposal Area. Massachusetts. U.S Geological Survey. Tewsbury.

Darmono. 2001. **Lingkungan Hidup dan Pencemaran: Hubungannya dengan Toksikologi Senyawa Logam.** Jakarta : UI Press.

Dragun, J. 1988. **Microbial degradation of petroleum products in soil. In: Soils contaminated by petroleum: environmental and public health effects.** New York : Calabrese E, Kostecki p Eds. John Wiley and Sons.

Draper, N, R., Smith, H., 1998. **Applied Regression Analysis.** NewYork: Wiley Interscience.

Etxebarria, Nestor, Olatz Zuloaga, Maitane Oliveres, Luis J. Bartolome, Patricia Navarro. 2009. **Retention-time locked method in gas chromatography.** *Journal of Chromatography A*, 1216.

Ezquerro, Oscar. Gustavo Oritz, Begona Pons, Maria Teresa Tena. 2004. **Determination of benzene, toluene, ethylbenzen and xylenes in soils by multiple headspace solid-phase microextraction.** *Journal of Chromatography A* 1035.

Filho, Irja N, Nathalia C. Vieceli, Eduardo M. Cardoso, Eduardo R Lovatel. 2013. **Analysis of BTEX in Experimental Columns Containing neat gasoline and gasoline-ethanol.** *J Braz Chem. Soc* Vol 24 No 3

Foth, H.D. 1998. **Dasar-dasar Ilmu Tanah .** Yogyakarta :Gadjah Mada University Press.

Frazmann, P.P et al. 2002. **The Role of Microbial Population in Containment of aromatic hydrocarbons in the subsurface.** *Biodegradation* 13(1). 65-78.

Goss, Kai-Uwe dan Steven J. Eisenreich. 1996. **Adsorption of VOCs from Gas Phase to Different Minerals and a Mineral Mixture.** *Environ Sci Technol* 30.

Hanifah, Namira Audrey. 2016. **Analisis Pencemaran AirTanah Oleh Bahan**

Bakar Minyak (BBM) Diesel dari SPBU di Kawasan Perkotaan Yogyakarta. Yogyakarta : Universitas Islam Indonesia.

IPCS. 1996. **Environmental Health Criteria 186: Ethylbenzene. International Programme on Chemical Safety.** Switzerland : *World Health Organization*.

Lo, Irene dan Li Ming HU. 2004. **Long-Term Migration of Light Nonaqueous Phase Liquids in Two Unsaturated Soils: Clayey Silt and Fine Sand.** *Practice Periodical of Hazardous Toxic and Radioactive Waste Management* 8:2 (228)

Menendez, J.C. Florez et al. 2000. **Statistic Headspace, Solid – Phase Microextraction And Headspace Solid-Phase Microextraction For BTEX Determination in Aqueous Samples by Gas Chromatography.** *Analitical Chimica Acta* 415.

Meney, Katie M et al. 1998. **Use Of Solid-Phase Extraction In The Determination of Benzene, Toluene, Ethylbenzen, Xylene And Cumene In Spiked Soil And Invistigation Of Soil Spiking Methods.** *The Analist* Vol 123.

Muryani, Eni. 2010. **Faktor Lingkungan Fisik yang Paling Berpengaruh Terhadap Potensi Pencemaran Benzena pada Air Tanah di Sekitar SPBU 44.552.10 Yogyakarta.** *Jurnal Sain dan Teknologi Lingkungan* Vol 2 Nomor 1. Yogyakarta : Universitas Pembangunan Nasional "Veteran" Yogyakarta.

Muryani, Eni. 2012. **Zonasi Potensi Pencemaran Bahan Bakar Terhadap Airtanah Bebas (Studi Kasus SPBU 44.52.10 Yogyakarta).** *Jurnal Sain dan Teknologi Lingkungan* Volume 4 Nomor 2 hal 114-124.

Noellet, Leol M.L. 2005. **Chromatographic Analysis of The Environment, Third Edition. Chromatographic Science Series.** New York : CRC Press

Notodarmojo, S. 2005. **Pencemaran Tanah dan Air Tanah.** Bandung : Penerbit ITB.

Nugroho, A. 2006. **Bioindikator Kualitas Air.** Cetakan 1. Jakarta. Universitas Trisakti.

- Odermatt, John R. 1993. **Ground Water Protection Through Environmental Management: U.S. Marine Corps Base at Camp Pendleton, California.** Groundwater Monitoring & Remediation vol 13 issue 4.
- Pavia, Donald L, Garry M. Lampman, George S. Kriz. 2006. **Introduction to Organic Laboratory Techniques (4th Ed).** United State of America : Thomson Brooks/Cole.
- Pavon, Perez, Del Nogal Sanchez M, Fernandez Laespada ME, Moreno Cordero B. 2009. **Determination Of Filbertone In Spiked Olive Oil Samples Using Headspace-Programmed Temperature Vaporization-Gas Chromatography-Mass Spectrometry.** *Anal Bioanal Chem.*394(5):1463-70
- Pleil, Joachim D, Teri L. Vossler, William A. McClenny and Keren D. Oliver. 1991. **Optimizing Sensitivity of SIM Mode of GC/MS Analysis for EPA's TO-14 Air Toxic Method.** *Journal of the Air & Waste Management Association.* 41:3, 2887-293
- Reicardt, Christian. 2003. **Solvents and Solvent Effects in Organic Chemistry 3rd edition.** Germany: Wiley-VCH Publishers.
- Riyanto. 2014. **Validasi & Verivikasi Metode Uji: Sesuai dengan ISO/IEC 17025 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi.** Yogyakarta : Deepublish.
- Robinson, Janet E, Paul Thomson, W. David Con and Leon Gayer. 1993. **Issues in Underground Storage Tank Management. Tank Closure and Financial Assurance.** Florida : Lewis Publisher.
- Romero, Baleseiro, Chaves Padin R, Monterroso C. 2016. **Develpoment and optimization of headspace and headspace – solid phase microextraction for the determination of volatil fuel compounds in environmental sample.** *Spanish Journal of Soil Science* Vol 6 issue 3
- Sarief, E.S. 1985. **Ilmu Tanah Pertanian.** Bandung :Pustaka Buana.
- TOSC.2012. **BTEX Contamination: A Publication Of The Hazadous Substance.**

Research Center Technical Outreach Service For Communities Program. *Engineering Research* : Michigan State University.

US EPA. 1992. **Leaking Underground Storage Tanks and Health: Understanding Health Risks From Petroleum Contamination.** Office of Solid Waste : US.

Valentin, L. A. Nousiainen, & A. Mikkonen. 2013. **Introduction to Organic Contaminants in Soil** : Concepts and Risk. *Env Chem* 24: 1–30.

Wilson, Lopes, da Rocha GO. Pierira PA, Oliveira FS, Carvalho LS, Bahia Nde C, Conceição Ldos S, de Andrade JB. 2008. **Multivariate optimization of a GC–MS method for determination of sixteen priority polycyclic aromatic hydrocarbons in environmental samples.** *Journal of Separation Science* Volume 31, Issue 10.

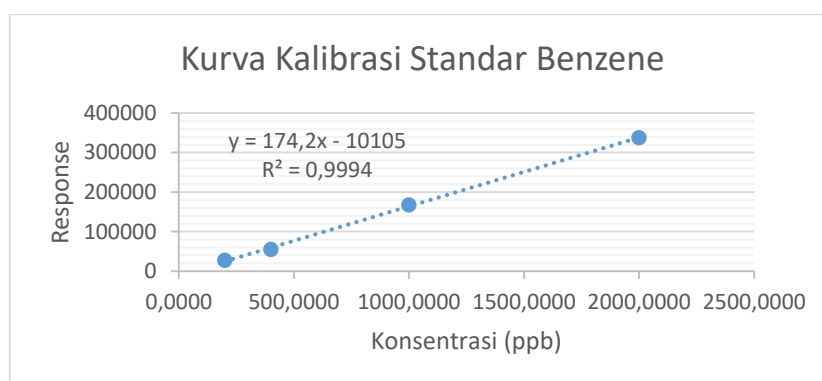
LAMPIRAN

Perhitungan Konsentrasi Benzene

Tabel Konsentrasi dan Response Senyawa Benzene

No	Massa Tanah (gram)	Konsentrasi Larutan (µg/L)	Volume Larutan (L)	Massa STD (µg)	Konsentrasi STD (µg/Kg)	Response
1	1,0003	100	0,002	0,2	199,9400	27006
2	1,0008	200	0,002	0,4	399,6803	54923
3	1,0004	500	0,002	1	999,6002	167275
4	1,0002	1000	0,002	2	1999,6001	337295

Kurva Kalibrasi Senyawa Benzene



Hasil Perhitungan Konsentrasi Benzene dalam Sampel Tanah

Kedalam Tanah	ID Sample	Response	Konsentrasi
0,5	BTEX_stanah_1	ND	ND
	BTEX_stanah_2	ND	ND
1	BTEX_stanah_3	ND	ND
	BTEX_stanah_4	ND	ND
1,5	BTEX_stanah_5	ND	ND
	BTEX_stanah_6	ND	ND
2	BTEX_stanah_7	ND	ND
	BTEX_stanah_8	ND	ND
0,5 P	BTEX_stanah_9	ND	ND
1P	BTEX_stanah_10	ND	ND

Contoh Perhitungan Konsentrasi Benzene dalam Sampel Tanah

Persamaan : $y = 174,2x - 10105$

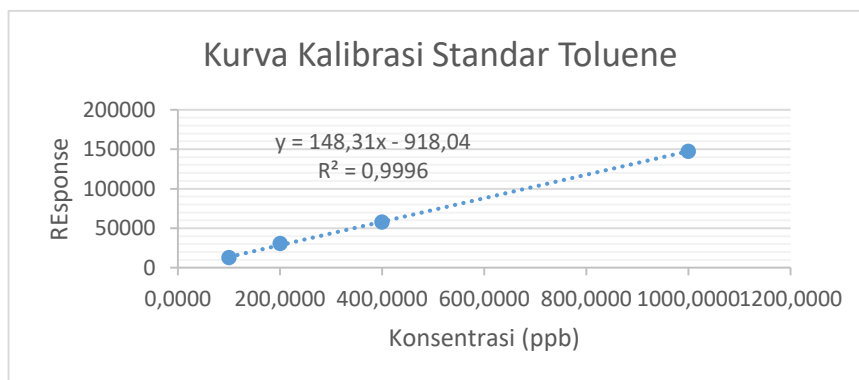
$$\text{Konsentrasi : } x = \frac{10105 + y (\text{response})}{174,2} = \frac{10105 + ND}{174,2} = ND$$

Perhitungan Konsentrasi Toluene

Tabel Konsentrasi dan Response Toluene

No	Massa Tanah (gram)	Konsentrasi Larutan (µg/L)	Volume Larutan (L)	Massa STD (µg)	Konsentrasi STD (µg/Kg)	Response
1	1,0004	50	0,002	0,1	99,9600	12847
2	1,0003	100	0,002	0,2	199,9400	30479
3	1,0008	200	0,002	0,4	399,6803	57622
4	1,0004	500	0,002	1	999,6002	147382

Kurva Kalibrasi Senyawa Toluene



Hasil Perhitungan Konsentrasi Toluene dalam Sampel Tanah

Kedalam Tanah (m)	ID Sample	Response	Konsentrasi (ppb)
0,5	BTEX_stanah_1	742	11,1930
	BTEX_stanah_2	789	11,5099
1	BTEX_stanah_3	477	9,4062
	BTEX_stanah_4	468	9,3456
1,5	BTEX_stanah_5	555	9,9322
	BTEX_stanah_6	663	10,6604
2	BTEX_stanah_7	500	9,5613
	BTEX_stanah_8	494	9,5209
0,5 P	BTEX_stanah_9	399	8,8803
1P	BTEX_stanah_10	346	8,5230

Contoh Perhitungan Konsentrasi Toluene dalam Sampel Tanah pada kedalaman 0,5 m

Persamaan : $y = 148,31x - 918,04$

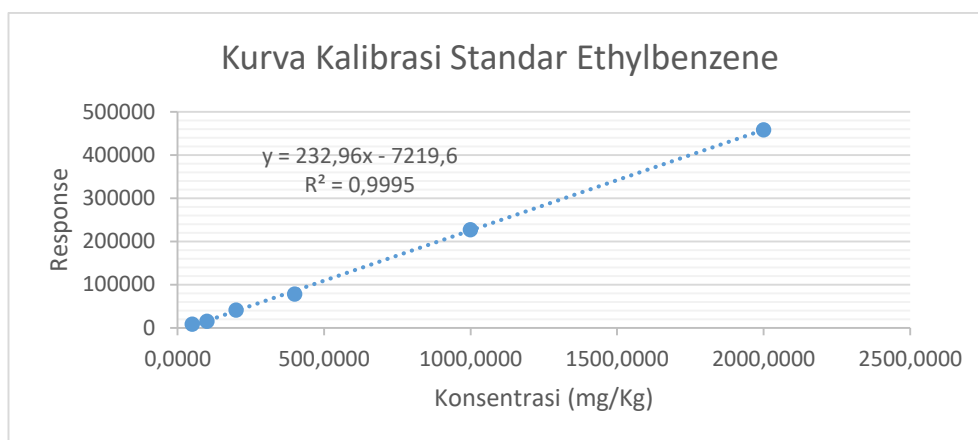
Konsentrasi : $x = \frac{918,04 + y(\text{response})}{148,31} = \frac{918,04 + 742}{148,31} = 11,1930 \text{ ppb}$

Perhitungan Konsentrasi Ethylbenzene

Tabel Konsentrasi dan Response Senyawa Ethylbenzene

No	Massa Tanah (gram)	Konsentrasi Larutan	Volume Larutan (L)	Massa STD (µg)	Konsentrasi STD (µg/Kg)	Response
1	1,0003	25	0,002	0,05	49,9850	8432
2	1,0004	50	0,002	0,1	99,9600	15376
3	1,0003	100	0,002	0,2	199,9400	41437
4	1,0008	200	0,002	0,4	399,6803	78412
5	1,0004	500	0,002	1	999,6002	227364
6	1,0002	1000	0,002	2	1999,6001	458962

Kurva Kalibrasi Senyawa Ethylbenzene



Hasil Perhitungan Konsentrasi Ethylbenzene dalam Sampel Tanah

Kedalam Tanah (m)	ID Sample	Response	Konsentrasi (ppb)
0,5	BTEX_stanah_1	67	31,2783
	BTEX_stanah_2	69	31,2869
1	BTEX_stanah_3	31	31,1238
	BTEX_stanah_4	23	31,0895
1,5	BTEX_stanah_5	37	31,1496
	BTEX_stanah_6	44	31,1796
2	BTEX_stanah_7	134	31,5659
	BTEX_stanah_8	42	31,1710
0,5	BTEX_stanah_9	4	31,0079
1	BTEX_stanah_10	23	31,0895

Contoh Perhitungan Konsentrasi Ethylbenzene dalam Sampel Tanah pada kedalaman 0,5 m

Persamaan : $y = 232,96x - 7219,6$

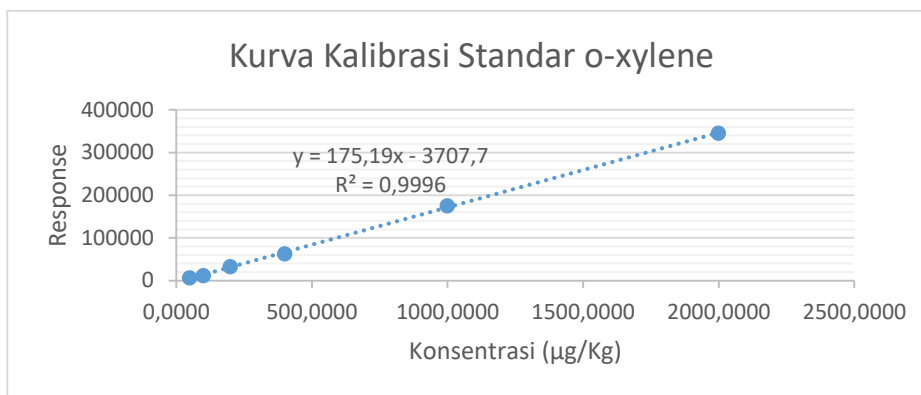
$$\text{Konsentrasi : } x = \frac{7219,6 + y (\text{response})}{232,96} = \frac{7219,6 + 67}{232,96} = 31,27833 \text{ ppb}$$

Perhitungan Konsentrasi o-xylene

Tabel konsentrasi dan Response Senyawa o-xylene

No	Massa Tanah (gram)	Konsentrasi Larutan (µg/L)	Volume Larutan (L)	Massa STD (µg)	Konsentrasi STD (µg/Kg)	Response
1	1,0009	25	0,002	0,05	49,9550	6637
2	1,0004	50	0,002	0,1	99,9600	11995
3	1,0003	100	0,002	0,2	199,9400	32966
4	1,0008	200	0,002	0,4	399,6803	62493
5	1,0004	500	0,002	1	999,6002	174887
6	1,0002	1000	0,002	2	1999,6001	345510

Kurva Kalibrasi Senyawa O-xylene



Tabel Perhitungan Konsentrasi o-xylene dalam Sampel Tanah

Kedalam Tanah (m)	ID Sample	Response	Konsentrasi (ppb)
0,5	BTEX_stanah_1	66	21,5406
	BTEX_stanah_2	52	21,4607
1	BTEX_stanah_3	53	21,4664
	BTEX_stanah_4	30	21,3351
1,5	BTEX_stanah_5	37	21,3751
	BTEX_stanah_6	47	21,4322
2	BTEX_stanah_7	43	21,4093
	BTEX_stanah_8	38	21,3808
0,5 P	BTEX_stanah_9	7	21,2038
1P	BTEX_stanah_10	19	21,2723

Contoh Perhitungan Konsentrasi o-xylene dalam Sampel Tanah pada kedalaman 0,5 m

Persamaan : $y = 171,19x - 3707,7$

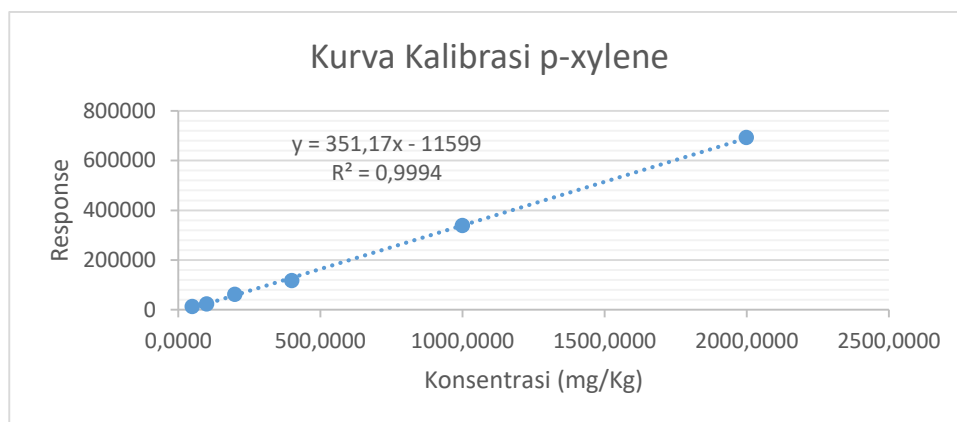
Konsentrasi : $x = \frac{3707,7 + y (\text{response})}{171,19} = \frac{3707,7 + 66}{171,19} = 21,5406 \text{ ppb}$

Perhitungan Konsentrasi p-xylene

Tabel Konsentrasi dan Response Senyawa p-xylene

No	Massa Tanah (gram)	Konsentrasi Larutan (µg/L)	Volume Larutan (L)	Massa STD (µg)	Konsentrasi STD (µg/Kg)	Response
1	1,0009	25	0,002	0,05	49,9550	12838
2	1,0004	50	0,002	0,1	99,9600	23139
3	1,0003	100	0,002	0,2	199,9400	62194
4	1,0008	200	0,002	0,4	399,6803	117134
5	1,0004	500	0,002	1	999,6002	338845
6	1,0002	1000	0,002	2	1999,6001	692716

Kurva Kalibrasi Senyawa p-xylene



Tabel Perhitungan Konsentrasi p-xylene dalam Sampel Tanah

Kedalam Tanah (m)	ID Sample	Response	Konsentrasi (ppb)
0,5	BTEX_stanah_1	121	33,3741
	BTEX_stanah_2	133	33,4083
1	BTEX_stanah_3	101	33,3172
	BTEX_stanah_4	88	33,2802
1,5	BTEX_stanah_5	104	33,3257
	BTEX_stanah_6	106	33,3314
2	BTEX_stanah_7	134	33,4112
	BTEX_stanah_8	122	33,3770
0,5 P	BTEX_stanah_9	19	33,0837
1p	BTEX_stanah_10	32	33,1207

Contoh Perhitungan Konsentrasi p-xylene dalam Sampel Tanah pada kedalaman 0,5 m

$$\text{Persamaan : } y = 351,17x - 11599$$

$$\text{Konsentrasi : } x = \frac{11599 + y (\text{response})}{351,17} = \frac{11599 + 121}{351,17} = 33,3741 \text{ ppb}$$

Perhitungan % Air Sampel Tanah

Tabel Perhitungan % Air Sampel Tanah

Kedalam Sampel (m)	Berat Cawan kosong (gram)	Berat cawan + Tanah (gram)	Berat cawan + tanah setelah dipanaskan (gram)	% Air
0,5	76,5865	86,6253	85,0563	15,63%
1	77,2487	87,3953	85,859	15,14%
1,5	74,764	84,8191	83,3897	14,22%
2	75,0931	85,0871	84,0449	10,43%
Pembanding				
0,5	80,359	90,3516	89,5542	7,98%
1	54,2771	64,2151	63,4194	8,01%

Contoh Perhitungan % Air sampel tanah kedalaman sampel tanah 0,5 m

$$\% \text{ Air} = \frac{((\text{berat cawan+tanah setelah dipanaskan})-(\text{berat cawan kosong}))}{((\text{berat cawan+tanah})-(\text{Berat cawan kosong}))} \times 100\%$$

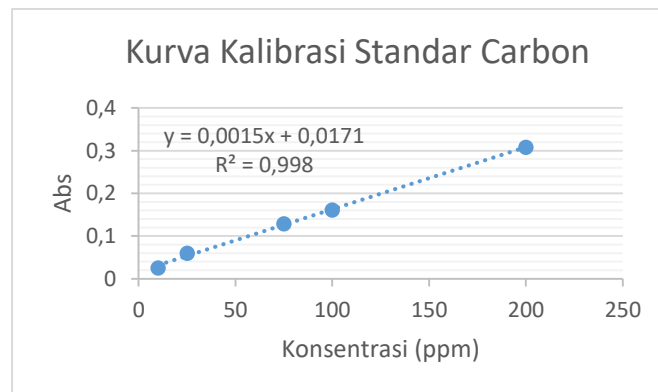
$$\% \text{ Air} = \frac{(85,0563-76,5865)}{(86,6253-76,5865)} \times 100\% = 15,63$$

Perhitungan TOC Sampel Tanah

Tabel Pengukuran Absorbansi Larutan Standar Karbon

Konsentrasi (ppm)	Abs
Blank	0,038
10	0,025
25	0,06
75	0,129
100	0,161
200	0,308

Kurva Kalibrasi Larutan Standar Karbon



Tabel Perhitungan TOC Sampel Tanah

Kedalam Sampel (m)	Abs	Konsentrasi Kurva	ml ekstraks	mg sampel	%Air	% TOC Sampel	%TOC Rerata
0,5	0,082	43,2667	10	50	15,63%	0,8667	0,8258
	0,076	39,2667	10	50,1	15,63%	0,7850	
1	0,057	26,6000	10	50,2	15,14%	0,5307	0,5518
	0,06	28,6000	10	50	15,14%	0,5729	
1,5	0,06	28,6000	10	50,3	14,22%	0,5694	0,4306
	0,039	14,6000	10	50,1	14,22%	0,2918	
2	0,032	9,9333	10	50,2	10,43%	0,1981	0,2045
	0,033	10,6000	10	50,3	10,43%	0,2110	
Pembanding							
0,5	0,049	21,2667	10	50,2	7,98%	0,4240	0,2246
	0,019	1,2667	10	50,3	7,98%	0,0252	
1	0,018	0,6000	10	50,6	8,01%	0,0119	0,0184
	0,019	1,2667	10	50,7	8,01%	0,0250	

Contoh perhitungan konsentrasi TOC dalam tanah sampel 0,5 m

Persamaan : $y = 0,0015x + 0,0171$

$$\text{Konsentrasi : } x = \frac{Abs - 0,0171}{0,0015} = \frac{0,082 - 0,0171}{0,0015} = 43,2667 \text{ ppm}$$

Contoh perhitungan kadar TOC tanah sampel kedalaman 0,5 m.

$$\% \text{ TOC} = \text{Konsentrasi TOC} \left(\frac{mL \text{ ekstrak}}{1000} \right) \times \left(\frac{100}{mg \text{ Sampel}} \right) \times \left(\frac{100}{(100 - \% \text{ Air})} \right)$$

$$\% \text{ TOC} = 43,2667 \left(\frac{10 \text{ mL}}{1000} \right) \times \left(\frac{100}{50 \text{ mg}} \right) \times \left(\frac{100}{(100 - 15,63)} \right) = 0,8667 \%$$