

piSSN 1412-4092  
eISSN 2443-4183

# ALCHEMY

JURNAL PENELITIAN KIMIA

Accredited by  
Ministry of Research, Technology,  
and Higher Education  
No.30/E/KPT/2018

Published by:  
Universitas Sebelas Maret  
Jl. Ir. Soekarno No.36A 57126 Surakarta, Indonesia

https://jurnal.uns.ac.id/alchemy/alchemy@mps.uns.ac.id

HOME ABOUT CATEGORIES CURRENT ARCHIVES ANNOUNCEMENTS STATISTICS CONTACT REVIEWERS INDEXING

IN PRESS

Home / User / Author / Archive

## Archive

Active Archive

ID	MM-DD	Sec	Authors	Title	Status
39363	01-22	ART	Simanjuntak, Erwin, Panggabean	Prakonsentrasi Ion Cd(II) dalam Sampel Pupuk Nitrogen...	Vol 16, No 2 (2020); Vol 16, No 2 (2020) Alchemy Jurnal Penelitian Kimia
25522	11-24	ART	Panggabean, Widayastuti, Hindryawati	Validasi Metode Penentuan Benzena, Toluena dan Xilena	Vol 15, No 1 (2019); Vol 15, No 1 (2019) Alchemy Jurnal Penelitian Kimia

ISSN  
1412-4092 (Print)  
2443-4183 (Online)

General Information

- Submissions
- Focus & Scope
- Publication Ethic
- Editorial Team
- Download Submission Handout
- Journal Template
- Copyright Notice
- SCOPUS Citation Analysis
- Author DedARATION
- Reviewer Guidelines

#25522 Summary

https://jurnal.uns.ac.id/alchemy/author/submission/25522

HOME ABOUT CATEGORIES CURRENT ARCHIVES ANNOUNCEMENTS STATISTICS CONTACT REVIEWERS INDEXING

IN PRESS USER HOME

## Submission

Authors Aman Sentosa Panggabean, Tika Widayastuti, Noor Hindryawati

Title Validasi Metode Penentuan Benzena, Toluena dan Xilena pada Sampel Udara dan Tanah Menggunakan Kromatografi Gas

Original file 25522-58574-1-SM.docx 2018-11-24

Supp. files 25522-58590-1-SP.pdf 2018-11-25

Submitter Aman Sentosa Panggabean

Date submitted November 24, 2018 - 07:43 PM

Section Articles

Editor Faria Rahmawati

Author comments Hopely can be published soon as

Abstract Views 3162

## Author Fees

Article Publication Paid March 14, 2019 - 03:48 PM

## Status

Status Published Vol 15, No 1 (2019); Vol 15, No 1 (2019) Alchemy Jurnal Penelitian Kimia

Initiated 2019-03-14

Submissions

Focus & Scope

Publication Ethic

Editorial Team

Download Submission Handout

Journal Template

Copyright Notice

SCOPUS Citation Analysis

Author DedARATION

Reviewer Guidelines

Payment Tutorial

Alchemy Mandatley Guide

Accreditation

Currently, Alchemy Jurnal Penelitian Kimia has Sinta-2 accreditation based on Ministry of Research, Technology and Higher Education Decree 16/E/KPT/2022

Indexed By

Google

#25522 Summary

https://jurnal.uns.ac.id/alchemy/author/submission/25522

HOME ABOUT CATEGORIES CURRENT ARCHIVES ANNOUNCEMENTS STATISTICS CONTACT REVIEWERS INDEXING

IN PRESS USER HOME

## Submission Metadata

Authors

Name Aman Sentosa Panggabean

ORCID ID <http://orcid.org/0000-0002-0456-2719>

Affiliation Program Studi Kimia, FMIPA, Universitas Mulawarman Jl. Barong Tongkok Kampus Gn. Ketau, Samarinda, 75119

Country Indonesia

Bio Statement —

Principal contact for editorial correspondence.

Name Tika Widayastuti

Affiliation Program Studi Kimia, FMIPA, Universitas Mulawarman Jl. Barong Tongkok Kampus Gn. Ketau, Samarinda, 75119

Country Indonesia

Bio Statement —

Name Noor Hindryawati

Affiliation Program Studi Kimia, FMIPA, Universitas Mulawarman Jl. Barong Tongkok Kampus Gn. Ketau, Samarinda, 75119

Country Indonesia

Bio Statement —

GARUDA

ROAD

Director of Open Access Research Resources

SINTA

More

User

You are logged in as...

gabe1975

My Journals

My Profile

Log Out

Keywords

Curcuma xanthorrhiza DPPH adsorpsi adsorption antibacterial antibacterial activity antioctidan antioxidant ero discharge carbon carbon paste electrode characterization CHITOSAN opper electrochemical

Home / User / Author / Submissions / #25522 / Review

## #25522 Review

Summary Review Editing

### Submission

Authors Aman Sentosa Panggabean, Tika Widyastuti, Noor Hindryawati

Title Validasi Metode Penentuan Benzena, Toluena dan Xilena pada Sampel Udara dan Tanah Menggunakan Kromatografi Gas

Section Articles

Editor Fria Rahmawati

### Peer Review

Round 1

Review Version 25522-58576-2-RV.doc 2018-12-16

Initiated 2018-12-16

Last modified 2019-02-13

Uploaded file

Reviewer A	25522-64514-1-RV.doc	2019-01-30
Reviewer B	25522-63184-1-RV.doc	2019-01-11
Reviewer B	25522-63184-2-RV.pdf	2019-01-11

ESSN  
1412-4092 (Print)  
2443-4183 (Online)

### General Information

- Submissions
- Focus & Scope
- Publication Ethic
- Editorial Team
- Download Submission Handout
- Journal Template
- Copyright Notice
- SCOPUS Citation Analysis
- Author Dedaration
- Reviewer Guidelines
- Payment Tutorial
- Alchemy Mandelley Guide

### Accreditation

Currently, Alchemy Jurnal Penelitian Kimia has Sinta-2 accreditation based on Ministry of Research, Technology and Higher Education Decree: 105/E/KPT/2022

SEKERTIPKAT

Home / User / Author / Submissions / #25522 / Review

## #25522 Review

Summary Review Editing

### Submission

Authors Aman Sentosa Panggabean, Tika Widyastuti, Noor Hindryawati

Title Validasi Metode Penentuan Benzena, Toluena dan Xilena pada Sampel Udara dan Tanah Menggunakan Kromatografi Gas

Section Articles

Editor Fria Rahmawati

### Peer Review

Round 1

Review Version 25522-58576-2-RV.doc 2018-12-16

Initiated 2018-12-16

Last modified 2019-02-13

Uploaded file

Reviewer A	25522-64514-1-RV.doc	2019-01-30
Reviewer B	25522-63184-1-RV.doc	2019-01-11
Reviewer B	25522-63184-2-RV.pdf	2019-01-11

### Editor Decision

Decision Accept Submission 2019-02-21

Notify Editor Editor/Author Email Record 2019-03-01

Editor Version 25522-60700-1-ED.doc 2018-12-16  
25522-60700-2-ED.doc 2019-02-21

Author Version 25522-66570-1-ED.doc 2019-02-20  
25522-66570-2-ED.doc 2019-02-20  
25522-66570-3-ED.doc 2019-03-01

SEKERTIPKAT

Indexed By  
Google Scholar  
GARUDA

## Editor/Author Correspondence

Editor

[Delete](#)

2019-02-13 02:52 PM

Subject: [ALCHEMY] Editor Decision  
ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia  
Aman Sentosa Panggabean:

Your article submitted to ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia, entitled of "Validasi Metode Penentuan Benzena, Toluena dan Xilena Pada Sampel Udara dan Tanah Dengan Menggunakan Kromatografi Gas" has pass peer review system. The review result is revision required. please revised your article comply to the reviewer's comment. Provide the revision in red color, and also send a file of author response to reviewer comments. Upload the revision and the author's response file (as a supplementary file) into the system.

Dr Fitria Rahmawati  
Chief Editor

-----  
Reviewer A:

Untuk memperbaiki artikel perlu dilakukan beberapa hal:

1. Penulisan angka penting harus diperhatikan, dan pertimbangan penulisan angka penting tersebut.
2. Pengambilan pustaka untuk persyaratan metode analisis harus dari sumber yang disepakati.
3. Penyiapan sampel udara untuk mengetahui akurasi perlu diperjelas.
4. Penentuan LoD dan LoQ bukan nilai LoD dan LoQ analisis tetapi LoD dan LoQ instrumen.
5. Beberapa hal lain diberikan dalam artikel.

-----  
Reviewer B:

Komentar tentang Manuskrip:

- 1) Dalam judul dinyatakan analisis untuk sampel udara dan tanah. Dalam pembahasan hanya ditampilkan kromatogram dan kurva kalibrasi untuk sampel udara.
- 2) Data hasil yang dituliskan dalam abstrak tidak dijelaskan, apakah untuk sampel udara atau tanah.
- 3) Cara perhitungan presisi, faktor selektivitas dan kapasitas tidak dicantumkan dalam Metodologi.
- 4) Lokasi pengambilan sampel (nama tempat dan koordinat) perlu dituliskan dalam Metodologi, sebagai acuan untuk penelitian selanjutnya.
- 5) Pustaka yang digunakan sebagai dasar untuk menyatakan suatu hasil pengukuran valid atau tidak hendaknya mengacu ke pustaka primer (text book).
- 6) Resolusi gambar (kromatogram dan kurva kalibrasi) perlu ditingkatkan.
- 7) Beberapa penggunaan bahasa Indonesia perlu diperbaiki.

-----  
ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia  
<https://jurnal.uns.ac.id/alchemy/>

Author  
2019-02-20 03:00 PM

[Delete](#)

Subject: Validasi Metode Penentuan Benzena, Toluena dan Xilena Pada Sampel Udara dan Tanah Dengan Menggunakan Kromatografi Gas  
ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia  
Yth Editor Alchemy Jurnal Penelitian Kimia

Dengan hormat,  
Bersama ini kami kirimkan revisi manuscript yang telah diperbaiki sesuai saran dan komentar Reviewer, disertai juga form tanggapan dari kami terhadap Reviewer. Kami mengharapkan informasi selanjutnya dari Editor. Atas perhatian yang diberikan kami ucapkan terima kasih.

Salam,

Aman Sentosa Panggabean  
ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia  
<https://jurnal.uns.ac.id/alchemy/>

Editor  
2019-02-21 09:17 AM

[Delete](#)

Subject: [ALCHEMY] Editor Decision  
ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia  
Aman Sentosa Panggabean:

We have reached a decision regarding your submission to ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia, "Validasi Metode Penentuan Benzena, Toluena dan Xilena Pada Sampel Udara dan Tanah Dengan Menggunakan Kromatografi Gas".

Our decision is to accept your article to be published in Alchemy: Jurnal Penelitian Kimia. A galley proof will be sent to you later.

Dr Fitria Rahmawati  
Chief Editor  
ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia  
<https://jurnal.uns.ac.id/alchemy/>

Author  
2019-03-01 10:56 AM

[Delete](#)

Subject: Validasi Metode Penentuan Benzena, Toluena dan Xilena Pada Sampel Udara dan Tanah Dengan Menggunakan Kromatografi Gas  
ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia  
Yth. Editor Alchemy Jurnal Penelitian Kimia

Dengan hormat,

Bersama ini kami kirimkan kembali manuscript yang telah diperbaiki sesuai saran dan komentar dari Editor. Pada prinsipnya kami setuju dengan perbaikan tersebut (tulisan yang berwarna kuning). Untuk tabel 5 dan 6 telah kami sesuaikan sesuai saran dari Editor. Terima kasih atas perhatian yang diberikan dan kami mengharapkan informasi selanjutnya dari editor atas penerbitan artikel ini.

Salam,

Aman Sentosa Panggabean  
jurusan Kimia FMIPA Universitas Mulawarman  
Samarinda-Kalimantan Timur, 75119  
ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia  
<https://jurnal.uns.ac.id/alchemy/>

## Validasi Metode Penentuan Benzena, Toluena dan Xilena Pada Sampel Udara dan Tanah Dengan Menggunakan Kromatografi Gas

Aman Sentosa Panggabean\*, Tika Widyastuti, Noor Hindryawati

Program Studi Kimia, FMIPA, Universitas Mulawarman Jl. Barong Tongkok Kampus Gn. Kelua, Samarinda, 75119

\*email: [amanspanqgabean@yahoo.com](mailto:amanspanqgabean@yahoo.com)

DOI :

Received..., Accepted, Published

### ABSTRAK

Penelitian tentang validasi metode penentuan benzena, toluena dan xilena pada sampel udara dan tanah dengan menggunakan kromatografi gas telah dilakukan. Untuk mendapatkan hasil pengukuran yang valid, telah ditentukan beberapa parameter penting yang berpengaruh dalam validasi metode. Beberapa parameter penting yang dilakukan adalah penentuan besaran dasar kromatografik yang meliputi: waktu retensi, kapasitas ( $k'$ ), faktor selektivitas ( $\alpha$ ) dan kinerja analitik yang meliputi: penentuan linearitas ( $r$ ), limit deteksi (LOD), limit kuantitasi (LOQ), presisi dan akurasi. Hasil penelitian penentuan kinerja analitik sangat baik ditunjukkan oleh nilai presisi sebagai %RSD < 2/3 nilai KV Horwitz, LOD untuk masing-masing senyawa benzena, toluena dan xilena adalah 0,0220 mg/L, 0,5879 mg/L, 0,0814 mg/L dan LOQ untuk masing-masing senyawa benzena, toluena dan xilena adalah 0,0732 mg/L, 1,997 mg/L dan 0,2712 mg/L. Akurasi metode ini sangat baik ditunjukkan dengan nilai presentase perolehan kembali untuk masing-masing senyawa benzena, toluena dan xilena sebesar 101,69±5,77%, 102,08±5,43% dan 98,55±5,11%. Berdasarkan hasil penelitian ini, metode Kromatografi gas dapat digunakan dalam penentuan benzena, toluena dan xilena pada sampel udara dan tanah dengan memberikan hasil yang valid.

**Kata kunci:** Validasi, Benzena, Toluena, Xilena, Kromatografi Gas.

### ABSTRACT

**Validation Method On The Determination Of Benzene, Toluene And Xylene In Air And Soil Samples Using Gas Chromatography.** The research about the validation method on the determination of benzene, toluene and xylene in air and soil samples using gas chromatography has been done. To obtain a valid measurement results, some important parameters influential for validation of method has been measured. Some important parameters that are carried out are the determination of the basic chromatographic such as: retention time, capacity factor ( $k'$ ), selectivity ( $\alpha$ ) and analytical performance measurement includes: the determination of linearity ( $r$ ), limit of detection (LOD), limit of quantitation (LOQ), precision and accuracy. The result of analytical performance of this research is good, shown the value of precision was %RSD < 2/3 CV Horwitz value, LOD for benzene, toluene and xylene compound was 0.0220 mg/L, 0.5879 mg/L, 0.0814 mg/L respectively and LOQ for benzene, toluene and xylene compounds was 0.0732 mg/L, 1.9970 mg/L and 0.2712 mg/L respectively. Accuration of this method is good, shown with a percentage of recovery value of benzene, toluene and xylene was 101.69±5.77%, 102.08±5.43% and 98.55±5.11% respectively. Based on the results of this research, the method can be used for determination of benzene, toluene and xylene using gas chromatography in air and soil samples with valid results.

**Keywords:** Validation, Benzene, Toluene, Xylene, Gas Chromatography.

### PENDAHULUAN

Perkembangan industri pada beberapa dekade terakhir ini berkembang dengan pesat, karena sangat berpengaruh dengan tingkat kebutuhan dan kehidupan manusia. Salah satu industri tersebut adalah industri petrokimia. Beberapa bahan yang dihasilkan dari industri petrokimia ialah karet, nilon, lem, pipa, plastik, obat-obatan, LPG, rafinat dan masih banyak benda lainnya. Macam-macam benda tersebut ialah produk yang dihasilkan dari minyak bumi ataupun gas alam. Dari proses industri petrokimia ini dihasilkan senyawa kimia yang sering terdeteksi seperti  $H_2S$ ,  $NH_3$ , metil etil keton (MEK), klorin, merkuri, dan benzena toluena xilena (BTX) (Indrawan dan Oginawati, 2014). Senyawa BTX telah menjadi fokus dari beberapa studi tentang biomeridasi dan biodegradasi (Krumholz *et al.*, 1999). Safitri dkk. (2013) telah menggunakan teknologi ultrafiltrasi untuk pengolahan alir limbah eksploitasi minyak bumi (*produced water*).

Senyawa BTX 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 *et al.*, 2014), dan dapat menyebabkan leukemia sampai kanker pada sistem hematologi manusia (Smith, 2010). Walaupun toluena dan xilena bukan merupakan senyawa karsinogenik namun harus ada pada level rendah pada lingkungan karena sifat toksiknya. Gejala-gejala yang umum terjadi apabila seseorang terkontaminasi senyawa BTX 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

**Comment [a1]:** Angka penting yg dituliskan didasarkan pada nilai apa saja

tekanan darah, sakit kepala, pusing tiba-tiba, vertigo, muntah, dehidrasi hingga kematian (Handoyo dan Wispriyono, 2016).

Senyawa BTX merupakan senyawa yang biasa terdapat pada tanah dan air tanah yang tercemar oleh bensin atau produk minyak bumi lainnya (Moskovkina and Milina, 2008). Lingkungan stasiun pengisian bahan bakar umum (SPBU) merupakan lingkungan yang berpotensi tercemar oleh bensin ataupun produk minyak bumi yang lain. Secara tidak langsung adanya tumpahan-tumpahan bensin atau produk minyak bumi lainnya akan ada yang mengalami biodegradasi oleh mikroba-mikroba dan ada pula yang menguap. Sebagian dari polutan hidrokarbon yang masuk ke dalam tanah akan mencemari tanah tersebut. Produk-produk minyak bumi ini mengandung senyawa-senyawa hidrokarbon diantaranya ialah BTX (Safitri dkk., 2013), sehingga harus dilakukan analisis khusus untuk mengetahui keberadaan senyawa hidrokarbon tersebut.

Teknik analisis yang umum dilakukan untuk menentukan senyawa BTX adalah kromatografi terutama kromatografi gas dengan *flame ionization detector* (FID) (Yamada *et al.*, 2004), dan detektor *mass spectroscopy* (MS) (Bahrami *et al.*, 2011). Senyawa BTX dilaporkan dapat dianalisis dengan HPLC menggunakan detektor fluoresensi, fasa diamnya adalah  $\beta$ -siklodekstrin dan sampel dipreparasi dengan cara ekstraksi cair menggunakan pelarut metilen klorida dan etil asetat (Campos-Candel *et al.*, 2009). Kromatografi gas memiliki kelebihan penting dibandingkan metode yang lainnya. Kromatografi gas mampu dengan cepat menganalisis senyawa BTX dalam matriks sampel yang kompleks dan dapat melakukan analisis kualitatif dan kuantitatif yang tepat dari berbagai komponen secara cepat (González dan Herrador, 2007).

Untuk mengetahui suatu metode analisis dapat digunakan sebagai analisis rutin, dengan hasil yang dapat dipertanggungjawabkan dengan baik, dengan tingkat ketelitian dan ketepatan yang tinggi, perlu dilakukan suatu tahapan validasi metode (Taufik 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). Kinerja kromatografi gas dalam analisis senyawa BTX pada sampel tanah dan udara belum ditentukan pada Laboratorium Balai Keselamatan dan Kesehatan Kerja Samarinda. Pendekatan yang dilakukan adalah melakukan penentuan linearitas, batas deteksi dan batas kuantifikasi, uji presisi dan akurasi metode. Jika parameter-parameter tersebut telah memenuhi syarat validasi maka metode yang digunakan dapat dipertanggung jawabkan sehingga dapat digunakan sebagai analisis rutin dalam penentuan senyawa BTX dalam berbagai sampel.

## METODE PENELITIAN

### Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah: Kromatografi Gas-FID (GC-2010 *Shimadzu*) dengan kolom kapiler *fused silica* (30 m x 0,32 mm ID; 1  $\mu$ m film 100% PEG or *equivalent*), seperangkat unit komputer, neraca analitik, pipet gondok, karet penghisap, labu ukur, pipet volume, *syringe*, botol *vial*, *charcoal tube* dan corong pisah.

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah: karbon disulfida ( $CS_2$ ), gas pembawa Helium, larutan standar benzena, toluena dan xilena (*E'Merck*), sampel udara dan tanah.

**Comment [a2]:** Grade dari bahan yang digunakan

### Pengkondisian Alat

Dilakukan optimasi terhadap kondisi instrumen dengan mengatur suhu awal kolom 50 °C dilanjutkan kenaikan 10 °C/ menit selama 10 menit, suhu injektor 225 °C, suhu detektor 225 °C dan kecepatan aliran gas pembawa 16,7 mL/menit.

### Pembuatan Larutan Standar Benzena, Toluena dan Xilena

Dipipet masing-masing larutan benzena, toluena dan xilena, dan dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL dan ditimbang beratnya saat penambahan larutan hingga diperoleh beratnya  $\pm 0,05$  gr. Kemudian ditambahkan dengan larutan  $CS_2$  (Karbon disulfida) hingga tanda tera (masing-masing larutan standar ini konsentrasinya 1000 mg/L). Setelah itu larutan induk BTX diencerkan menjadi 10 mg/L dengan cara dipipet 0,5 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL lalu diencerkan dengan larutan  $CS_2$  hingga tanda tera kemudian dihomogenkan (Yamada *et al.*, 2004). Untuk pekerjaan selanjutnya, masing-masing larutan seri standar BTX diencerkan dari larutan standar 10 mg/L.

### Persiapan Blanko

Larutan Karbon disulfida ( $CS_2$ ) sebanyak 1 mL dipipet lalu dimasukkan ke dalam botol *vial* kemudian didiamkan selama 30 menit. Setelah itu diambil 1  $\mu$ L menggunakan *syringe* dan diinjeksikan ke dalam kromatografi gas.

### Pengambilan Sampel Udara

*Personal sampling pump* (pompa pengisap udara), selang dan bahan silicon, *flowmeter* dan *charcoal tube* disiapkan kemudian dirakit peralatan tersebut. *Personal sampling pump* diaktifkan dan diatur laju aliran udara sehingga menunjukkan angka laju aliran udara 0,2 L/menit dengan menggunakan *flowmeter*. Setelah itu dimatikan *personal sampling pump* dan dilepaskan *flowmeter* dan diganti *charcoal tube* dengan yang baru kemudian dipotong kedua ujung *charcoal tube* dengan pemotong kaca

setelah itu dilakukan *sampling* selama 60 menit. Setelah selesai *charcoal tube* ditutup dengan penutupnya dan dibawa sampel ke laboratorium untuk dianalisis.

#### Pengambilan Sampel Tanah

Sampel tanah diambil secara acak, kemudian tanah dimasukkan ke dalam botol *vial* dan ditutup rapat. Setelah itu sampel dibawa ke laboratorium untuk dianalisis.

#### Uji Kualitatif Senyawa BTX dengan Kromatografi Gas

Uji kualitatif dilakukan dengan membuat masing-masing larutan benzena, toluena dan xilena dengan konsentrasi tertentu dan membuat larutan campuran benzena, toluena dan xilena kemudian diinjeksikan masing-masing larutan sebanyak 1  $\mu\text{L}$  dan dilakukan 5 kali pengulangan. Setelah itu ditentukan waktu retensi yang diperoleh pada kromatogram dan dihitung nilai faktor kapasitas ( $k'$ ) dan selektifitasnya ( $\alpha$ ).

#### Uji Linearitas

Pengujian linearitas untuk penentuan senyawa BTX pada sampel udara dan tanah dilakukan dengan mengukur luas area larutan seri standar BTX campuran pada berbagai variasi konsentrasi. Berdasarkan data yang didapatkan lalu dibuat kurva larutan seri standar –vs- luas area hasil pengukuran dan dihitung nilai koefisien korelasi ( $r$ ).

#### Uji LOD (Limit of Detection)

Pada uji LOD dilakukan secara statistik melalui garis regresi linier dari kurva kalibrasi, dimana respon instrumen  $y$  berhubungan linier dengan konsentrasi  $x$ . Besar limit deteksi pada umumnya dinyatakan dalam  $3S_a/b$ , dimana  $b$  ialah *slope* dan SD ialah standar deviasi.

$$\text{LoD} = 3 \times \text{SD}/b \quad 1)$$

#### Uji LOQ (Limit of Quantity)

Pada uji LOD dilakukan secara statistik melalui garis regresi linier dari kurva kalibrasi, dimana respon instrumen  $y$  berhubungan linier dengan konsentrasi  $x$ . besar limit deteksi pada umumnya dinyatakan dalam  $10S_a/b$ , dimana  $b$  ialah *slope* dan SD ialah standar deviasi.

$$\text{LoQ} = 10 \times \text{SD}/b \quad 2)$$

#### Uji Presisi

Pada uji presisi ini dilakukan dengan cara menentukan luas area kromatogram senyawa BTX dari sampel udara. Penetapan kadar BTX pada sampel udara dilakukan sebanyak 7 kali perulangan. Dari hasil pengukuran yang diperoleh dihitung rata-rata konsentrasi BTX dalam sampel, standar deviasi dan % KV.

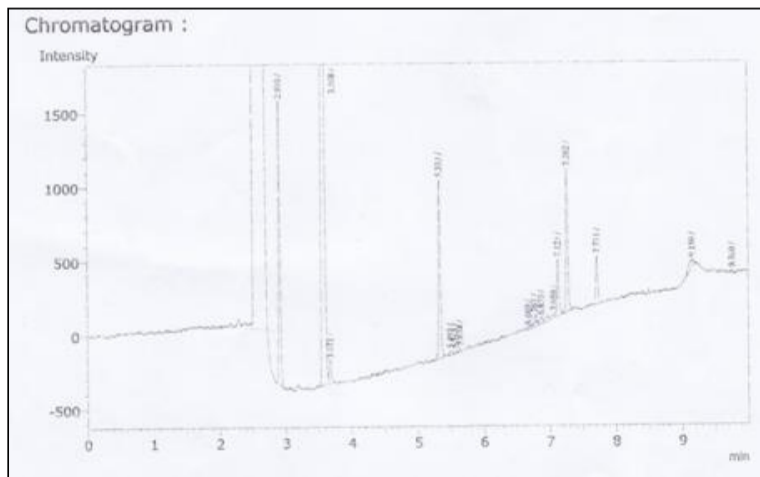
#### Uji Akurasi

Pada uji akurasi dilakukan dengan metode adisi standar. Sampel tanah dan udara ditimbang  $\pm 0,2$  gram kemudian ditambah 1 mL larutan standar BTX dengan konsentrasi tertentu kemudian dihomogenkan dengan menggunakan *shaker*, setelah itu diinjeksikan ke dalam kromatografi gas sebanyak 1  $\mu\text{L}$ . Kemudian dilakukan pengulangan sebanyak 7 kali. Nilai uji akurasi didapatkan dari nilai % *recovery* yang diperoleh dengan menghitung konsentrasi BTX adisi yang terdeteksi dari hasil kromatogram dan dibandingkan dengan konsentrasi BTX adisi yang sebenarnya.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Analisis Kualitatif Senyawa BTX dengan Kromatografi Gas

Analisis kualitatif senyawa BTX secara kromatografi gas dilakukan untuk menentukan kualitas pemisahan senyawa BTX dalam kolom fasa diam dengan menentukan besaran dasar kromatografik seperti waktu retensi ( $t_r$ ), faktor kapasitas ( $k'$ ) dan selektifitas ( $\alpha$ ). Profil kromatogram pemisahan senyawa BTX dapat dilihat pada Gambar 1.



**Gambar 1.** Profil kromatogram pemisahan senyawa BTX dengan metode Kromatografi Gas

**Comment [a3]:** •Lod dan LoQ instrumen, jadi bukan LoD dan LoQ analisis.

**Comment [a4]:** Mohon dijelaskan untuk penimbangan sampel udara dan bagaimana cara penambahan BTX. BTX dalam fasa cari atau gas.

**Comment [a5]:** Kromatogram tidak jelas

Dari hasil pengukuran diperoleh waktu retensi mati ( $t_0$ ) sebesar 2,844 menit. Selanjutnya ditentukan nilai faktor kapasitas ( $k'$ ) dan selektifitas ( $\alpha$ ) senyawa BTX, seperti dapat dilihat pada Tabel 1.

**Tabel 1.** Pengukuran Parameter Besaran Dasar Kromatografik Pemisahan Senyawa Benzena, Toluena dan Xilena menggunakan Kromatografi Gas

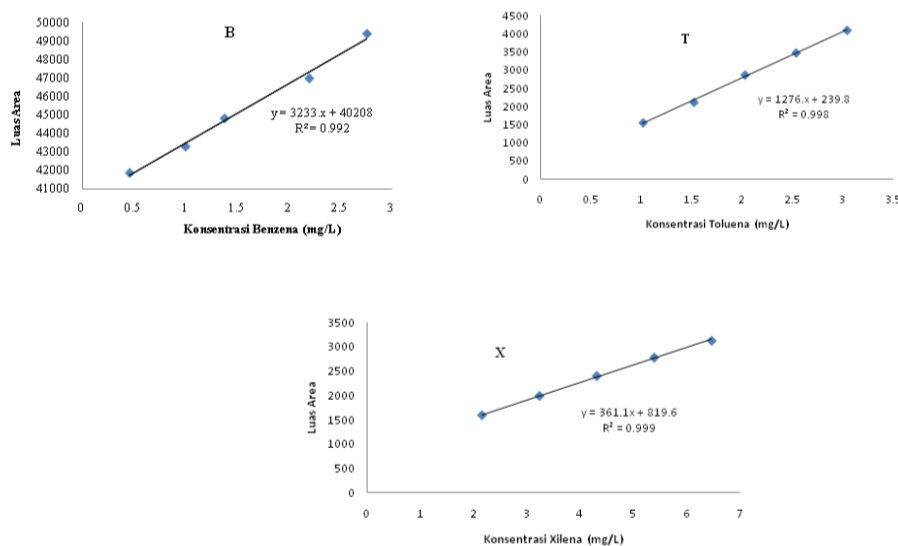
Nama senyawa	Waktu retensi ( $t_r$ ) menit	Kapasitas ( $k'$ )	Faktor selektifitas ( $\alpha$ )	
			Benzena-Toluena	Toluena-Xilena
Benzena	3,538 ± 0,012	0,2288	3,7587	1,7678
Toluena	5,317 ± 0,062	0,8600		
Xilena	7,256 ± 0,025	1,5203		

Hasil pengujian menunjukkan puncak senyawa benzene berdekatan dengan puncak pelarut CS<sub>2</sub> ditunjukkan dari nilai  $k'$  sebesar 0,2288. Faktor kapasitas ( $k'$ ) merepresentasikan perbandingan distribusi jumlah analit pada fasa diam dan fasa gerak. Nilai  $k'$  yang baik antara 1-10 (Raeni dkk., 2018). Hal ini dapat dilihat pada nilai  $k'$  senyawa toluene dan xilena berturut-turut sebesar 0,86 dan 1,5203, menunjukkan senyawa tersebut sudah terpisah dengan baik. Hasil ini didukung besaran selektifitas dari pemisahan puncak kromatogram senyawa benzene-toluena sebesar 3,7587 dan senyawa toluene-xilena sebesar 1,7678, menunjukkan kualitas pemisahan senyawa BTX telah terpisah dengan baik. Selektifitas ( $\alpha$ ) merupakan kemampuan fasa diam untuk mengikat analit, nilai ini dipengaruhi oleh sifat fasa diam dan relatif konstan pada berbagai komposisi fasa gerak. Semakin besar nilai selektifitas berarti makin baik puncak-puncak kromatogram senyawa tersebut terpisah (Panggabean *et al.*, 2009).

**Comment [a6]:** Angka penting yang digunakan didasarkan pada nilai apa saja.

### Linearitas

Dalam penelitian ini, kurva kalibrasi dibuat dengan cara memplotkan hasil pengukuran luas area dari larutan seri standar senyawa BTX dengan konsentrasi larutan yang dibuat bervariasi. Tujuannya adalah untuk memperoleh suatu persamaan garis linear (linearitas). Linearitas adalah kemampuan untuk menunjukkan bahwa nilai hasil uji langsung atau diolah secara matematika, sebanding dengan konsentrasi analit pada batas rentang konsentrasi tertentu (Harmita, 2004). Uji linearitas dinyatakan sebagai koefisien korelasi ( $r$ ). Hasil pengukuran dapat dilihat pada Gambar 2.



**Gambar 2.** Pembuatan Kurva Kalibrasi Senyawa B (Benzene), T (Toluene), X (Xilena) dengan Metode Kromatografi Gas

Berdasarkan Gambar 2. dapat diketahui persamaan garis linear masing-masing senyawa benzene, toluena dan xilena adalah  $y = 3233x + 40208$ ;  $y = 1276x + 239,8$ ;  $y = 361,1x + 819,6$  dengan masing-masing nilai regresi  $R^2 = 0,992$  dan  $r = 0,995$ ;  $R^2 = 0,998$  dan  $r = 0,9989$ ;  $R^2 = 0,999$  dan  $r = 0,9994$ . Persyaratan yang memenuhi kriteria untuk koefisien korelasi ialah sebesar  $r \geq 0,990$  (Panggabean *et al.*, 2014). Nilai  $r$  yang didapatkan menyatakan bahwa hasil data linieritas dinyatakan valid dan terdapat korelasi yang sangat kuat antara konsentrasi dan luas area.

**Comment [a7]:** Rujukan dari metode/kesepakatan/standar yang sudah diakui.

### LOD dan LOQ

Limit deteksi menyatakan konsentrasi atau massa minimum terkecil yang masih dapat terdeteksi oleh suatu metode analisis dengan tingkat kepercayaan yang tinggi. Dengan mengetahui limit deteksi



dapat diperkirakan jumlah konsentrasi sampel minimum yang dibutuhkan dalam suatu proses analisis (Panggabean *et al.*, 2018). Dalam penelitian ini, uji limit deteksi (LOD) dan limit kuantisasi (LOQ) dilakukan secara statistik menggunakan kurva standar BTX yang telah diperoleh pada uji linearitas sebelumnya.

Penentuan LOD dan LOQ dapat ditentukan dengan kurva kalibrasi (Miller dan Miller, 2005). Hasil pengukuran untuk LOD masing-masing senyawa benzena, toluena dan xilena adalah 0,0220 mg/L, 0,5879 mg/L, 0,0814 mg/L dan LOQ untuk masing-masing senyawa benzena, toluena dan xilena adalah 0,0732 mg/L, 1,997 mg/L dan 0,2712 mg/L. Nilai ini menunjukkan konsentrasi analit terendah dan kuantitas terkecil yang dapat ditetapkan oleh suatu metode dengan diaplikasikan secara lengkap pada metode yang digunakan dengan kondisi yang disepakati di laboratorium uji. Sehingga dapat disimpulkan bahwa nilai LOD dan LOQ dapat diterima dan dinyatakan **valid**.

**Comment [a8]:** Disebutkan sebagai LoD dan LoQ instrumen

### Uji Presisi

Untuk menentukan ketelitian (presisi) dari penentuan senyawa BTX dengan metode kromatografi gas, dinyatakan sebagai persentase koefisien variansi (% CV). Hasil presisi dinyatakan baik apabila nilai % CV  $\leq$  2/3 CV Horwitz (Harmita, 2004). Dalam penelitian ini, untuk uji presisi digunakan sampel dari udara yang diukur berulang kali (n=7) dengan kondisi pengukuran yang sama.

Hasil pengukuran presisi menunjukkan bahwa % CV untuk senyawa benzene adalah 4,2329 %, toluene adalah 5,1955 % dan xylene adalah 4,1822 %. Untuk penentuan persentase koefisien variansi Horwitz (CV Horwitz) diperoleh hasil pengukuran untuk senyawa benzene adalah 15,6801 %, toluene adalah 15,7532 % dan xylene adalah 15,7577 %. Setelah dilakukan perhitungan secara statistik, hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa pada penentuan presisi dari masing-masing senyawa BTX pada penelitian ini memiliki hasil % CV  $\leq$  2/3 CV Horwitz, sehingga dapat disimpulkan bahwa data yang diperoleh memiliki nilai presisi yang baik dan data dapat dinyatakan **valid**.

**Comment [a9]:** Nilai Horwitz yang diperoleh ditunjukkan.

### Uji Akurasi

Akurasi menyatakan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Akurasi dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*recovery*) analit yang ditambahkan (Riyanto, 2014). Pada uji akurasi ini dilakukan dengan pengukuran sampel tanah dan udara yang telah ditambahkan standar BTX masing-masing sebanyak 1 mL kemudian dilakukan sebanyak 7 kali pembacaan sampel menggunakan Kromatografi Gas. Hasil pengukuran dapat dilihat pada Tabel 2 dan 3.

**Tabel 2.** Penentuan Senyawa BTX dalam Sampel Udara

Benzena				Toluena				Xilena			
[terukur]	[adisi]	[Found]	% Rec	[terukur]	[adisi]	[Found]	% Rec	[terukur]	[adisi]	[Found]	% Rec
0.758	0.4599	1.263	109.81	0.851	0.5067	1.395	107.36	1.045	1.0764	2.132	100.98
0.966	0.9198	1.901	101.65	1.100	1.0134	2.194	107.95	1.043	2.1528	2.989	90.39
0.918	1.3797	2.327	102.12	0.872	1.5201	2.368	98.41	1.210	3.2292	4.273	94.85
0.643	1.8396	2.445	97.96	0.866	2.0268	2.775	94.19	1.073	4.3056	5.521	103.30
0.879	2.2995	2.986	91.63	0.734	2.5335	3.268	100.02	1.185	5.3820	6.757	103.53
0.773	2.7594	3.610	102.81	0.882	3.0402	4.143	107.26	1.172	6.4584	7.308	95.01
0.595	3.2193	4.003	105.86	0.937	3.5469	4.46	99.33	1.065	7.5348	8.734	101.78
<b>Average</b>			<b>101.69</b>	<b>Average</b>			<b>102.08</b>	<b>Average</b>			<b>98.55</b>
<b>STDEV</b>			<b>5.77</b>	<b>STDEV</b>			<b>5.43</b>	<b>STDEV</b>			<b>5.11</b>

**Comment [a10]:** Bahasa Indonesia

Dari Tabel 2. diperoleh % *recovery* masing-masing senyawa benzena, toluena dan xilena untuk sampel udara sebesar 101,69 $\pm$ 5,77%; 102,08 $\pm$ 5,43%; 98,55 $\pm$ 5,11%.

**Tabel 3.** Penentuan Senyawa BTX dalam Sampel Tanah

Benzena				Toluena				Xilena			
[terukur]	[Spike]	[adisi]	% Rec	[terukur]	[adisi]	[Found]	% Rec	[terukur]	[adisi]	[Found]	% Rec
0.007	0.4599	0.489	104.81	0.065	0.5067	0.629	111.31	0.656	1.0764	1.811	107.30
0.007	0.9198	1.003	108.28	0.067	1.0134	0.984	90.49	0.658	2.1528	2.940	106.00
0.006	1.3797	1.361	98.21	0.067	1.5201	1.518	95.45	0.751	3.2292	4.089	103.37
0.007	1.8396	1.910	103.45	0.075	2.0268	2.273	108.45	0.666	4.3056	5.152	104.19
0.012	2.2995	2.472	106.98	0.100	2.5335	2.79	106.18	0.538	5.3820	5.920	100.00
0.005	2.7594	2.788	100.86	0.062	3.0402	3.099	99.89	0.846	6.4584	7.147	97.56
0.006	3.2193	3.086	95.67	0.065	3.5469	3.604	99.78	0.734	7.5348	8.012	96.59
<b>Average</b>			<b>102.61</b>	<b>Average</b>			<b>101.65</b>	<b>Average</b>			<b>102.15</b>
<b>STDEV</b>			<b>4.61</b>	<b>STDEV</b>			<b>7.41</b>	<b>STDEV</b>			<b>4.15</b>

Untuk sampel tanah (Tabel 3.) diperoleh % *recovery* masing-masing senyawa benzena, toluena dan xilena sebesar 102,61±4,61%; 101,65±7,41%; 102,15±4,15%. Hasil akurasi dinyatakan baik apabila diperoleh nilai dengan rentang 95 – 105 % (Panggabean *et al.*, 2018). Maka pada penelitian ini hasil uji akurasi masih masuk dalam rentang yang ditetapkan, sehingga data dapat dinyatakan valid.

Comment [a11]: r

Comment [a12R11]: ujukan standar

#### KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan serta hasil data yang diperoleh dapat dinyatakan bahwa metode analisis dalam penentuan benzena, toluena dan xilena pada sampel udara dan tanah menggunakan kromatografi gas, menunjukkan semua data yang diperoleh memenuhi syarat keberterimaan dengan parameter uji yang dilakukan, sehingga data dinyatakan valid dan dapat digunakan untuk analisa rutin.

#### UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih kepada Pimpinan dan Staf Balai Keselamatan dan Kesehatan Kerja Samarinda, Kalimantan Timur untuk fasilitas laboratorium dan sampel yang disediakan dalam pelaksanaan penelitian ini.

#### DAFTAR PUSTAKA

- Bahrami, A., Mahjub, H., Sadeghian, M., Golbabaie, F. 2011 Determination of Benzene, Toluene and Xylene (BTX) Concentrations in Air Using HPLC Developed Method Compared to Gas Chromatography. *International Journal Of Occupational Hygiene*, 3(1), 12-17.
- Campos-Candel, A., Liobat-Estelles, M., Mauri-Aucejo, A. 2009. Comparative Evaluation of Liquid Chromatography Versus Gas Chromatography Using a Beta-cyclodextrin Stationary Phase for the Determination of BTX in Occupational Environments. *Talanta*, 78(4), 1286-1292.
- González, A.G. and Herrador, M.A. 2007. A practical Guide to Analytical Method Validation, Including Measurement Uncertainty and Accuracy Profiles. *Trends in Analytical Chemistry*, 26, 227-238.
- Handoyo, E., dan Wispriyono, B. 2016. Risiko Kesehatan Pajanan Benzena, Toluena, dan Xilena Petugas Pintu Tol. *Jurnal Kesehatan Masyarakat*, 11(2), 188-194.
- Harmita, 2004. Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan cara Perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian*. 1(3), 117-135.
- Indrawan, D dan Oginawati, K. 2014. Analisis Paparan BTX terhadap Pekerja di PT. Pertamina RU IV Cilacap. *Jurnal Teknik Lingkungan*, 20(2), 132-141.
- Krumholz H.M., Chen J, Wang Y., Radford M.J, Chen Y.T. and Marciniak, T.A. 1999. Comparing AMI Mortality Among Hospitals in Patients 65 years of Age and Older: Evaluating Methods of Risk Adjustment. *Circulation*. 99(23), 2986–2992.
- Miller, J.N. and Miller J.C. 2005. Statistics and Chemometrics for Analytical Chemistry. 5<sup>th</sup> Edition. Pearson Education Limited, England.
- Moskovkina, M.N and Milina, R.S. 2008. Environmental Organic Pollutants Analysis. *Eurasian Journal of Analytical Chemistry*. 3(1), 123-133.
- Panggabean, A.S., Amran, M.B., Buchari, and Achmad, S. 2009. Speciation of Organotin Compounds with Ion Pair-Reversed Phase Chromatography Technique. *Eurasian Journal of Analytical Chemistry*, 4(2), 215-225.
- Panggabean, A.S., Pasaribu, S., Bohari and Nurhasanah. 2014. Preconcentration of Chromium (VI) at Trace Levels Using Acid Alumina Resin With Column Method, *Indonesian Journal of Chemistry*., 14(1), 51–56.
- Panggabean, A.S, Pasaribu, S. P, and 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.

- Raeni, S.F., Haresmawati, U., Mulyasuryani, A., dan Sabarudin, A. 2018. Evaluasi Pemisahan Alkilbenzena Menggunakan Kolom Monolith Berbasis Polimer Organik secara Kromatografi Cair Kinerja Tinggi. *Alchemy Jurnal Penelitian Kimia*, 14(1), 37-50.
- Riyanto. 2014. Validasi dan Verifikasi Metode Uji. Yogyakarta: Penerbit Deepublish.
- Safitri, H.I., Ryanitha, F.A., dan Aryanti, F. 2014. Teknologi Ultrafiltrasi Untuk Pengolahan Air Terproduksi (*Produced Water*). *Jurnal Teknologi Kimia dan Industri*, 2(4), 205-211.
- Smith, M.T. 2010. Advances in Understanding Benzene Health Effects and Susceptibility. *Annual Review of Public Health*, 31, 133-148.
- 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 Jurnal Penelitian Kimia*, 5(2), 31–37.
- White, A.J., Teitelbaum, S.L., Stellman, S.D., Beyea, J., Steck, S.E., Mordukhovich, I., McCarty, K.M., Ahn, J., Rossner, P., Santella, R.M., and Gammon, M.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(108), 1-12.
- Yamada, E., Hosokawa, Y., Furuya, Y., Matsushita, K., Fusu, Y. 2004. Simple Analysis of Volatile Organic Compounds (VOCs) in the atmosphere Using Passive Samplers. *Analytical Sciences*. 20, 107-112.

## Validasi Metode Penentuan Benzena, Toluena dan Xilena Pada Sampel Udara dan Tanah Dengan Menggunakan Kromatografi Gas

Aman Sentosa Panggabean\*, Tika Widyastuti, Noor Hindryawati

Program Studi Kimia, FMIPA, Universitas Mulawarman Jl. Barong Tongkok Kampus Gn. Kelua, Samarinda, 75119

\*email: [amanspanqqabean@yahoo.com](mailto:amanspanqqabean@yahoo.com)

DOI :

Received..., Accepted, Published

### ABSTRAK

Penelitian tentang validasi metode penentuan benzena, toluena dan xilena pada sampel udara dan tanah dengan menggunakan kromatografi gas telah dilakukan. Untuk mendapatkan hasil pengukuran yang valid, telah ditentukan beberapa parameter penting yang berpengaruh dalam validasi metode. Beberapa parameter penting yang dilakukan adalah penentuan besaran dasar kromatografik yang meliputi: waktu retensi, kapasitas ( $k'$ ), faktor selektivitas ( $\alpha$ ) dan kinerja analitik yang meliputi: penentuan linearitas ( $r$ ), limit deteksi (LOD), limit kuantitasi (LOQ), presisi dan akurasi. Hasil penelitian penentuan kinerja analitik sangat baik ditunjukkan oleh nilai presisi sebagai %RSD < 2/3 nilai KV Horwitz, LOD untuk masing-masing senyawa benzena, toluena dan xilena adalah 0,0220 mg/L, 0,5879 mg/L, 0,0814 mg/L dan LOQ untuk masing-masing senyawa benzena, toluena dan xilena adalah 0,0732 mg/L, 1,997 mg/L dan 0,2712 mg/L. Akurasi metode ini sangat baik ditunjukkan dengan nilai presentase perolehan kembali untuk masing-masing senyawa benzena, toluena dan xilena sebesar 101,69±5,77%, 102,08±5,43% dan 98,55±5,11%. Berdasarkan hasil penelitian ini, metode Kromatografi gas dapat digunakan dalam penentuan benzena, toluena dan xilena pada sampel udara dan tanah dengan memberikan hasil yang valid.

**Kata kunci:** Validasi, Benzena, Toluena, Xilena, Kromatografi Gas.

**Comment [MOU13]:** Tidak ada data untuk sampel tanah

### ABSTRACT

**Validation Method On The Determination Of Benzene, Toluene And Xylene In Air And Soil Samples Using Gas Chromatography.** The research about the validation method on the determination of benzene, toluene and xylene in air and soil samples using gas chromatography has been done. To obtain a valid measurement results, some important parameters influential for validation of method has been measured. Some important parameters that are carried out are the determination of the basic chromatographic such as: retention time, capacity factor ( $k'$ ), selectivity ( $\alpha$ ) and analytical performance measurement includes: the determination of linearity ( $r$ ), limit of detection (LOD), limit of quantitation (LOQ), precision and accuracy. The result of analytical performance of this research is good, shown the value of precision was %RSD < 2/3 CV Horwitz value, LOD for benzene, toluene and xylene compound was 0.0220 mg/L, 0.5879 mg/L, 0.0814 mg/L respectively and LOQ for benzene, toluene and xylene compounds was 0.0732 mg/L, 1.9970 mg/L and 0.2712 mg/L respectively. Accuration of this method is good, shown with a percentage of recovery value of benzene, toluene and xylene was 101.69±5.77%, 102.08±5.43% and 98.55±5.11% respectively. Based on the results of this research, the method can be used for determination of benzene, toluene and xylene using gas chromatography in air and soil samples with valid results.

**Keywords:** Validation, Benzene, Toluene, Xylene, Gas Chromatography.

**Comment [MOU14]:** Pemilihan kata dan grammar perlu diperbaiki

**Comment [MOU15]:** Grammar harus setara

### PENDAHULUAN

Perkembangan industri pada beberapa dekade terakhir ini berkembang dengan pesat, karena sangat berpengaruh dengan tingkat kebutuhan dan kehidupan manusia. Salah satu industri tersebut adalah industri petrokimia. Beberapa bahan yang dihasilkan dari industri petrokimia ialah karet, nilon, lem, pipa, plastik, obat-obatan, LPG, rafinat dan masih banyak benda lainnya. Macam-macam benda tersebut ialah produk yang dihasilkan dari minyak bumi ataupun gas alam. Dari proses industri petrokimia ini dihasilkan senyawa kimia yang sering terdeteksi seperti  $H_2S$ ,  $NH_3$ , metil etil keton (MEK), klorin, merkuri, dan benzena toluena xilena (BTX) (Indrawan dan Oginawati, 2014). Senyawa BTX telah menjadi fokus dari beberapa studi tentang biomeridasi dan biodegradasi (Krumholz *et al.*, 1999). Safitri dkk. (2013) telah menggunakan teknologi ultrafiltrasi untuk pengolahan alir limbah eksploitasi minyak bumi (*produced water*).

Senyawa BTX 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 *et al.*, 2014), dan dapat menyebabkan leukemia sampai kanker pada sistem hematologi manusia (Smith, 2010). Walaupun toluena dan xilena bukan merupakan senyawa karsinogenik namun harus ada pada level rendah pada lingkungan karena sifat toksiknya.

Gejala-gejala yang umum terjadi apabila seseorang terkontaminasi senyawa BTX 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 (Handoyo dan Wispriyono, 2016).

Senyawa BTX merupakan senyawa yang biasa terdapat pada tanah dan air tanah yang tercemar oleh bensin atau produk minyak bumi lainnya (Moskovkina and Milina, 2008). Lingkungan stasiun pengisian bahan bakar umum (SPBU) merupakan lingkungan yang berpotensi tercemar oleh bensin ataupun produk minyak bumi yang lain. Secara tidak langsung adanya tumpahan-tumpahan bensin atau produk minyak bumi lainnya akan ada yang mengalami biodegradasi oleh mikroba-mikroba dan ada pula yang menguap. Sebagian dari polutan hidrokarbon yang masuk ke dalam tanah akan mencemari tanah tersebut. Produk-produk minyak bumi ini mengandung senyawa-senyawa hidrokarbon diantaranya ialah BTX (Safitri dkk., 2013), sehingga harus dilakukan analisis khusus untuk mengetahui keberadaan senyawa hidrokarbon tersebut.

Teknik analisis yang umum dilakukan untuk menentukan senyawa BTX adalah kromatografi terutama kromatografi gas dengan *flame ionization detector* (FID) (Yamada *et al.*, 2004), dan detektor *mass spectroscopy* (MS) (Bahrami *et al.*, 2011). Senyawa BTX dilaporkan dapat dianalisis dengan HPLC menggunakan detektor fluoresensi, fasa diamnya adalah  $\beta$ -siklodekstrin dan sampel dipreparasi dengan cara ekstraksi cair menggunakan pelarut metilen klorida dan etil asetat (Campos-Candel *et al.*, 2009). Kromatografi gas memiliki kelebihan penting dibandingkan metode yang lainnya. Kromatografi gas mampu dengan cepat menganalisis senyawa BTX dalam matriks sampel yang kompleks dan dapat melakukan analisis kualitatif dan kuantitatif yang tepat dari berbagai komponen secara cepat (González dan Herrador, 2007).

Untuk mengetahui suatu metode analisis dapat digunakan sebagai analisis rutin, dengan hasil yang dapat dipertanggungjawabkan dengan baik, dengan tingkat ketelitian dan ketepatan yang tinggi, perlu dilakukan suatu tahapan validasi metode (Taufik 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). Kinerja kromatografi gas dalam analisis senyawa BTX pada sampel tanah dan udara belum ditentukan pada Laboratorium Balai Keselamatan dan Kesehatan Kerja Samarinda. Pendekatan yang dilakukan adalah melakukan penentuan linearitas, batas deteksi dan batas kuantifikasi, uji presisi dan akurasi metode. Jika parameter-parameter tersebut telah memenuhi syarat validasi maka metode yang digunakan dapat dipertanggung jawabkan sehingga dapat digunakan sebagai analisis rutin dalam penentuan senyawa BTX dalam berbagai sampel.

## METODE PENELITIAN

### Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah: Kromatografi Gas-FID (GC-2010 *Shimadzu*) dengan kolom kapiler *fused silica* (30 m x 0,32 mm ID; 1  $\mu$ m film 100% PEG or *equivalent*), seperangkat unit komputer, neraca analitik, pipet gondok, karet penghisap, labu ukur, pipet volume, *syringe*, botol *vial*, *charcoal tube* dan corong pisah.

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah: karbon disulfida ( $CS_2$ ), gas pembawa Helium, larutan standar benzena, toluena dan xilena (E'Merck), sampel udara dan tanah.

### Pengondisian Alat

Dilakukan optimasi terhadap kondisi instrumen dengan mengatur suhu awal kolom 50 °C dilanjutkan kenaikan 10 °C/ menit selama 10 menit, suhu injektor 225 °C, suhu detektor 225 °C dan kecepatan aliran gas pembawa 16,7 mL/menit.

### Pembuatan Larutan Standar Benzena, Toluena dan Xilena

Dipipet masing-masing larutan benzena, toluena dan xilena, dan dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL dan ditimbang beratnya saat penambahan larutan hingga diperoleh beratnya  $\pm 0,05$  gr. Kemudian ditambahkan dengan larutan  $CS_2$  (Karbon disulfida) hingga tanda tera (masing-masing larutan standar ini konsentrasinya 1000 mg/L). Setelah itu larutan induk BTX diencerkan menjadi 10 mg/L dengan cara dipipet 0,5 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL lalu diencerkan dengan larutan  $CS_2$  hingga tanda tera kemudian dihomogenkan (Yamada *et al.*, 2004). Untuk pekerjaan selanjutnya, masing-masing larutan seri standar BTX diencerkan dari larutan standar 10 mg/L.

### Persiapan Blanko

Larutan Karbon disulfida ( $CS_2$ ) sebanyak 1 mL dipipet lalu dimasukkan ke dalam botol *vial* kemudian didiamkan selama 30 menit. Setelah itu diambil 1  $\mu$ L menggunakan *syringe* dan diinjeksikan ke dalam kromatografi gas.

### Pengambilan Sampel Udara

*Personal sampling pump* (pompa pengisap udara), selang dan bahan silicon, *flowmeter* dan *charcoal tube* disiapkan kemudian dirakit peralatan tersebut. *Personal sampling pump* diaktifkan dan diatur laju aliran udara sehingga menunjukkan angka laju aliran udara 0,2 L/menit dengan menggunakan *flowmeter*. Setelah itu dimatikan *personal sampling pump* dan dilepaskan *flowmeter* dan diganti

**Comment [MOU16]:** Kalimat disusun dengan urutan S-P-O

**Comment [MOU17]:** Struktur kalimat: S-P-O

**Comment [MOU18]:** Kalimat tidak jelas. Apa yang mau ditimbang? Labu ukur atau sampel?

**Comment [MOU19]:** Kata sambung tidak digunakan di awal kalimat

**Comment [MOU20]:** Jelaskan seri konsentrasi larutan standar BTX

**Comment [MOU21]:** Sebaiknya dijelaskan lokasi pengambilan sampel (nama tempat dan koordinat) dan keterangan kondisi sekitar tempat sampling

charcoal tube dengan yang baru kemudian dipotong kedua ujung charcoal tube dengan pemotong kaca setelah itu dilakukan sampling selama 60 menit. Setelah selesai charcoal tube ditutup dengan penutupnya dan dibawa sampel ke laboratorium untuk dianalisis.

#### Pengambilan Sampel Tanah

Sampel tanah diambil secara acak, kemudian tanah dimasukkan ke dalam botol vial dan ditutup rapat. Setelah itu sampel dibawa ke laboratorium untuk dianalisis.

#### Uji Kualitatif Senyawa BTX dengan Kromatografi Gas

Uji kualitatif dilakukan dengan membuat masing-masing larutan benzena, toluena dan xilena dengan konsentrasi tertentu dan membuat larutan campuran benzena, toluena dan xilena kemudian diinjeksikan masing-masing larutan sebanyak 1 µL dan dilakukan 5 kali pengulangan. Setelah itu ditentukan waktu retensi yang diperoleh pada kromatogram dan dihitung nilai faktor kapasitas (k') dan selektivitasnya (α).

#### Uji Linearitas

Pengujian linearitas untuk penentuan senyawa BTX pada sampel udara dan tanah dilakukan dengan mengukur luas area larutan seri standar BTX campuran pada berbagai variasi konsentrasi. Berdasarkan data yang didapatkan lalu dibuat kurva larutan seri standar -vs- luas area hasil pengukuran dan dihitung nilai koefisien korelasi (r).

#### Uji LOD (Limit of Detection)

Pada uji LOD dilakukan secara statistik melalui garis regresi linier dari kurva kalibrasi, dimana respon instrumen y berhubungan linier dengan konsentrasi x. Besar limit deteksi pada umumnya dinyatakan dalam  $3Sa/b$ , dimana b ialah slope dan SD ialah standar deviasi.

$$LoD = 3 \times SD/b \quad 1)$$

#### Uji LOQ (Limit of Quantity)

Pada uji LOD dilakukan secara statistik melalui garis regresi linier dari kurva kalibrasi, dimana respon instrumen y berhubungan linier dengan konsentrasi x. besar limit deteksi pada umumnya dinyatakan dalam  $10Sa/b$ , dimana b ialah slope dan SD ialah standar deviasi.

$$LoQ = 10 \times SD/b \quad 2)$$

#### Uji Presisi

Pada uji presisi ini dilakukan dengan cara menentukan luas area kromatogram senyawa BTX dari sampel udara. Penetapan kadar BTX pada sampel udara dilakukan sebanyak 7 kali pengulangan. Dari hasil pengukuran yang diperoleh dihitung rata-rata konsentrasi BTX dalam sampel, standar deviasi dan % KV.

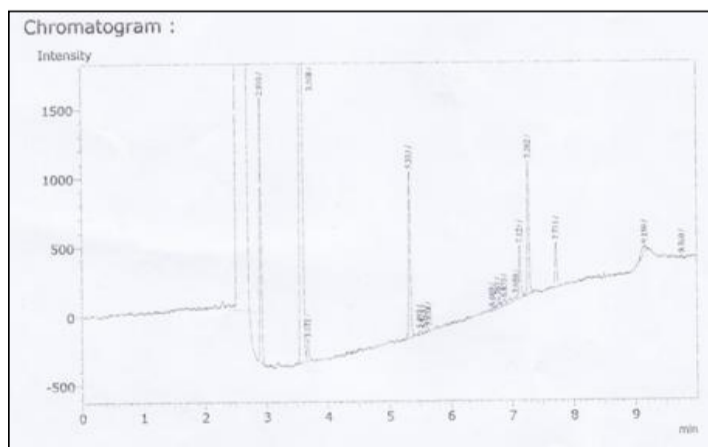
#### Uji Akurasi

Pada uji akurasi dilakukan dengan metode adisi standar. Sampel tanah dan udara ditimbang ± 0,2 gram kemudian ditambah 1 mL larutan standar BTX dengan konsentrasi tertentu kemudian dihomogenkan dengan menggunakan shaker, setelah itu diinjeksikan ke dalam kromatografi gas sebanyak 1 µL. Kemudian dilakukan pengulangan sebanyak 7 kali. Nilai uji akurasi didapatkan dari nilai % recovery yang diperoleh dengan menghitung konsentrasi BTX adisi yang terdeteksi dari hasil kromatogram dan dibandingkan dengan konsentrasi BTX adisi yang sebenarnya.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Analisis Kualitatif Senyawa BTX dengan Kromatografi Gas

Analisis kualitatif senyawa BTX secara kromatografi gas dilakukan untuk menentukan kualitas pemisahan senyawa BTX dalam kolom fasa diam dengan menentukan besaran dasar kromatografik seperti waktu retensi (t<sub>r</sub>), faktor kapasitas (k') dan selektivitas (α). Profil kromatogram pemisahan senyawa BTX dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Profil kromatogram pemisahan senyawa BTX dengan metode Kromatografi Gas

Comment [MOU22]: Sebaiknya dijelaskan lokasi pengambilan sampel (nama tempat dan koordinat) dan keterangan kondisi sekitar tempat sampling

Comment [MOU23]: Kata 'di mana' digunakan dalam kalimat tanya

Comment [MOU24]: Kata 'di mana' digunakan dalam kalimat tanya

Comment [MOU25]: Kata 'di mana' digunakan dalam kalimat tanya

Comment [MOU26]: Kata 'di mana' digunakan dalam kalimat tanya

Comment [MOU27]: Apakah Uji Presisi hanya dilakukan untuk sampel udara? Bagaimana dengan sampel tanah?

Comment [MOU28]: Penelitian sudah dilaksanakan, jadi perlu menuliskan konsentrasi larutan standar BTX yang ditambahkan.

Comment [MOU29]: Kata sambung tidak diletakkan di awal kalimat.

Comment [MOU30]: Gambar kromatogram tidak jelas, perlu memperbesar resolusi gambar.

Dari hasil pengukuran diperoleh waktu retensi mati ( $t_0$ ) sebesar 2,844 menit. Selanjutnya ditentukan nilai faktor kapasitas ( $k'$ ) dan selektifitas ( $\alpha$ ) senyawa BTX, seperti dapat dilihat pada Tabel 1.

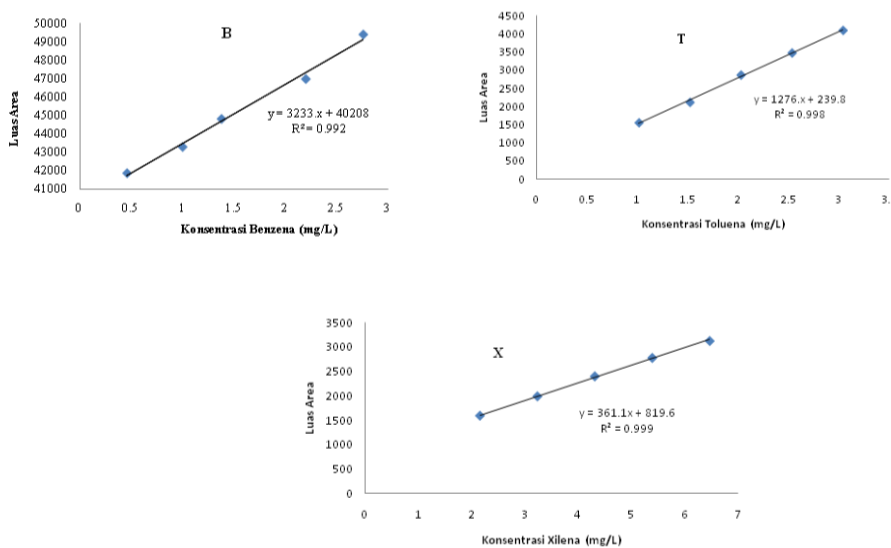
**Tabel 1.** Pengukuran Parameter Besaran Dasar Kromatografik Pemisahan Senyawa Benzena, Toluena dan Xilena menggunakan Kromatografi Gas

Nama senyawa	Waktu retensi ( $t_r$ ) menit	Kapasitas ( $K'$ )	Parameter	
			Faktor selektifitas ( $\alpha$ )	
			Benzena-Toluena	Toluena-Xilena
Benzena	3,538 ± 0,012	0,2288	3,7587	1,7678
Toluena	5,317 ± 0,062	0,8600		
Xilena	7,256 ± 0,025	1,5203		

Hasil pengujian menunjukkan puncak senyawa benzene berdekatan dengan puncak pelarut  $CS_2$  ditunjukkan dari nilai  $k'$  sebesar 0,2288. Faktor kapasitas ( $k'$ ) merepresentasikan perbandingan distribusi jumlah analit pada fasa diam dan fasa gerak. Nilai  $k'$  yang baik antara 1-10 (Raeni dkk., 2018). Hal ini dapat dilihat pada nilai  $k'$  senyawa toluene dan xilena berturut-turut sebesar 0,86 dan 1,5203, menunjukkan senyawa tersebut sudah terpisah dengan baik. Hasil ini didukung besaran selektifitas dari pemisahan puncak kromatogram senyawa benzene-toluena sebesar 3,7587 dan senyawa toluene-xilena sebesar 1,7678, menunjukkan kualitas pemisahan senyawa BTX telah terpisah dengan baik. Selektifitas ( $\alpha$ ) merupakan kemampuan fasa diam untuk mengikat analit, nilai ini dipengaruhi oleh sifat fasa diam dan relatif konstan pada berbagai komposisi fasa gerak. Semakin besar nilai selektifitas berarti makin baik puncak-puncak kromatogram senyawa tersebut terpisah (Panggabean *et al.*, 2009).

### Linearitas

Dalam penelitian ini, kurva kalibrasi dibuat dengan cara memplotkan hasil pengukuran luas area dari larutan seri standar senyawa BTX dengan konsentrasi larutan yang dibuat bervariasi. Tujuannya adalah untuk memperoleh suatu persamaan garis linear (linearitas). Linearitas adalah kemampuan untuk menunjukkan bahwa nilai hasil uji langsung atau diolah secara matematika, sebanding dengan konsentrasi analit pada batas rentang konsentrasi tertentu (Harmita, 2004). Uji linearitas dinyatakan sebagai koefisien korelasi ( $r$ ). Hasil pengukuran dapat dilihat pada Gambar 2.



**Gambar 2.** Pembuatan Kurva Kalibrasi Senyawa B (Benzena), T (Toluena), X (Xilena) dengan Metode Kromatografi Gas

Berdasarkan Gambar 2. dapat diketahui persamaan garis linear masing-masing senyawa benzene, toluena dan xilena adalah  $y = 3233x + 40208$ ;  $y = 1276x + 239,8$ ;  $y = 361,1x + 819,6$  dengan masing-masing nilai regresi  $R^2 = 0,992$  dan  $r = 0,995$ ;  $R^2 = 0,998$  dan  $r = 0,9989$ ;  $R^2 = 0,999$  dan  $r = 0,9994$ . Persyaratan yang memenuhi kriteria untuk koefisien korelasi ialah sebesar  $r \geq 0,990$  (Panggabean *et al.*, 2014). Nilai  $r$  yang didapatkan menyatakan bahwa hasil data linieritas dinyatakan valid dan terdapat korelasi yang sangat kuat antara konsentrasi dan luas area.

### LOD dan LOQ

Limit deteksi menyatakan konsentrasi atau massa minimum terkecil yang masih dapat terdeteksi oleh suatu metode analisis dengan tingkat kepercayaan yang tinggi. Dengan mengetahui limit deteksi

**Comment [MOU31]:** Bagaimana cara menentukan nilai factor kapasitas dan selektivitas?

**Comment [MOU32]:** Perlu ditambahkan hasil perhitungan factor selektivitas Benzene-Xilena

**Comment [MOU33]:** Gambar kurva kalibrasi tidak jelas.

**Comment [MOU34]:** Gunakan angka berarti yang sama

**Comment [MOU35]:** Lebih mudah dipahami jika ditampilkan dalam bentuk tabel

**Comment [MOU36]:** Sitasi dari pustaka primer (text book)

dapat diperkirakan jumlah konsentrasi sampel minimum yang dibutuhkan dalam suatu proses analisis (Panggabean *et al.*, 2018). Dalam penelitian ini, uji limit deteksi (LOD) dan limit kuantisasi (LOQ) dilakukan secara statistik menggunakan kurva standar BTX yang telah diperoleh pada uji linearitas sebelumnya.

**Comment [MOU37]:** Cantumkan pustaka primer (text book)

Penentuan LOD dan LOQ dapat ditentukan dengan kurva kalibrasi (Miller dan Miller, 2005). Hasil pengukuran untuk LOD masing-masing senyawa benzena, toluena dan xilena adalah 0,0220 mg/L, 0,5879 mg/L, 0,0814 mg/L dan LOQ untuk masing-masing senyawa benzena, toluena dan xilena adalah 0,0732 mg/L, 1,997 mg/L dan 0,2712 mg/L. Nilai ini menunjukkan konsentrasi analit terendah dan kuantitas terkecil yang dapat ditetapkan oleh suatu metode dengan diaplikasikan secara lengkap pada metode yang digunakan dengan kondisi yang disepakati di laboratorium uji. Sehingga dapat disimpulkan bahwa nilai LOD dan LOQ dapat diterima dan dinyatakan valid.

**Comment [MOU38]:** Lebih baik ditampilkan dalam bentuk tabel

**Comment [MOU39]:** Kata sambung tidak ditempatkan di awal kalimat

### Uji Presisi

Untuk menentukan ketelitian (presisi) dari penentuan senyawa BTX dengan metode kromatografi gas, dinyatakan sebagai persentase koefisien variansi (% CV). Hasil presisi dinyatakan baik apabila nilai % CV  $\leq$  2/3 CV Horwitz (Harmita, 2004). Dalam penelitian ini, untuk uji presisi digunakan sampel dari udara yang diukur berulang kali (n=7) dengan kondisi pengukuran yang sama.

**Comment [MOU40]:** Mengapa uji presisi tidak dilakukan untuk sampel tanah?

Hasil pengukuran presisi menunjukkan bahwa % CV untuk senyawa benzene adalah 4,2329 %, toluene adalah 5,1955 % dan xilena adalah 4,1822 %. Untuk penentuan persentase koefisien variansi Horwitz (CV Horwitz) diperoleh hasil pengukuran untuk senyawa benzene adalah 15,6801 %, toluene adalah 15,7532 % dan xilena adalah 15,7577 %. Setelah dilakukan perhitungan secara statistik, hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa pada penentuan presisi dari masing-masing senyawa BTX pada penelitian ini memiliki hasil % CV  $\leq$  2/3 CV Horwitz, sehingga dapat disimpulkan bahwa data yang diperoleh memiliki nilai presisi yang baik dan data dapat dinyatakan valid.

**Comment [MOU41]:** Cara perhitungan CV Horwitz perlu dicantumkan dalam Metodologi

### Uji Akurasi

Akurasi menyatakan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Akurasi dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*recovery*) analit yang ditambahkan (Riyanto, 2014). Pada uji akurasi ini dilakukan dengan pengukuran sampel tanah dan udara yang telah ditambahkan standar BTX masing-masing sebanyak 1 mL kemudian dilakukan sebanyak 7 kali pembacaan sampel menggunakan Kromatografi Gas. Hasil pengukuran dapat dilihat pada Tabel 2 dan 3.

**Tabel 2.** Penentuan Senyawa BTX dalam Sampel Udara

Benzena				Toluena				Xilena			
[terukur]	[adisi]	[Found]	% Rec	[terukur]	[adisi]	[Found]	% Rec	[terukur]	[adisi]	[Found]	% Rec
0.758	0.4599	1.263	109.81	0.851	0.5067	1.395	107.36	1.045	1.0764	2.132	100.98
0.966	0.9198	1.901	101.65	1.100	1.0134	2.194	107.95	1.043	2.1528	2.989	90.39
0.918	1.3797	2.327	102.12	0.872	1.5201	2.368	98.41	1.210	3.2292	4.273	94.85
0.643	1.8396	2.445	97.96	0.866	2.0268	2.775	94.19	1.073	4.3056	5.521	103.30
0.879	2.2995	2.986	91.63	0.734	2.5335	3.268	100.02	1.185	5.3820	6.757	103.53
0.773	2.7594	3.610	102.81	0.882	3.0402	4.143	107.26	1.172	6.4584	7.308	95.01
0.595	3.2193	4.003	105.86	0.937	3.5469	4.46	99.33	1.065	7.5348	8.734	101.78
<b>Average</b>			<b>101.69</b>	<b>102.08</b>			<b>98.55</b>				
<b>STDEV</b>			<b>5.77</b>	<b>5.43</b>			<b>5.11</b>				

**Comment [MOU42]:** Gunakan Bahasa Indonesia atau Bahasa asing dengan tulisan miring

**Comment [MOU43]:** Perhatikan angka berarti

Dari Tabel 2. diperoleh % *recovery* masing-masing senyawa benzena, toluena dan xilena untuk sampel udara sebesar 101,69 $\pm$ 5,77%; 102,08 $\pm$ 5,43%; 98,55 $\pm$ 5,11%.

**Tabel 3.** Penentuan Senyawa BTX dalam Sampel Tanah

Benzena				Toluena				Xilena			
[terukur]	[Spike]	[adisi]	% Rec	[terukur]	[adisi]	[Found]	% Rec	[terukur]	[adisi]	[Found]	% Rec
0.007	0.4599	0.489	104.81	0.065	0.5067	0.629	111.31	0.656	1.0764	1.811	107.30
0.007	0.9198	1.003	108.28	0.067	1.0134	0.984	90.49	0.658	2.1528	2.940	106.00
0.006	1.3797	1.361	98.21	0.067	1.5201	1.518	95.45	0.751	3.2292	4.089	103.37
0.007	1.8396	1.910	103.45	0.075	2.0268	2.273	108.45	0.666	4.3056	5.152	104.19
0.012	2.2995	2.472	106.98	0.100	2.5335	2.79	106.18	0.538	5.3820	5.920	100.00
0.005	2.7594	2.788	100.86	0.062	3.0402	3.099	99.89	0.846	6.4584	7.147	97.56
0.006	3.2193	3.086	95.67	0.065	3.5469	3.604	99.78	0.734	7.5348	8.012	96.59
<b>Average</b>			<b>102.61</b>	<b>101.65</b>			<b>102.15</b>				
<b>STDEV</b>			<b>4.61</b>	<b>7.41</b>			<b>4.15</b>				

**Comment [MOU44]:** Perhatikan angka berarti



Untuk sampel tanah (Tabel 3.) diperoleh % *recovery* masing-masing senyawa benzena, toluena dan xilena sebesar 102,61±4,61%; 101,65±7,41%; 102,15±4,15%. Hasil akurasi dinyatakan baik apabila diperoleh nilai dengan rentang 95 – 105 % (Panggabean *et al.*, 2018). Maka pada penelitian ini hasil uji akurasi masih masuk dalam rentang yang ditetapkan, sehingga data dapat dinyatakan valid.

**Comment [MOU45]:** Gunakan pustaka primer (text book) sebagai acuan.

## KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan serta hasil data yang diperoleh dapat dinyatakan bahwa metode analisis dalam penentuan benzena, toluena dan xilena pada sampel udara dan tanah menggunakan kromatografi gas, menunjukkan semua data yang diperoleh memenuhi syarat keberterimaan dengan parameter uji yang dilakukan, sehingga data dinyatakan valid dan dapat digunakan untuk analisa rutin.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih kepada Pimpinan dan Staf Balai Keselamatan dan Kesehatan Kerja Samarinda, Kalimantan Timur untuk fasilitas laboratorium dan sampel yang disediakan dalam pelaksanaan penelitian ini.

## DAFTAR PUSTAKA

- Bahrami, A., Mahjub, H., Sadeghian, M., Golbabaee, F. 2011 Determination of Benzene, Toluene and Xylene (BTX) Concentrations in Air Using HPLC Developed Method Compared to Gas Chromatography. *International Journal Of Occupational Hygiene*, 3(1), 12-17.
- Campos-Candel, A., Liobat-Estelles, M., Mauri-Aucejo, A. 2009. Comparative Evaluation of Liquid Chromatography Versus Gas Chromatography Using a Beta-cyclodextrin Stationary Phase for the Determination of BTX in Occupational Environments. *Talanta*, 78(4), 1286-1292.
- González, A.G. and Herrador, M.A. 2007. A practical Guide to Analytical Method Validation, Including Measurement Uncertainty and Accuracy Profiles. *Trends in Analytical Chemistry*, 26, 227-238.
- Handoyo, E., dan Wispriyono, B. 2016. Risiko Kesehatan Pajanan Benzena, Toluena, dan Xilena Petugas Pintu Tol. *Jurnal Kesehatan Masyarakat*, 11(2), 188-194.
- Harmita, 2004. Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan cara Perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian*. 1(3), 117-135.
- Indrawan, D dan Oginawati, K. 2014. Analisis Paparan BTX terhadap Pekerja di PT. Pertamina RU IV Cilacap. *Jurnal Teknik Lingkungan*, 20(2), 132-141.
- Krumholz H.M., Chen J, Wang Y., Radford M.J, Chen Y.T. and Marciniak, T.A. 1999. Comparing AMI Mortality Among Hospitals in Patients 65 years of Age and Older: Evaluating Methods of Risk Adjustment. *Circulation*. 99(23), 2986-2992.
- Miller, J.N. and Miller J.C. 2005. Statistics and Chemometrics for Analytical Chemistry. 5<sup>th</sup> Edition. Pearson Education Limited, England.
- Moskovkina, M.N and Milina, R.S. 2008. Environmental Organic Pollutants Analysis. *Eurasian Journal of Analytical Chemistry*. 3(1), 123-133.
- Panggabean, A.S., Amran, M.B., Buchari, and Achmad, S. 2009. Speciation of Organotin Compounds with Ion Pair-Reversed Phase Chromatography Technique. *Eurasian Journal of Analytical Chemistry*, 4(2), 215-225.
- Panggabean, A.S., Pasaribu, S., Bohari and Nurhasanah. 2014. Preconcentration of Chromium (VI) at Trace Levels Using Acid Alumina Resin With Column Method, *Indonesian Journal of Chemistry*., 14(1), 51-56.
- Panggabean, A.S, Pasaribu, S. P, and 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.
- Raeni, S.F., Haresmawati, U., Mulyasuryani, A., dan Sabarudin, A. 2018. Evaluasi Pemisahan Alkilbenzena Menggunakan Kolom Monolith Berbasis Polimer Organik secara Kromatografi Cair Kinerja Tinggi. *Alchemy Jurnal Penelitian Kimia*, 14(1), 37-50.
- Riyanto. 2014. Validasi dan Verifikasi Metode Uji. Yogyakarta: Penerbit Deepublish.

- Safitri, H.I., Ryanitha, F.A., dan Aryanti, F. 2014. Teknologi Ultrafiltrasi Untuk Pengolahan Air Terproduksi (*Produced Water*). *Jurnal Teknologi Kimia dan Industri*, 2(4), 205-211.
- Smith, M.T. 2010. Advances in Understanding Benzene Health Effects and Susceptibility. *Annual Review of Public Health*, 31, 133-148.
- 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 Jurnal Penelitian Kimia*, 5(2), 31–37.
- White, A.J., Teitelbaum, S.L., Stellman, S.D., Beyea, J., Steck, S.E., Mordukhovich, I., McCarty, K.M., Ahn, J., Rossner, P., Santella, R.M., and Gammon, M.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(108), 1-12.
- Yamada, E., Hosokawa, Y., Furuya, Y., Matsushita, K., Fusu, Y. 2004. Simple Analysis of Volatile Organic Compounds (VOCs) in the atmosphere Using Passive Samplers. *Analytical Sciences*. 20, 107-112.

## ALCHEMY

Jurnal Penelitian Kimia

Editorial office: Chemistry Department, Sebelas Maret University

Jl. Ir. Sutami 36 A Ketingan Surakarta 57126

Email: alchemyuns@yahoo.com; alchemy@mipa.uns.ac.id

### Detail Manuskrip:

Afiliasi Reviewer : Kimia, Universitas Udayana

ID Manuskrip : 225522-58576-2-RV

Tipe Manuskrip : original article

Keywords : Validasi, Benzena, Toluena, Xilena, Kromatografi Gas.

Tanggal masuk :

Judul Manuskrip : Validasi Metode Penentuan Benzena, Toluena dan Xilena Pada Sampel Udara dan Tanah Dengan Menggunakan Kromatografi Gas

Tgl masuk reviewer : -12-2018

Tgl dikembalikan reviewer : 10-01-2019

Penulis : Aman Sentosa Panggabean, Tika Widyastuti, Noor Hindryawati

### Rekomendasi Reviewer:

- Diterima
- Diterima dengan revisi minor
- Diterima dengan revisi mayor
- Ditolak

### Komentar tentang Manuskrip:

1. Dalam judul dinyatakan analisis untuk sampel udara dan tanah. Dalam pembahasan hanya ditampilkan kromatogram dan kurva kalibrasi untuk sampel udara.
2. Data hasil yang dituliskan dalam abstrak tidak dijelaskan, apakah untuk sampel udara atau tanah.
3. Cara perhitungan presisi, faktor selektivitas dan kapasitas tidak dicantumkan dalam Metodologi.
4. Lokasi pengambilan sampel (nama tempat dan koordinat) perlu dituliskan dalam Metodologi, sebagai acuan untuk penelitian selanjutnya.
5. Pustaka yang digunakan sebagai dasar untuk menyatakan suatu hasil pengukuran valid atau tidak hendaknya mengacu ke pustaka primer (text book).
6. Resolusi gambar (kromatogram dan kurva kalibrasi) perlu ditingkatkan.
7. Beberapa penggunaan bahasa Indonesia perlu diperbaiki.