

**SENSOR OPTIK AMONIA BERBASIS SILIKA NANOMATERIAL
DAN ION NIKEL(II)**

SKRIPSI

*Diajukan kepada Tim Penguji Skripsi Jurusan Kimia
sebagai Salah Satu Syarat untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains*



OSHA ANDINI

14036029/2014

**PROGRAM STUDI KIMIA
JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI PADANG
2018**

PERSETUJUAN SKRIPSI

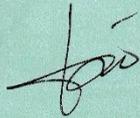
SENSOR OPTIK AMONIA BERBASIS SILIKA
NANOMATERIAL DAN ION NIKEL (II)

Nama : Osha Andini
NIM : 14036029
Program Studi : Kimia
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, 20 Juli 2018

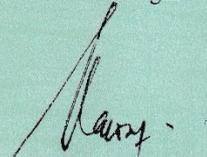
Disetujui oleh

Pembimbing I



Alizar, S.Pd, M.Sc, Ph.D
NIP. 19700902 199801 1 002

Pembimbing II



Dr. Mawardi, M.Si
NIP. 19611123 198903 1 002

HALAMAN PENGESAHAN LULUS UJIAN SKRIPSI

Dinyatakan lulus setelah dipertahankan didepan Tim Penguji Skripsi

Program Studi Kimia

Jurusan Kimia

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Negeri Padang

Judul : **SENSOR OPTIK AMONIA BERBASIS SILIKA
NANOMATERIAL DAN ION NIKEL (II)**

Nama : Osha Andini

NIM : 14036029

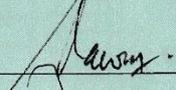
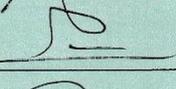
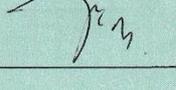
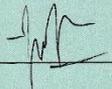
Program Studi : Kimia

Jurusan : Kimia

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, Agustus 2018

Tim penguji

	Nama	Tanda Tangan
1. Ketua	: Alizar, S.Pd, M.Sc, Ph.D	1. 
2. Sekretaris	: Dr. Mawardi, M.Si	2. 
3. Anggota	: Prof. Ali Amran, M.Pd, M.A, Ph.D	3. 
4. Anggota	: Budhi Oktavia, S.Si, M.Si, Ph.D	4. 
5. Anggota	: Sherly Kasuma W.N, S.Si, M.Si	5. 

SURAT PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Osha Andini
TM/NIM : 14036029/2014
Tempat/Tanggal Lahir : Ampang Kuranji / 20 November 1996
Program Studi : Kimia
Jurusan : Kimia
Fakultas : MIPA
Alamat : Jalan Ampang Kuranji Kec. Kotobaru, Dharmasraya
No.HP/Telepon : 081378372203
Judul Skripsi : Sensor Optik Amonia Berbasis Silika Nanomaterial dan Ion Nikel (II)

Dengan ini saya menyatakan bahwa :

1. Karya tulis/ skripsi ini adalah hasil dan belum pernah diajukan untuk memperoleh gelar akademi (sarjana) baik di UNP maupun perguruan tinggi lainnya.
2. Karya tulis/ skripsi ini murni gagasan, rumusan dan penelitian saya sendiri tanpa bantuan pihak lain kecuali arahan tim pembimbing.
3. Pada karya tulis/ skripsi ini tidak terdapat karya atau pendapat yang telah ditulis atau dipublikasikan orang lain kecuali tertulis dengan jelas dicantumkan pada daftar pustaka.
4. Karya tulis/ skripsi ini sah apabila telah ditandatangani **Asli** oleh tim pembimbing dan tim penguji.

Pernyataan ini saya buat dengan sungguh-sungguh dan apabila dikemudian hari terdapat penyimpangan dan ketidakbenaran di dalam pernyataan ini, maka saya bersedia menerima **Sanksi Akademik** berupa pencabutan gelar akademik yang telah diperoleh karena karya tulis/ skripsi ini, serta sanksi lainnya sesuai dengan norma yang berlaku di perguruan tinggi..

Padang, Agustus 2018
Yang membuat pernyataan,



Osha Andini
NIM : 14036029

ABSTRAK

Osha Andini. 2018. "Sensor Optik Amonia Berbasis Silika Nanomaterial dan Ion Nikel (II)". Skripsi. Padang : Program Studi Kimia, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang.

Analisis amonia berdasarkan pengompleksan ion NH_3 dengan ion Ni^{2+} dalam silika nanomaterial secara spektrofotometri UV-DRS telah dilakukan. Penelitian ini bertujuan untuk merancang sensor optik amonia berbasis silika nanomaterial dengan ion pengompleks Ni^{2+} , kondisi optimum dan validasi secara spektrofotometri UV-DRS. Reaksi antara ion Ni^{2+} yang berwarna hijau dengan ion NH_3 yang tidak berwarna terjadi di dalam silika nanomaterial membentuk senyawa kompleks $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$ yang berwarna biru, reflektan maksimum diperoleh pada panjang gelombang 615 nm. Optimasi pengompleksan amonia dengan ion Ni^{2+} memberikan kondisi optimum pada konsentrasi larutan Ni^{2+} sebesar 0,003 M pada konsentrasi amonia 0,1 M, pH 6, dan waktu optimum terbentuk kompleks terjadi pada menit ke-10 serta senyawa kompleks dapat stabil selama 80 menit (1 jam 20 menit). Validasi metode analisis amonia menggunakan ion Ni^{2+} memberikan persamaan regresi linear $y = 20,997x + 1,7728$ dengan nilai $R^2 = 0,9826$ pada rentang konsentrasi NH_3 0,0003 M sampai 0,008 M; LOD 0,0012 M; LOQ 0,0042 M; %RSD = 0,25 %; dan % *recovery* = 101,5 %. Sensor optik amonia yang didesain sudah diaplikasikan pada limbah sampah dan diperoleh konsentrasi amonia sebesar 0,006 M. Berdasarkan hasil validasi, metode ini dapat digunakan untuk menentukan kadar amonia menggunakan ion Ni^{2+} sebagai pengompleks dalam silika nanomaterial secara spektrofotometri UV-DRS.

Keywords : Amonia, Ion Ni^{2+} , Kompleks $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$, Silika Nanomaterial, Spektrofotometri UV-DRS

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis ucapkan kepada Allah SWT, yang telah memberi rahmat sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian dan penulisan skripsi yang berjudul **“Sensor Optik Amonia Berbasis Silika Nanomaterial dan Ion Nikel(II)”** dengan baik dan lancar. Shalawat dan salam untuk Nabi akhir zaman, Nabi Muhammad SAW, sosok yang mulia, suri teladan dalam segala sisi kehidupan.

Skripsi ini diajukan untuk melengkapi dan memenuhi persyaratan kelulusan dalam rangka untuk memperoleh Sarjana S-1 pada Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang. Penelitian dan penulisan skripsi ini penulis melibatkan banyak pihak yang telah memberikan masukan yang berharga, untuk itu dalam kesempatan kali ini penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Bapak Alizar, S.Pd, M.Sc, Ph.D selaku pembimbing I sekaligus penasehat akademik.
2. Bapak Dr. Mawardi, M.Si selaku pembimbing II dan selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu pengetahuan Alam Universitas Negeri Padang.
3. Bapak Prof. Ali Amran, M.Pd, M.A, Ph.D, Bapak Budhi Oktavia, S.Si, M.Si, Ph.D, Ibu Sherly Kasuma Warda Ningsih, S.Si, M.Si selaku dosen pembahas.

4. Bapak Hary Sanjaya, M.Si selaku Ketua Prodi Kimia Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu pengetahuan Alam Universitas Negeri Padang.
5. Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu pengetahuan Alam Universitas Negeri Padang.
6. PLP Laboratorium Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu pengetahuan Alam Universitas Negeri Padang
7. Staf Akademik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu pengetahuan Alam Universitas Negeri Padang.
8. Orang tua penulis dan keluarga tercinta.
9. Teman-teman jurusan kimia yang telah memberikan motivasi kepada penulis untuk tetap melangkah dan berjuang dalam pelaksanaan penelitian maupun penyelesaian skripsi ini.

Semoga bantuan dan bimbingan yang telah diberikan menjadi amal shaleh bagi Bapak/Ibu dan teman-teman serta mendapat balasan yang berlipat ganda dari Allah SWT. Penulis mengharapkan masukan dan saran yang membangun dari semua pihak. Atas masukan dan saran yang diberikan penulis haturkan terima kasih.

Padang, Agustus 2018

Penulis

DAFTAR ISI

ABSTRAK	i
KATA PENGANTAR	ii
DAFTAR GAMBAR	vi
DAFTAR TABEL	vii
DAFTAR LAMPIRAN	viii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Identifikasi Masalah	3
1.3 Batasan Masalah	3
1.4 Rumusan Masalah	3
1.5 Tujuan Penelitian	4
1.6 Manfaat Penelitian	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Silika nanopartikel	5
2.2 Karakterisasi Silika Nanopartikel	8
2.2.1 Fourier Transform Infra Red (FTIR)	8
2.2.2 Difraksi Sinar X	10
2.2.3 Scanning Elektron Microscopy (SEM)	11
2.3 Sensor optik berasaskan silika nanopartikel	12
2.4 Amonia	13
2.5 Logam Nikel	15
2.6 Kompleks Ni-NH ₃	16
2.7 Spektrofotometri UV-DRS	18
2.8 Validasi Metode Analisis	25
2.9 Uji Analisis Regresi	28
BAB III METODELOGI PENELITIAN	31
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	31
3.2 Variabel Penelitian	31
3.3 Alat dan Bahan	31
3.3.1 Alat	31
3.3.2 Bahan	32
3.4 Prosedur Penelitian	32
3.4.1 Preparasi Silika Nanopartikel	32

3.4.2 Preparasi Larutan	32
3.4.1 Desain Sensor Optik Amonia	33
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	38
4.1 Karakterisasi Silika Nanomaterial	38
4.2 Desain Sensor Optik Amonia	40
4.2.1 Imobilisasi Ni ²⁺ pada Silika Nanomaterial dan Uji Respon.....	40
4.3 Optimasi Sensor Optik Amonia	42
4.3.1 Pengaruh Konsentrasi ion Ni ²⁺	42
4.3.2 Pengaruh pH	43
4.3.3 Waktu Pengompleksan dan Kestabilan Kompleks	45
4.4 Validasi Sensor Optik Amonia	46
4.4.1 Kurva Kalibrasi dan Linearitas	46
4.4.2 Penentuan Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantifikasi (LOQ).....	47
4.4.3 Uji Presisi	48
4.4.4 Uji Akurasi	49
4.4.5 Uji Analisis Regresi.....	49
4.4.6 Uji Aplikasi Sensor Optik Amonia Pada Air Sampah.....	51
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	53
5.1 Kesimpulan.....	53
5.2 Saran.....	54
LAMPIRAN	58

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
2.1. Struktur silika	7
2.2. Skema instrumen FTIR.	9
2.3. Skema Instrumen Spektrofotometer UV-DRS.	21
2.4. Skema alat spektrofotometer UV-DRS sampel padat	24
4.5. Spektrum FTIR dari Silika hasil sintesis	39
4.6. Pola XRD Silika hasil sintesis	39
4.7. Hasil uji SEM silika hasil sintesis	40
4.8. Uji Respon Sensor Optik Amonia	41
4.9. Kurva hubungan variasi konsentrasi Ni terhadap nilai reflektansi.....	43
4.10. Hubungan variasi pH terhadap nilai Reflektansi.....	44
4.11. Kurva waktu terbentuk kompleks $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$	45
4.12. Kurva kalibrasi amonia	47

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
2.1. Data warna berdasarkan panjang gelombang.....	20
4.2. Data Nilai LOD dan LOQ	48
4.3. Data Nilai Uji Presisi.....	48
4.4. Data nilai koefisien determinasi menggunakan program SPSS 16	50
4.5. Data nilai analisis ANOVA menggunakan program SPSS 16	50
4.6. Data nilai koefisien regresi menggunakan program SPSS 16	51

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Skema Penelitian Secara Umum	58
2. Preparasi silika nanopartikel	59
3. Preparasi Larutan	60
4. Desain sensor optik amonia	61
5. Skema Kerja Validasi Metode Analisis Sensor optik amonia menggunakan Spektrofotometri UV-DRS.....	64
6. Perhitungan Preparasi Larutan Amonia	66
7. Data Optimasi Konsentrasi Larutan Ion Ni^{2+}	72
8. Data Optimasi Pengaruh pH terhadap Kompleks $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$	73
9. Data Optimasi Waktu Pengompleksan dan Kestabilan Kompleks $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$	74
10. Data Kurva Kalibrasi.....	75
11. Data dan Perhitungan LOD dan LOQ	76
12. Data dan Perhitungan Uji Presisi	76
13. Data dan Perhitungan Uji Akurasi	78
14. Menentukan f_{tabel} dan t_{tabel} pada program SPSS	80

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

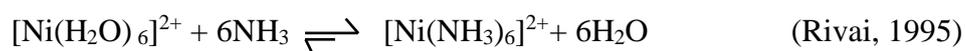
Amonia adalah gas alam yang digunakan dalam industri otomotif, industri kimia dan analisis medis. Namun, amonia berbahaya bagi manusia, bahkan pada konsentrasi kecil, sehingga perlu pemantauan konsentrasi amonia di lingkungan, terutama pada air. Amonia memiliki bau yang tajam, pada konsentrasi sekitar 50 ppm dapat menyebabkan iritasi pada saluran pernapasan bagian atas dan batuk kronis. Di sisi lain, terlalu lama terpapar gas amonia di bawah 25 ppm tidak berpengaruh signifikan pada fungsi paru-paru. *American Conference of Industrial Hygienists (ACGIH)* telah menetapkan batas untuk konsentrasi gas amonia di udara yaitu 25 ppm dengan waktu paparan selama 8 jam dan konsentrasi 35 ppm untuk waktu paparan selama 15 menit. Konsentrasi gas amonia antara 25 ppm sampai 100 ppm dapat menyebabkan asma, bronkitis dan iritasi kronis pada mata serta dermatitis. Konsentrasi amonia di atas 100 ppm dapat menyebabkan kerusakan pada mata, merobek kelopak mata, bengkak, abrasi kornea, penglihatan kabur dan kebutaan permanen (Timmer dkk., 2005). Sedangkan pada konsentrasi 5000 ppm dapat menyebabkan kematian. (Agency of Toxic Substances and Disease Registry, 2004).

Konsentrasi amonia pada tempat pembuangan akhir sampah cenderung meningkat dari waktu ke waktu. Di perairan, amonia akan mengakibatkan kandungan oksigen dalam air semakin merurun karena oksigen yang ada digunakan

untuk mengoksidasi amonia menjadi nitrit dan mengoksidasi nitrit menjadi nitrat. Apabila oksigen menurun, maka biota air akan kekurangan oksigen dan mati. Disamping itu, nitrit dan nitrat yang dihasilkan bila merembes ke dalam tanah dapat mengkontaminasi air sumur yang digunakan oleh manusia (Tzollas *dkk* : 2004).

Beberapa metode yang biasa digunakan untuk mendeteksi amonia adalah metode nessler, titrimetri, dan ion kromatografi. Namun dalam metode ini melibatkan penggunaan instrumen canggih, biaya yang relatif mahal dan memerlukan keahlian khusus. Metode spektrofotometri dapat juga digunakan untuk penentuan kadar amonia dengan menggunakan logam sebagai pengompleks dalam silika nanomaterial berdasarkan reflektansi sinar UV/Vis, dan panjang gelombang tertentu sesuai hukum Lambert-Beer.

Amonia dapat membentuk senyawa kompleks dengan beberapa ion-ion logam. Ion nikel dapat membentuk kompleks yang lebih kuat terhadap amonia jika dibandingkan kompleksnya dengan air, persamaan reaksi antara ion Ni^{2+} dengan amonia dalam larutan yaitu :



hijau

biru

Dengan adanya penambahan NH_3 menghasilkan perubahan warna larutan dari hijau menjadi biru. Berdasarkan reaksi ini dapat ditentukan konsentrasi NH_3 dalam larutan. Pada kajian sebelumnya, telah dilaporkan penggunaan bahan nanomaterial untuk mendesain sensor amonia (Burmistrova *dkk.*, 2015). Pada Penelitian digunakan silika nanomaterial sebagai bahan sensor optik amonia dengan Ni^{2+} sebagai ion pengompleks.

Berdasarkan latar belakang di atas, maka penulis mengajukan penelitian yang berjudul “Sensor optik amonia berbasis silika nanomaterial dan ion Nikel(II)”.

1.2 Identifikasi Masalah

Analisis amonia dapat dilakukan dengan beberapa metode diantaranya : metode nessler, titrimetri, dan ion kromatografi. Namun dalam metode ini melibatkan penggunaan instrumen canggih, biaya yang relatif mahal dan memerlukan keahlian khusus. Metode spektrofotometri UV-DRS dapat juga digunakan untuk penentuan kadar amonia. Metode ini didasarkan pada pengompleksan NH_3 dengan ion Ni^{2+} yang telah terimobilisasi pada silika nanomaterial.

1.3 Batasan Masalah

Adapun batasan masalah dari penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Silika nanomaterial sebagai asas sensor optik amonia.
2. Ion Nikel(II) sebagai pengompleks Ni-NH_3 .
3. Validasi metode analisis amonia menggunakan ion Nikel(II) dalam silika nanomaterial sebagai pengompleks secara Spektrofotometri UV-DRS.

1.4 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, maka rumusan masalah dari penelitian ini adalah :

1. Apakah silika nanomaterial dapat dijadikan asas sensor optik amonia dengan ion pengompleks Ni^{2+} ?
2. Bagaimana optimasi dari sensor optik amonia ?

3. Bagaimana validasi metode analisis amonia menggunakan ion Ni^{2+} dalam silika nanomaterial sebagai pengompleks secara Spektrofotometri UV-DRS.

1.5 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah:

1. Merancang sensor optik amonia berbasis silika nanomaterial dengan ion pengompleks Ni^{2+}
2. Menentukan optimasi dari sensor optik amonia.
3. Menentukan validasi metode analisis amonia menggunakan ion Ni^{2+} sebagai pengompleks dalam silika nanomaterial secara Spektrofotometri UV-DRS.

1.6 Manfaat Penelitian

Adapun manfaat dari penelitian ini adalah :

1. Sensor optik amonia yang di desain dapat digunakan untuk analisis amonia dalam sampel dengan cara yang mudah dan sederhana .
2. Dapat digunakan sebagai sumber ide dan referensi untuk penelitian selanjutnya.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Silika nanopartikel

Silika nanopartikel merupakan silika yang berukuran nano (10^{-9} m) yang saat ini penggunaannya pada bidang industri semakin meningkat. Kondisi ukuran partikel bahan baku yang diperkecil membuat produk memiliki sifat berbeda yang dapat meningkatkan kualitas. Pemanfaatan silika yang paling banyak digunakan dan komersial adalah sebagai bahan utama industri gelas dan kaca serta sebagai bahan baku preparasi sel surya. Silika digunakan sebagai *filler* dalam preparasi produk karet ban kendaraan untuk meningkatkan kinerja ban pada kondisi basah dan menambah keawetan ban serta mengurangi dampak gesekan antara jalan dengan permukaan ban (Siswanto dkk., 2012).

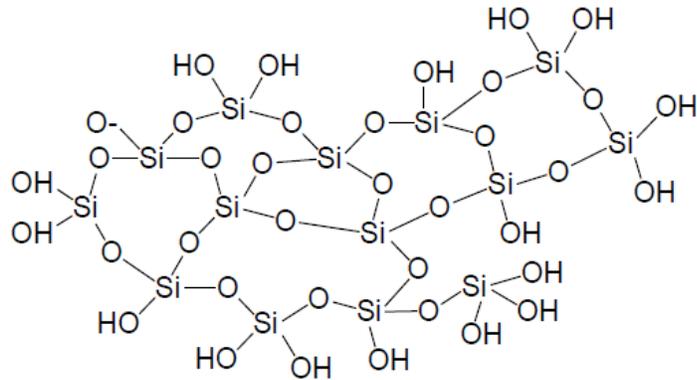
Silika nanopartikel memiliki kestabilan yang baik, inert secara kimia, bersifat biokompatibel yang mampu bekerja selaras dengan sistem kerja tubuh, dan membentuk sperik tunggal (Fernandez, 2012). Nanopartikel silika telah terbukti penting dalam beberapa aplikasi bioteknologi dan biomedis seperti biosensor, pembawa obat, pelindung sel, agen pembeda pada *Magnetic Resonance Imaging* (MRI) dan ultrasound, dan alat terapi pada sistem pelepasan obat atau enzim (Jafarzadeh dkk., 2009).

Silika nanopartikel memiliki beberapa sifat diantaranya: luas permukaan besar, ketahanan panas yang baik, kekuatan mekanik yang tinggi dan inert sehingga digunakan sebagai prekursor katalis, adsorben, filler komposit, memiliki kestabilan

yang bagus dan bersifat biokompatibel yang mampu bekerja selaras dengan sistem kerja tubuh dan membentuk sperik tunggal (Yuan dkk., 2010).

Silika nanopartikel amorf bisa digunakan dalam proses preparasi substrat elektronik, substrat lapisan tipis, insulator listrik dan insulator termal. Selain itu juga diungkapkan bahwa nanopartikel SiO_2 dapat digunakan sebagai suatu material pendukung yang ideal untuk nanopartikel magnetik, karena sangat mudah untuk mencegah tarikan magnetik dipolar anisotropik ketika diberikan medan magnet luar dan meningkatkan daya tahan terhadap korosi dari nanopartikel magnetik. Partikel silika memiliki peran yang berbeda-beda untuk masing-masing produk yang dihasilkan, dimana kualitas produk ditentukan dari ukuran dan distribusi ukuran partikel silika itu sendiri di dalam sistemnya (Zawrah dkk., 2009). Selain itu juga dapat diaplikasikan sebagai bahan *filler* untuk preparasi keramik, dimana *filler* berguna untuk memperkuat keramik karena *filler* tersebut dapat mengisi kekosongan pada matriks.

Salah satu contoh silika nanopartikel amorf adalah silika gel. Sifat silika gel ditentukan oleh orientasi dari ujung tempat gugus hidroksil berkombinasi. Oleh karena ketidak-teraturan susunan permukaan SiO_4 tetrahedral, maka jumlah distribusinya per unit area bukan menjadi ukuran kemampuan adsorpsi silika gel, meskipun gugus silanol dan siloksan terdapat pada permukaan silika gel. Kemampuan adsorpsi ternyata tidak sebanding dengan jumlah gugus silanol dan gugus siloksan yang ada pada permukaan silika gel, tetapi tergantung pada distribusi gugus OH per unit area adsorben (Oscik, 1982). Berikut ini struktur dari silika gel :



Gambar 2.1. Struktur Silika (Oscik, 1982 ; 188)

Pada permukaan silika gel terdapat dua jenis gugus, yaitu gugus silanol dan gugus siloksana. Gugus siloksana ada dua macam, yaitu Si-O-Si rantai lurus dan gugus siloksana yang membentuk struktur lingkaran dengan empat anggota. Jenis yang pertama tidak reaktif dengan pereaksi pada umumnya, tetapi sangat reaktif terhadap senyawa logam alkali. Jenis gugus siloksan yang membentuk lingkaran dengan empat anggota mempunyai reaktivitas yang tinggi, dapat mengadakan kemisorpsi dengan air, amonia dan metanol. Reaksi dengan air akan menghasilkan dua gugus Si-OH, reaksi dengan amonia akan menghasilkan gugus Si-NH₂ dan silanol, sedangkan reaksi dengan etanol akan menghasilkan gugus silanol dan Si -O-C₂H₅ (Morrow dan Gay, 2000).

Ada beberapa jenis gugus silanol, yaitu gugus silanol tunggal terisolasi, gugus silanol yang berdekatan satu sama lain dan dua gugus silanol yang terikat pada satu atom Si. Gugus silanol yang berdekatan satu sama lain disebut *vicinal silanol* atau *vicinol*, sedangkan dua gugus silanol yang terikat pada satu atom Si disebut *geminal silanol* atau *geminol*. Berdasarkan data kristalografi, jarak antar gugus silanol terisolasi

adalah sekitar 5 Å. Jika jarak antara dua gugus silanol tersebut lebih dari 3,1 Å, maka tidak dapat terjadi ikatan hidrogen. Adanya ikatan hidrogen yang kuat antara gugus silanol satu dengan yang lain akan terjadi jika jaraknya kurang dari 3,1 Å (antara 2,4 – 2,8 Å). Vicinol adalah dua gugus silanol dengan jarak kurang dari 2,8 Å (El Shafei, 2000).

2.2 Karakterisasi Silika Nanopartikel

2.2.1 *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*

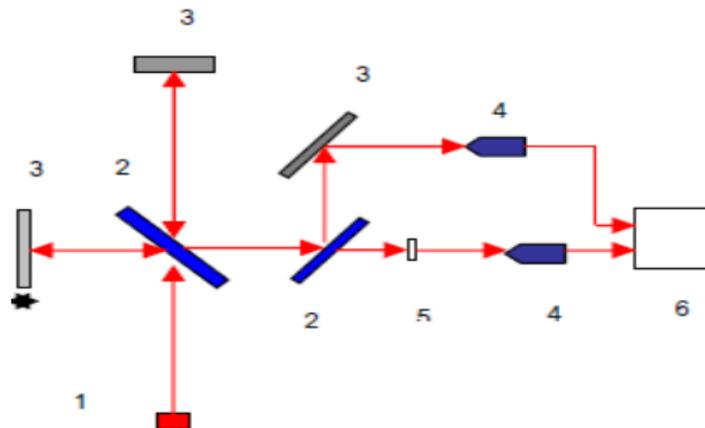
FTIR merupakan instrumen yang menggunakan prinsip spektroskopi menggunakan sinar inframerah yang dilengkapi dengan transformasi fourier untuk deteksi dan analisis hasil spektrumnya. Spektroskopi inframerah digunakan pada identifikasi senyawa organik karena memiliki spektrum yang sangat kompleks dan terdiri dari banyak puncak dan masing-masing gugus fungsi menyerap sinar inframerah pada frekuensi yang berbeda. Teknik pengoperasian FTIR berbeda dengan spektrofotometer infra merah. Pada FTIR digunakan suatu interferometer Michelson sebagai pengganti monokromator yang terletak di depan monokromator. Interferometer ini akan memberikan sinyal ke detektor sesuai dengan intensitas frekuensi vibrasi molekul yang berupa interferogram (Silverstain & Bassler, 1967). Interferometer juga memberikan informasi yang berdasarkan pada intensitas spektrum dari setiap frekuensi. Informasi yang keluar dari detektor diubah secara digital dalam komputer dan ditransformasikan sebagai domain, tiap-tiap satuan frekuensi dipilih dari

interferometer yang lengkap (fourier transform). Kemudian sinyal itu diubah menjadi spektrum IR sederhana.

Spektroskopi FTIR digunakan untuk:

1. Mendeteksi sinyal lemah
2. Menganalisis sampel dengan konsentrasi rendah
3. Analisis getaran (Silverstain & Bassler, 1967)

Adapun skema instrument FTIR dapat dilihat pada Gambar 2.2 berikut :



Gambar 2.2. Skema instrumen FTIR (1) Sumber inframerah. (2) Pembagi berkas (beam splitter). (3) Kaca pemantul.(4) Sensor inframerah. (5) Sampel.(6) Display (Silviah dkk., 2011).

Apabila suatu radiasi gelombang elektromagnetik mengenai suatu materi, maka akan terjadi suatu interaksi, diantaranya berupa penyerapan energi (absorpsi) oleh atom-atom atau molekul-molekul dari materi tersebut. Absorpsi sinar ultraviolet dan cahaya tampak akan mengakibatkan tereksitasinya elektron. Sedangkan absorpsi radiasi inframerah, energinya tidak cukup untuk mengeksitasi elektron, namun menyebabkan peningkatan amplitudo getaran (vibrasi) atom-atom pada suatu molekul.

Hal yang sangat unik pada penyerapan radiasi gelombang elektromagnetik adalah bahwasuatu senyawa menyerap radiasi dengan panjang gelombang tertentu bergantung pada struktur senyawa tersebut. Absorpsi khas inilah yang mendorong pengembangan metode spektroskopi, baik spektroskopi atomik maupun molekuler yang telah memberikan sumbangan besar bagi dunia ilmu pengetahuan terutama dalam usaha pemahaman mengenai susunan materi dan unsur-unsur penyusunnya (Fessenden, 1997).

Salah satu metode spektroskopi yang sangat populer adalah metode spektroskopi FTIR (Fourier Transform Infrared), yaitu metode spektroskopi inframerah yang dilengkapi dengan transformasi Fourier untuk analisis hasil spektrumnya. Metode spektroskopi yang digunakan adalah metode absorpsi, yaitu metode spektroskopi yang didasarkan atas perbedaan penyerapan radiasi inframerah. Absorpsi inframerah oleh suatu materi dapat terjadi jika dipenuhi dua syarat, yaitu kesesuaian antara frekuensi radiasi inframerah dengan frekuensi vibrasional molekul sampel dan perubahan momen dipol selama bervibrasi (Chatwall, 1985).

2.2.2 Difraksi Sinar X

Apabila sinar X monokromatis mengenai material kristal, maka setiap bidang kristal akan memantulkan atau menghamburkan sinar-X ke segala arah. Interferensi terjadi hanya antara sinar-sinar pantul sefase sehingga hanya terdapat sinar X pantulan tertentu saja. Interferensinya saling memperkuat terjadi apabila sinar – sinar X yang sefase mempunyai selisih lintasan kelipatan bulat panjang gelombang. Pernyataan ini

dinamakan hukum Bragg untuk difraksi kristal. Secara matematis dapat dituliskan dalam bentuk persamaan berikut :

$$n\lambda = 2d \sin\theta$$

dimana,

n = bilangan bulat 1,2,3,4...

λ = panjang gelombang

d = jarak antar bidang kisi

θ = sudut difraksi atau sudut pantulan (Skoog,1996).

Alat difraksi sinar X juga sering disebut difraktometer, yang digunakan untuk mendeteksi spektrum difraksi. Sinar X yang dihasilkan dari tabung sinar X mempunyai panjang gelombang tertentu. Prinsip kerjanya adalah sinar X ditembakkan pada sampel dan akan mengakibatkan terjadinya hamburan sinar X. Selanjutnya hamburan sinar X ditangkap oleh detektor Si(Li) dan dari detektor tersebut akan diperoleh informasi langsung berupa grafik antara sudut hamburan dan intensitas (Das, 2014).

2.2.3 Scanning Elektron Microscopy (SEM)

Scanning Elektron Microscopy (SEM) adalah suatu alat yang digunakan untuk mengetahui morfologi atau struktur mikro dari zat padat. Alat ini dilengkapi dengan *detector disperse energy* (EDX) sehingga dapat digunakan untuk mengetahui elemen-elemen pada sampel (Ristiani dan Zainuri, 2016).

Scanning Elektron Microscopy (SEM) juga merupakan salah satu tipe mikroskop elektron yang dapat menghasilkan resolusi tinggi dari gambaran suatu permukaan sampel. Prinsip kerja SEM yaitu dapat menggambarkan permukaan benda atau material dengan berkas elektron yang dipantulkan dengan energi yang tinggi. Permukaan material yang disinari atau terkena berkas elektron sekunder ke arah elektron ke semua arah. Dari semua berkas elektron yang dipantulkan terdapat satu berkas elektron yang dipantulkan dengan intensitas tertinggi (Rosalia dkk., 2016).

2.3 Sensor optik berasaskan silika nanopartikel

Sensor adalah suatu alat yang berfungsi untuk mendeteksi gejala-gejala atau sinyal-sinyal yang berasal dari perubahan suatu energi seperti energi listrik, energi fisika, energi kimia, energi biologi, energi mekanik dan sebagainya. Contoh; Camera sebagai sensor penglihatan, telinga sebagai sensor pendengaran, kulit sebagai sensor peraba, LDR (*light dependent resistance*) sebagai sensor cahaya, dan lainnya (Sharon dkk., 1982). Sensor optik atau cahaya adalah sensor yang mendeteksi perubahan cahaya dari sumber cahaya, pantulan cahaya ataupun bias cahaya yang mengenai benda atau ruangan. Contoh; photo cell, photo transistor, photo diode, photo voltaic, photo multiplier, pyrometer optic, dan sebagainya (William, 1993). Jadi, Sensor optik adalah sensor yang bekerja dengan bantuan cahaya (Burmistrova dkk., 2015).

Silika nanopartikel dapat dijadikan asas dari sensor optik. Karena, pada silika nanopartikel dapat terimobilisasi ion Ni^{2+} berwarna hijau. Amonia dan ion Ni^{2+} dapat

2000). Selain itu, amonia juga membentuk kompleks dengan beberapa ion logam. Amonia juga dapat terserap ke dalam bahan-bahan tersuspensi dan koloid sehingga mengendap di dasar perairan. Amonia di perairan dapat menghilang melalui proses volatilisasi karena tekanan parsial amonia dalam larutan meningkat dengan semakin meningkatnya pH. Amonia dan garam-garamnya bersifat mudah larut dalam air. Amonia banyak digunakan dalam proses produksi urea, industri bahan kimia serta industri bubur dan kertas (pulp & paper). Kotoran biota akuatik yang merupakan limbah aktivitas metabolisme juga banyak mengeluarkan amonia. Sumber amonia yang lain adalah reduksi gas nitrogen yang berasal dari proses difusi udara atmosfer, limbah industri dan kosmetik. Amonia yang terukur di perairan berupa amonia total (NH_3 dan NH_4^+). Amonia bebas tidak dapat terionisasi (amonia) sedangkan amonium (NH_4^+) dapat terionisasi. Persentase amonia meningkat dengan meningkatnya nilai pH dan suhu perairan. Pada pH 7 atau kurang, sebagian besar amonia akan mengalami ionisasi. Sebaliknya pada pH lebih besar dari 7 amonia tak terionisasi yang bersifat toksik terdapat dalam jumlah yang lebih banyak. Amonia bebas yang tak terionisasi bersifat toksik terhadap organisme akuatik. Toksisitas amonia terhadap organisme akuatik akan meningkat jika terjadi penurunan kadar oksigen terlarut, pH, dan suhu (Effendi, 2003).

Amonia disintesis dengan reaksi reversibel antara hidrogen dengan nitrogen. Seperti halnya reaksi reversibel lain, reaksi pembentukan amonia juga menghabiskan tenaga dan pikiran untuk mengatur reaksi dengan jumlah amonia pada kestimbangan pada berbagai macam temperatur dan tekanan. Yang pasti berhubungan dengan

konstanta kesetimbangan reaksinya. K_p (konstanta kesetimbangan) tersebut tidak hanya bergantung pada temperatur dan tekanannya, tapi juga perbandingan komposisi nitrogen dan hidrogen. Sumber nitrogen itu biasanya udara. Dan sumber hidrogen biasanya di dapat dari berbagai jenis bahan mentah seperti air, hidrokarbon ringan atau berat, hasil dari pemurnian minyak mentah, gas alam, maupun kombinasi dari bahan-bahan itu yang memiliki kandungan hidrogennya. Amonia juga dapat berasal dari sumber antropogenik (akibat aktifitas manusia) seperti industri pupuk urea, industri asam nitrat dan dari kilang minyak (Dwipayani, 2001).

2.5 Logam Nikel

Nikel merupakan logam berwarna putih perak dengan tekstur keras dan memiliki nomor atom 28 dengan konfigurasi elektronnya $[18\text{Ar}] 3d^8 4s^2$. Nikel dalam keadaan murni bersifat liat, dapat ditempa dan sangat kukuh. Nikel memiliki titik lebur $1455\text{ }^\circ\text{C}$ dan bersifat sedikit serta kelimpahan dalam kerak bumi sebesar 99 ppm (Vogel, 1990; Sugiyarto, 2003). Nikel dalam keadaan nikel(II) lebih stabil daripada nikel(0), nikel(I), nikel(III) dan nikel(IV). Nikel(I) dan nikel(0) tidak stabil karena mudah teroksidasi, nikel(III) mudah tereduksi menjadi nikel(II) dan nikel(IV) jarang ditemukan (Cotton dan Wilkinson, 2009).

Nikel(II) dapat kompleks dengan bilangan koordinasi 6, 5, dan 4, yang memiliki semua jenis struktur yang utama, yaitu oktahedral, trigonal bipiramidal, piramidal bujur sangkar, tetrahedral, dan bujur sangkar (Cotton dan Wilkinson, 2009). Garam-garam nikel(II) yang stabil, diturunkan dari nikel(II) oksida, NiO , yang merupakan zat yang

berwarna hijau, disebabkan oleh warna dari kompleks heksakuonikelat(II), $[\text{Ni}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$; tetapi untuk singkatnya kita akan menganggapnya sebagai ion nikel(II) (Ni^{2+}) saja (Vogel, 1990). Sebagian besar senyawa kompleks nikel mengadopsi struktur geometri oktahedron, hanya sedikit mengadopsi geometri tetrahedron dan bujursangkar. Ion heksaakuanikel(II) berwarna hijau; penambahan amonia menghasilkan ion biru heksaaminanikel(II) menurut persamaan reaksi :



hijau

biru

2.6 Kompleks Ni-NH₃

Senyawa kompleks atau senyawa koordinasi merupakan senyawa yang terdiri dari asam dan basa lewis. Asam lewis berupa logam transisi yang disebut atom pusat yaitu kation yang memiliki orbital kosong dan basa lewis berupa suatu molekul/anion yang memiliki pasangan elektron bebas yang disebut ligan. Atom pusat dan ligan tersebut berikatan dengan memakai bersama pasangan elektron bebas dari ligan, ikatan ini disebut dengan ikatan kovalen koordinasi. Senyawa koordinasi memiliki bilangan koordinasi dan struktur beraneka ragam Mulai dari bilangan koordinasi dua sampai delapan dengan struktur linear, tetrahedral, segiempat planar, trigonal bipiramidal dan oktahedral. Namun kenyataan menunjukkan bilangan koordinasi yang banyak dijumpai adalah enam dengan struktur oktahedral. (Suhartana, 2007).

Perbedaan energi antara atom yang berada dalam keadaan dasar dengan yang berada dalam keadaan tereksitasi sama dengan energi foton yang diserap dan

2.7 Spektrofotometri UV-VIS

Spektrofotometri UV-VIS adalah suatu metode analisis spektroskopi menggunakan sumber radiasi elektromagnetik ultraviolet dekat dan sinar tampak dengan memakai instrument spektrofotometer dengan panjang gelombang tertentu. Sinar ultraviolet dekat (UV) mempunyai panjang gelombang antara 200-400 nm, dan sinar tampak (visible) mempunyai panjang gelombang 400-800 nm (Mulja dan Suharman, 1995).

Spektrofotometri UV-DRS dapat digunakan untuk informasi kualitatif maupun kuantitatif. Spektrofotometri UV-DRS lebih banyak digunakan untuk analisis kuantitatif karena melibatkan energi elektronik yang cukup besar pada molekul yang akan dianalisis. Dalam aspek kuantitatif, suatu berkas radiasi dikenakan pada larutan sampel dan intensitas sinar radiasi yang diteruskan diukur besarnya. Radiasi yang diserap oleh sampel ditentukan dengan membandingkan intensitas sinar yang diteruskan dengan intensitas sinar yang diserap.

Prinsip kerja dari spektrofotometer UV-DRS dimana suatu daerah akan diabsorpsi oleh atom atau molekul di dalam larutan dan panjang gelombang cahaya yang ditransmisikan melalui larutan akan diserap(diabsorpsi) dari sebagian energi cahaya tersebut. Istilah absorbansi (A) merupakan kemampuan atom atau molekul zat terlarut untuk mengabsorpsi cahaya pada panjang gelombang tertentu, yang mana setara dengan nilai konsentrasi larutan tersebut dan berkas cahaya yang dilalui (biasanya 1 cm dalam spektrofotometri) ke suatu titik dimana presentase jumlah cahaya yang ditransmisikan atau diabsorpsi diukur dengan phototube (Susanti, 2010).

Menurut hukum Lambert, serapan (A) berbanding lurus dengan ketebalan lapisan (b) yang disinari :

$$A = k \cdot b$$

Dengan bertambahnya ketebalan lapisan, serapan akan bertambah. Menurut hukum Beer, yang hanya berlaku untuk cahaya monokromatis dan larutan yang sangat encer, serapan (A) dalam konsentrasi (c) adalah proporsional:

$$A = k \cdot c \cdot b$$

Umumnya digunakan dua satuan c (konsentrasi zat yang menyerap) yang berlainan, yaitu gram per liter atau mol per liter. Nilai tetapan (k) dalam hukum Lambert-Beer tergantung pada sistem konsentrasi mana yang digunakan. Bila c dalam gram per liter, tetapan tersebut disebut dengan absorbtivitas molar (ϵ). Jadi dalam sistem direkomendasikan, hukum Lambert-Beer dapat mempunyai dua bentuk :

$$A = a \cdot b \cdot c_{\text{g/liter}} \text{ atau } A = \epsilon \cdot b \cdot c_{\text{mol/liter}}$$

Penandaan lain untuk a adalah ekstingsi spesifik, koefisien ekstingsi, dan absorpsi spesifik, sedangkan ϵ adalah koefisien ekstingsi molar (Day dan Underwood, 1999).

Pada spektrofotometer sinar tampak, sumber cahaya biasanya menggunakan lampu tungsten yang sering disebut lampu wolfram. Wolfram merupakan salah satu unsur kimia, dalam tabel periodik unsur wolfram termasuk golongan unsur transisi tepatnya golongan VIB atau golongan 6 dengan simbol W dan nomor atom 74. Wolfram digunakan sebagai lampu pada spektrofotometri tidak terlepas dari sifatnya yang memiliki titik didih yang sangat tinggi yakni 5930°C . Interaksi antara materi dengan cahaya disini adalah terjadi penyerapan cahaya, baik cahaya UV-DRS maupun

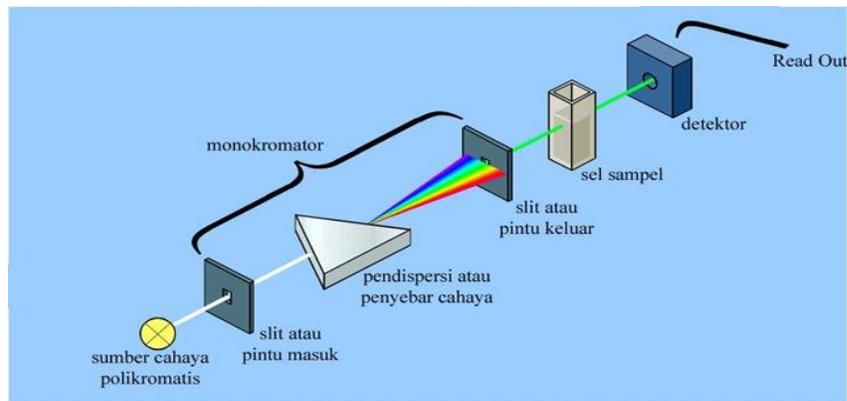
IR oleh materi sehingga spektrofotometri disebut juga sebagai spektroskopi absorpsi. Dari 4 jenis spektrofotometri ini (UV-DRS dan IR) memiliki prinsip kerja yang sama yaitu adanya interaksi antara materi dengan cahaya yang memiliki panjang gelombang tertentu. Perbedaannya terletak pada panjang gelombang yang digunakan.

Tabel 2.1. Data warna berdasarkan panjang gelombang (Christian, 2004)

Panjang Gelombang (nm)	Warna-warna yang Diserap	Warna Komplementer (Warna yang Terlihat)
380-450	Ungu	Hijau Kekuningan
450-495	Biru	Kuning
495-570	Hijau	Ungu
570-590	Kuning	Biru
590-620	Jingga	Biru Kehijauan
620-750	Merah	Hijau Kebiruan

Spektrum ultraviolet dan sinar tampak biasanya diperoleh dengan melewatkan cahaya pada panjang gelombang tertentu (200-800 nm) melalui larutan encer senyawa tersebut dalam pelarut yang tidak menyerap, misalnya air, etanol, maupun heksana. Dalam spektroskopi UV dan sinar tampak absorpsi energi direkam sebagai absorbansi.

Spektrofotometer UV-VIS memiliki komponen-komponen pokok meliputi sumber radiasi, monokromator, sel sampel, detektor, dan read out (pembaca) seperti terlihat pada Gambar 2.3 :



Gambar 2. 3. Skema Instrumen Spektrofotometer UV-VIS

1. Sumber Radiasi

Dua sumber radiasi digunakan dalam spektrofotometer UV-DRS yang dapat mencakup rentang panjang gelombang antara 200 nm hingga 800 nm. Sumber radiasi yang ideal untuk pengukur serapan harus dapat menghasilkan intensitas yang seragam dan stabil untuk waktu tertentu pada panjang gelombang yang sedang diamati. Lampu deuterium dan lampu hidrogen digunakan untuk mendapatkan radiasi sinambung antara 180 nm hingga 350 nm dan sangat umum digunakan dalam spektrofotometer Ultraviolet. Untuk sumber radiasi visible digunakan lampu filament tungsten. Flamen tungsten menghasilkan radiasi kontinu pada daerah panjang gelombang antara 350 nm sampai 900 nm.

2. Monokromator

Monokromator berfungsi sebagai penyeleksi panjang gelombang yaitu mengubah cahaya yang berasal dari sumber sinar polikromatis menjadi cahaya monokromatis. Jenis monokromator yang saat ini banyak digunakan adalah grating atau lensa prisma dan filter optik. Jika digunakan grating maka cahaya akan dirubah menjadi spektrum cahaya. Sedangkan filetropik berupa lensa berwarna sehingga cahaya yang diteruskan sesuai dengan warnanya lensa yang dikenai cahaya. Ada banyak lensa warna dalam satu alat yang digunakan sesuai dengan jenis pemeriksaan.

3. Sel Sampel

Sel sampel berfungsi sebagai tempat meletakkan sampel. Spektrofotometri UV-DRS menggunakan kuvet sebagai tempat sampel. Kuvet untuk ultraviolet terbuat dari silica, sementara untuk visible terbuat dari kaca. Cuplikan yang akan diukur ditempatkan dalam sel atau kuvet. Kuvet yang terbuat dari kuarts atau silica lebur dapat digunakan untuk pengukuran di daerah UV-DRS. Kuvet untuk pengukuran bervariasi panjang jalurnya dari 1 cm sampai 10 cm.

4. Detektor

Detektor menyerap tenaga foton yang mengenainya dan mengubah tenaga tersebut agar dapat terukur secara kuantitatif. Kebanyakan detektor menghasilkan sinyal listrik yang dapat mengaktifkan meter atau pencatat. Detektr yang digunakan dalam spektrofotometer ultraviolet dan tampak disebut fotolistrik. Syarat-syarat sebuah detektor antara lain :

- Kepekaan yang tinggi terhadap radiasi yang diterima
- Memiliki kemampuan memberikan respon terhadap radiasi
- Memberikan respon terhadap radiasi dalam waktu yang serempak
- Memberikan jaminan terhadap respon kualitatif dan sinyal elektronik yang berbanding lurus dengan sinyal radiasi
- Sinyal elektronik yang diteruskan dapat diamplikasikan oleh penguat ke rekorder (pencatat).

5. Read out

Merupakan suatu sistem baca yang menangkap besarnya isyarat listrik yang berasal dari detektor (Khopkar, 1990. Day dan Underwood, 1981).

Pada saat sinar/cahaya masuk ke suatu materi, sebagian sinar akan diserap oleh medium, sebagian lagi akan diteruskan, dan sisanya akan dipantulkan. Hal ini dapat diukur dan dinyatakan sebagai absorbansi, transmittan dan reflektansi. Absorbansi menunjukkan perbandingan intensitas sinar yang diserap zat terhadap intensitas sinar asal. Transmittan merupakan fraksi antara intensitas sinar yang masuk terhadap intensitas sinar yang keluar. Reflektansi merupakan pengukuran besarnya cahaya yang dipantulkan oleh suatu medium. (Parven dan Rohan, 2011).

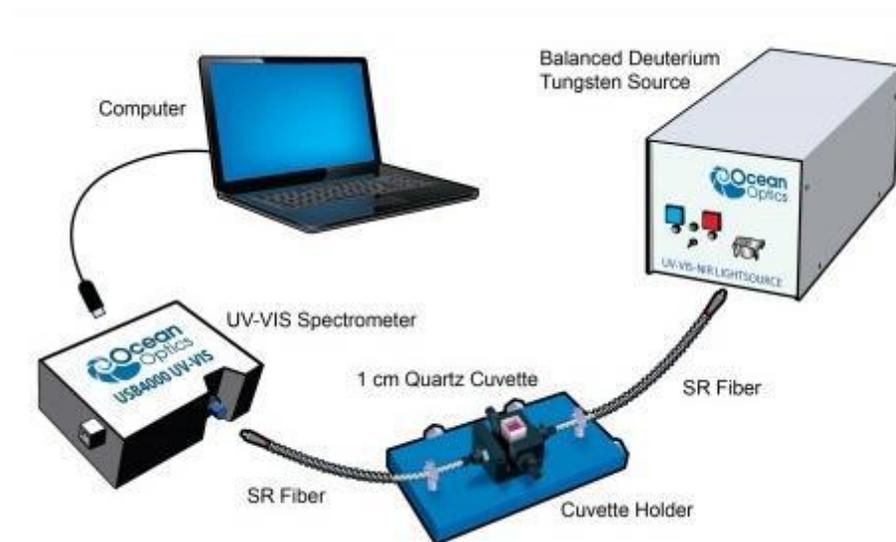
Spektrofotometri UV-DRS adalah metode pengukuran jumlah radiasi ultraviolet tampak yang diserap oleh senyawa sebagai fungsi panjang gelombang radiasi. Cahaya tampak memiliki panjang gelombang 400 hingga 700 nm, sedangkan cahaya ultraviolet

memiliki panjang gelombang 190 hingga 400 nm. Persamaan reflektansi yang telah terukur adalah sebagai berikut :

$$F(R) = K/S = (1-R)^2 / 2R$$

$F(R)$ merupakan *Kubelka-Munk*, K adalah koefisien absorptansi, S merupakan koefisien scattering, dan R merupakan nilai reflektansi (Wiley, 1998).

Spektrofotometer *Ocean Optics* adalah salah satu alat yang dapat mengukur reflektansi, transmittan dan absorptansi. Spektrofotometer ini terdiri dari 3 komponen utama yaitu sumber cahaya, pemilih panjang gelombang (*wavelength selector*) dan detektor yang dapat dilihat pada Gambar 2.4 :



Gambar 2.4. Skema alat spektrofotometer UV-DRS sampel padat (OceanOpticsInc, 2013).

2.8 Validasi Metode Analisis

Validasi metode analisis yaitu proses pengujian karakter kinerja metode analisis terhadap parameter tertentu, melalui serangkaian uji laboratorium, agar dapat membuktikan parameter tersebut memenuhi syarat dalam penggunaannya. Menurut ISO 17025 (2005), validasi metode ditunjukkan untuk menjamin bahwa metode analisis yang digunakan memenuhi spesifikasi yang dapat diterima dan sesuai dengan tujuan yang diharapkan .

Beberapa parameter analisis yang harus dipertimbangkan dalam validasi yaitu:

1. Keseksamaan (*Precision*)

Keseksamaan adalah ukuran keterulangan dalam kondisi operasional yang sama pada selang waktu yang singkat (Chan, 2004). Cara penentuan presisi mencakup simpangan baku (SD), simpangan baku relatif (RSD) atau koefisien variasi (CV).

Simpangan baku (SD) dapat dirumuskan sebagai berikut :

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

Keterangan : SD = Simpangan baku

X = Nilai dari masing-masing pengukuran

\bar{x} = Rata-rata dari pengukuran

N = Banyaknya data

Dan simpangan baku relatif (RSD) dirumuskan sebagai berikut :

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

Keterangan : % RSD = Persen simpangan baku relatif

SD = Simpangan baku

\bar{x} = Rata-rata dari pengukuran (Harmita, 2004).

2. Kecermatan (*Accuracy*)

Kecermatan (*Accuracy*) adalah kedekatan hasil uji antara hasil yang diperoleh dengan nilai sebenarnya (*true value*) atau dengan nilai referensinya (Chan, 2004). Kecermatan juga dapat dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*% recovery*) analit yang ditambahkan. Penentuan kecermatan menggunakan dua metode yaitu metode simulasi (*spiked-placebo recovery*) atau metode penambahan baku (*standard addition method*). Akurasi perolehan kembali yang umum digunakan adalah 95-105 %. Nilai *% recovery* (%R) dapat juga ditetapkan melalui persamaan berikut :

$$\%R = \frac{C_s}{C} \times 100 \%$$

Keterangan : C_s = Konsentrasi amonia yang ditentukan (M)

C = Konsentrasi amonia sebenarnya (M) (Ulianas, 2011).

Cara menentukan nilai C_s dengan menggunakan persamaan :

$$y = bx + a$$

Dimana,

$$b = \frac{n \sum xy - \sum x \sum y}{n \sum x^2 - \sum (x)^2} \quad a = \bar{y} - b\bar{x}$$

Keterangan : y = nilai reflektansi

$b = \text{slope}$

$x = \text{konsentrasi}$

$a = \text{intercept}$

$n = \text{banyaknya variasi konsentrasi (Alexander dkk.,2011)}$.

3. Linearitas Kurva Kalibrasi

Linearitas merupakan kemampuan metode analisis (dalam kisaran tertentu) untuk mendapatkan hasil uji yang berbanding lurus dengan konsentrasi dari analit dalam sampel (Chan, 2004). Linearitas suatu metode merupakan ukuran seberapa baik kurva kalibrasi yang menghubungkan antara respon (y) dengan konsentrasi (x). Linearitas dapat diukur dengan melakukan pengukuran tunggal pada konsentrasi yang berbeda-beda. Data yang diperoleh selanjutnya ditentukan nilai kemiringan (*slope*), intersep, dan koefisien korelasinya. Pada keadaan normal, linearitas diperoleh ketika nilai koefisien determinasinya ($r^2 \geq 0,997$) (Harsojo dkk., 2012).

4. Batas Deteksi (*Limit of detection, LOD*) dan Batas Kuantifikasi (*limit of quantification, LOQ*)

Batas deteksi adalah konsentrasi terendah dari analit dalam suatu sampel yang dapat ditentukan secara kuantitatif dengan presisi dan akurasi yang cocok. (Chan, 2004). Batas deteksi dan batas kuantifikasi dapat dihitung secara statistik melalui persamaan garis regresi linier dari kurva kalibrasi. Nilai pengukuran akan sama dengan nilai b pada persamaan garis lurus $y = a + bx$, sedangkan simpangan baku blanko sama dengan simpangan baku relatif.

$$\frac{SY}{X} = \sqrt{\frac{\sum(\bar{Y} - y_i)^2}{n-2}}$$

$$LOD = 3 \frac{\frac{SY}{X}}{\text{Slope}}$$

$$LOQ = 10 \frac{\frac{SY}{X}}{\text{Slope}}$$

Keterangan : LOD = Batas Deteksi

LOQ = Batas kuantifikasi

SY/X = Simpangan baku Residual (Harmita, 2004).

2.9 Uji Analisis Regresi

Regresi linier adalah metode statistika yang digunakan untuk membentuk model hubungan antara variabel terikat dengan satu atau lebih variabel bebas. Apabila banyaknya variabel bebas hanya ada satu, disebut sebagai regresi linier sederhana, sedangkan apabila terdapat lebih dari 1 variabel bebas, disebut sebagai regresi linier berganda.

Beberapa uji yang dilakukan dalam analisa regresi linier diuraikan sebagai berikut :

1. Koefisien Determinasi (R^2)

Koefisien determinasi adalah besarnya keragaman (informasi) di dalam variabel y yang dapat diberikan oleh model regresi yang didapatkan. Nilai R^2 berkisar antara 0 sampai 1. Apabila nilai R^2 dikalikan 100 % maka hal ini menunjukkan

persentase keragaman (informasi) di dalam variabel y yang dapat diberikan oleh model regresi yang didapatkan. Semakin besar nilai R^2 , semakin baik model regresi yang diperoleh.

2. Uji Simultan Model Regresi

Uji simultan pada konsep regresi adalah pengujian mengenai apakah model regresi yang didapatkan benar-benar dapat diterima. Uji simultan bertujuan untuk menguji apakah antara variabel-variabel bebas x dan terikat y , atau stidaknya antara salah satu variabel x dengan variabel terikat y , benar-benar terdapat hubungan linier. Penjabaran secara hitungan untuk uji simultan ini dapat ditemui pada tabel ANOVA (*Analysis Of Variances*). Di dalam tabel ANOVA akan ditemui nilai statistik-F (F_{hitung}), dimana :

Jika $F_{hitung} \leq F_{tabel}(db_1, db_2)$ maka terima H_0 , sedangkan

Jika $F_{hitung} > F_{tabel}(db_1, db_2)$ maka tolak H_0 .

Apabila H_0 ditolak, maka model regresi yang diperoleh dapat digunakan.

Keterangan : db_1 = derajat bebas 1

= $p-1$

db_2 = derajat bebas 2

= $n-p$

p = jumlah variabel (bebas + terikat)

n = jumlah data pembentuk regresi

3. Uji Parsial

Uji parsial digunakan untuk menguji apakah sebuah variabel bebas x benar-benar memberikan kontribusi terhadap variabel terikat y . Uji parsial ini menggunakan uji-t, yaitu :

Jika $t_{hitung} \leq t_{tabel} (n-p)$ maka terima H_0 , sedangkan

Jika $t_{hitung} > t_{tabel} (n-p)$ maka tolak H_0 .

Apabila H_0 ditolak, maka variabel bebas x tersebut memiliki kontribusi yang signifikan terhadap variabel terikat y .

Keterangan : $(n-p)$ = parameter t_{tabel}

p = jumlah variabel (bebas + terikat)

n = jumlah data pembentuk regresi

4. Pengambilan keputusan dengan p -value

Untuk memutuskan apakah H_0 ditolak atau diterima, kita membutuhkan suatu kriteria uji. Kriteria uji yang paling sering digunakan adalah p -value. p -value diartikan sebagai besarnya peluang melakukan kesalahan apabila kita memutuskan untuk menolak H_0 . Pada umumnya, p -value dibandingkan dengan suatu taraf nyata α tertentu, biasanya 0,05 atau 5 %. Taraf nyata α diartikan sebagai peluang kita melakukan kesalahan untuk menyimpulkan bahwa H_0 salah, padahal sebenarnya *statement* H_0 yang benar. (Kurniawan, 2008).

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan maka dapat disimpulkan sebagai berikut :

1. Telah dirancang sensor optik amonia berbasis silika nanomaterial dengan ion pengompleks Nikel(II).
2. Kondisi optimum dari sensor optik amonia berbasis silika nanomaterial dengan ion pengompleks Nikel(II) adalah pada konsentrasi larutan Nikel(II) sebesar 0,003 pada konsentrasi amonia 0,1 M, pH 6, dan waktu optimum terbentuk kompleks $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$ terjadi pada menit ke-10 serta senyawa kompleks $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$ dapat stabil selama 80 menit (1 jam 20 menit).
3. Validasi metode analisis amonia menggunakan ion Ni^{2+} sebagai pengompleks dalam silika nanomaterial secara spektrofotometri UV-DRS memberikan persamaan regresi linear $y = 20.997x + 1.7728$ dengan nilai $R^2 = 0,9826$; LOD 0,0012 M; LOQ 0,0042 M; %RSD = 0,25 %; dan % *recovery* = 101,5 %. Uji model regresi yang diperoleh dari kurva kalibrasi menggunakan program SPSS 16 dapat menolak H_0 dan menerima H_1 . Hal ini berarti model regresi yang diperoleh dari kurva kalibrasi benar-benar dapat diterima karena hipotesis yang menyatakan adanya hubungan antara variabel bebas (x) dan variabel terikat (y). Telah diujikan pada limbah sampah didapatkan konsentrasi amonia sebesar 0,006 M.

5.2 Saran

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan disarankan agar melakukan optimasi lebih lanjut pada sensor optik amonia sehingga metode ini dapat dipakai lebih lanjut untuk analisis kadar amonia dalam sampel yang mengandung konsentrasi amonia yang kecil.

DAFTAR PUSTAKA

- Alaerts, G. 1984. *Metoda Penelitian Air*. Surabaya : Usaha Nasional.
- Alexander,R.C,Khan,S.S,Swarna & patel sandip. 2011. Spectrophotometric method of standard Curve preparation and calculation for Metronidazole. *International Journal Of Pharma Professional's Research*. 2(1) . 175.
- Amaria. 2012. Adsorpsi Ion Sianida dalam Larutan Menggunakan Adsorben Hibrida Aminopropil Silika Gel dari Sekam Padi Terimpregnasi Aluminium. *Jurnal Manusia dan Lingkungan*. 19(1). 56-65.
- Baravkar,A.A., Kale,R.N.(2011). FTIR spectroscopy : Principle, Technique, and Mathematics. *International Journal of Pharma and Bio Sciences*,2(1), 513-519.
- Budiharti & Zainul Arifin, I. Supardi, M. Si. “*Sintesis Nanopartikel Silika Menggunakan Metode Sol-Gel Synthesis Of Silica Nanoparticles With Sol-Gel Method*” vol. 4, 2015.
- Burmistrova, kolontaeva, axel.2015. New Nanomaterials and Luminescent Optical Sensors for Detection of Hydrogen Peroxide. *Chemosensors*.3.253–273.
- Cannilla, C., Bonura, G., Frusteri, F., Spadaro, D., Trocino, S., & Neri, G. 2014 . Development of an ammonia sensor based on silver nanoparticles in a poly-methacrylic acid matrix. *Journal of Materials Chemistry C*.2(29).5778.
- Chan, Chung Chown., Herman Lam., Y.C. Lee., Zue Ming,. 2004. Analytical Method Validation And Instrument Performance Verification. *John Willey & sons, Inc publication. Ney Jersey*.
- Chatwall, G. 1985. *Spectroscopy Atomic and Molecule*. Bombay: Himalaya Publishing House.
- Christian, D. G. 2004. *Analytical Chemistry*, Sixth edition, John Wiley and Sons, USA, 220, 234–254.
- Cotton dan Wilkinson. 1989. *Kimia Anorganik Dasar*. Cetakan Pertama. Jakarta: UI-Press.
- Cotton, F. Albert, dan Geoffrey Wilkinson. 2009. *Kimia Anorganik Dasar*. Jakarta: Universitas Indonesia Press.
- Day, R.A. & Underwood, A.L. 1999. *Analisis Kimia Kuantitatif* . Edisi 6. Erlangga. Jakarta.
- Das, R., Ali, M. E., Hamid, S. B. A. 2014. Current Aplications of X-Ray Powder Diffraction : A Review. *Journal Rev.Adv.Mater.Sci*,38, 95-109.
- Effendy, H. 2003. *Telaah Kualitas Air*. Yogyakarta: Kanisius.
- El shafei, G.M.S. 2000. *Silica Surface Chemical Properties, Adsorption on Silica Surfaces*. New York Marcel. Dekker : 35-62