

**NANOMATERIAL METHAKRILIK SEBAGAI BAHAN
DASAR SENSOR SIANIDA DENGAN METODE
SPEKTROFOTOMETRI UV-Vis**

SKRIPSI

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



SEPTIA HERMINAWATI

1301813 / 2013

KIMIA

PROGRAM STUDI KIMIA

JURUSAN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS NEGERI PADANG

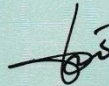
2018

PERSETUJUAN SKRIPSI
NANOMATERIAL METHAKRILIK SEBAGAI
BAHAN DASAR SENSOR SIANIDA DENGAN
METODE SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS.

Nama : Septia Herminawati
Nim : 1301813
Program Studi : Kimia
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, Agustus 2018

Disetujui oleh :



Alizar, S.Pd, M.Sc, Ph.D

NIP. 19700902 199801 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 : Nanomaterial Methakrilik Sebagai Bahan Dasar Sensor Sianida
Dengan Metode Spektrofotometri Uv-Vis.
Nama : Septia Herminawati
NIM : 1301813
Program Studi : Kimia
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

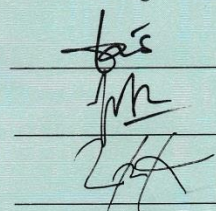
Padang, Agustus 2018

Tim Penguji

Nama

Tanda Tangan

1. Ketua : Alizar, S.Pd, M.Sc, Ph.D
2. Anggota : Sherly Kasuma Warda Ningsih, S.Si, M.Si
3. Anggota : Umar Kalmar Nizar, S.Si, M.Si, Ph.D



SURAT PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Septia Herminawati
TM/NIM : 1301813/2013
Tempat/Tanggal Lahir : Tapus/ 12 September 1994
Program Studi : Kimia
Jurusan : Kimia
Fakultas : MIPA
Alamat : Tapus Selatan, Kec.Padang Gelugur , Kab.Pasaman
No.HP/Telepon : 085263641064
Judul Skripsi : Nanomaterial Methakrilik Sebagai Bahan Dasar
Sensor Sianida Dengan Metode Spektrofotometri Uv-
Vis.

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 ditandatangan **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,



Septia Herminawati
NIM : 1301813

ABSTRAK

Septia Herminawati, 2018 : Nanomaterial Methakrilik Sebagai Bahan Dasar Sensor Sianida Dengan Metode Spektrofotometri Uv-Vis.

Sensor optik sianida berbasis nanomaterial methakrilik telah sukses dikembangkan. Sensor didesain dengan menggunakan nanomaterial methakrilik yang disintesis dengan metode fotopolimerisasi sebagai tempat imobilisasi ion Ni^{2+} . Dari hasil penelitian yang telah dilakukan bahwa respon sensor ditunjukkan dengan adanya perubahan warna sensor dari hijau menjadi kuning setelah diuji dengan ion CN^- . Reaksi antara ion Ni^{2+} yang berwarna hijau dengan ion CN^- yang tidak berwarna terjadi pada nanomaterial methakrilik membentuk senyawa kompleks $[\text{Ni}(\text{CN})_4]^{2-}$ yang berwarna kuning dengan serapan maksimum pada panjang gelombang 289 nm. Kondisi optimum sensor adalah pada pH 6 dengan kepekatan ion Ni^{2+} 0,1 M. Validasi metode analisis sianida menggunakan ion Ni^{2+} memberikan persamaan regresi linear $y = 9,763x + 2,788$ dengan R^2 0,981 pada rentang konsentrasi CN^- 0,0003 M sampai 0,008 M dengan LOD 0,001 M, LOQ 0,003 M dan % *recovery* 119,12 %.

Kata kunci : Sensor optik, Nanomaterial Methakrilik, Sianida.

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Allah SWT yang senantiasa memberikan rahmat, hidayah serta inayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Nanomaterial Methakrilik Sebagai Bahan Dasar Sensor Sianida Dengan Metode Spektrofotometri UV-Vis”**. Salawat 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 mata kuliah Tugas Akhir II pada Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang. Penulisan skripsi ini tidak terlepas dari bantuan, petunjuk, arahan, dan masukan yang berharga dari berbagai pihak. Pada kesempatan ini penulis mengucapkan terimakasih kepada :

1. Bapak Alizar Ulianas, S.Pd, M.Sc, Ph.D selaku pembimbing penelitian.
2. Bapak Dr. H. Indang Dewata, M.Si selaku pembimbing penasehat akademik yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan dalam penyelesaian skripsi ini.
3. Ibu Sherly Kasuma Warda Ningsih, S.Si, M.Si dan Bapak Umar Kalmar Nizar, M.Si, Ph.D selaku dosen penguji.
4. Bapak Dr. Mawardi, M.Si selaku Ketua Jurusan Kimia Universitas Negeri Padang.
5. Bapak Hary Sanjaya, M.Si selaku Ketua Prodi Kimia Jurusan Kimia Universitas Negeri Padang.

6. Staf Akademik Jurusan Kimia Universitas Negeri Padang.
7. Kedua orang tua penulis dan kakak-kakak serta adek tercinta yang telah memberikan semangat serta dorongan kepada penulis dalam melakukan setiap aktivitas penelitian.

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. Untuk kesempurnaan skripsi ini, 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 ISI.....	iv
DAFTAR TABEL.....	vi
DAFTAR GAMBAR	vii
DAFTAR LAMPIRAN.....	viii
BAB I: PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Identifikasi Masalah.....	5
1.3 Batasan Masalah	5
1.4 Rumusan Masalah.....	6
1.5 Tujuan Penelitian	6
1.6 Manfaat Penelitian	6
BAB II: TINJAUAN PUSTAKA.....	7
2.1 Nanomaterial Metakrilik.....	7
2.2 PMAA (<i>Polymetacrylic Acid/ Poli Asam Metakrilat</i>)	8
2.3 Sensor Optik Sianida.....	9
2.4 Sianida (CN ⁻)	11
2.4.1 Sumber Sianida Dan Efek Toksik (CN ⁻).....	13
2.4.1.1 Sumber Sianida	13
2.4.1.2 Toksisitas Sianida	14
2.4.2 Kegunaan Dari Sianida (CN ⁻)	15
2.5 Logam Nikel (Ni ²⁺).....	16
2.6 Proses Polimerisasi (<i>Photopolimerisasi</i>)	18
2.7 Spektrofotometri Uv-Vis	19
2.8 Validasi Metode Analisis.....	21
2.9 Uji Analisis Regresi	24

BAB III: METODE PENELITIAN	27
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian.....	27
3.2 Tahapan Penelitian Secara Umum	27
3.3 Alat dan Bahan.....	27
3.4 Prosedur Penelitian	28
BAB IV: HASIL DAN PEMBAHASAN	34
4.1 Karakterisasi Nanomaterial Methakrilik.....	34
4.2 Uji Respon Sensor Sianida.....	38
4.3 Optimasi Pengompleksan Nanomaterial Methakrilik terimobilisasi Ion Ni^{2+} ... dengan Sianida	40
4.4 Validasi Metode Analisis Nanomaterial Methakrilik terimobilisasi Ion Ni^{2+} dengan Sianida Secara Spektrofotometri UV-Vis	44
BAB V: KESIMPULAN DAN SARAN.....	49
5.1 Kesimpulan	49
5.2 Saran	49
DAFTAR PUSTAKA	50
LAMPIRAN.....	53

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
2.1 Tetapan Pembentukan Dan Laju Pertukaran Beberapa Kompleks Siano	13
2.2 Tanda-Tanda Keracunan Akut Sianida	15
2.3 Data Warna Berdasarkan Panjang Gelombang.....	20
4.1 Data Nilai LOD Dan LOQ.....	45
4.2 Data Nilai Uji Presisi	46
4.3 Data Nilai Koefisien Determinasi Menggunakan Program SPSS 16.....	47
4.4 Data Nilai Analisis ANOVA Menggunakan Program SPSS 16	48
4.5 Data Nilai Koefisien Regresi Menggunakan Program SPSS 16	48

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
2.1 Struktur kimia MAA	8
2.2 Skema Instrumen Spektrofotometer UV-Vis	20
4.1 Hasil analisa FTIR.....	35
4.2 Perkiraan raksi polimerisasi terbentuknya nanomaterial methakrilik	36
4.3 Reaksi polimerisasi tahap inisiasi dan propagasi	36
4.4 Perkiraan tahap polimerisasi asam metakrilat dan DMPP	37
4.5 Hasil analisa SEM	38
4.6 Hasil uji respon sensor sianida	39
4.7 Kurva hubungan variasi konsentrasi Ni^{2+} terhadap nilai absorbansi	41
4.8 Kurva hubungan variasi pH terhadap nilai absorbansi	42
4.9 Kurva waktu terbentuk kompleks $[\text{Ni}(\text{CN})_4]^{2-}$	43
4.10 Kurva kalibrasi sianida.....	44

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Skema Kerja Secara Umum	55
2. Skema Pembuatan Larutan.....	56
3.Sintesis Nanomaterial Methakrilik.....	62
4. Hasil Pengamatan.....	64
5.Perhitungan Pembuatan Larutan	67
6. Data Optimasi Kepekatan Larutan Ion Ni^{2+}	72
7. Data Optimasi Pengaruh pH terhadap Kompleks $[\text{Ni}(\text{CN})_4]^{2-}$	73
8. Data Optimasi Waktu Pengompleksan dan Kestabilan Kompleks $[\text{Ni}(\text{CN})_4]^{2-}$	74
9. Data Kurva Kalibrasi.....	75
10.Data dan Perhitungan LOD dan LOQ.....	76
11.Data dan Perhitungan Uji Presisi.	77
12.Data dan Perhitungan Uji Akurasi	78
13.Menentukan f tabel dan t tabel pada program spss 16	80
14. Hasil uji analisa morfologi FTIR dan SEM	83

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Sianida telah dikenal sebagai racun yang digunakan selama berabad-abad. Sianida terdiri dari beragam senyawa pada berbagai tingkat kompleksitas kimia yang mengandung bagian CN^- , dimana manusia dapat terpapar dalam bentuk gas, cair dan padat dari berbagai sumber alami dan antropogenik. Terlepas dari bentuk kimianya, ion sianida adalah agen beracun yang paling utama. Keberadaan sianida sering ditemui dalam kehidupan sehari-hari (World Health Organization, 2009).

Ion sianida merupakan bahan yang sangat berbahaya dan dapat merusak sistem pernafasan, saluran pencernaan, dan kulit setelah berikatan dengan ion Fe^{2+} pada hemoglobin. Ketika ion Fe^{2+} dalam hemoglobin telah berikatan dengan sianida maka oksigen tidak dapat lagi berikatan dengan ion Fe^{2+} , akibatnya darah tidak lagi membawa oksigen dan seluruh sel dalam tubuh tidak bisa memproduksi energi. Keracunan oleh sianida dapat menimbulkan rangsangan terhadap saraf pernafasan pusat, sehingga terjadilah kelumpuhan (*paralysis*) dari alat-alat pernafasan yang menyebabkan kegagalan bernafas (*asphyxia*) dan bila tidak tertolong akan berakhir dengan kematian (Adiwisastro, 1992).

Toksitas ekstrim dari sianida serta penyalahgunaan sianida sebagai racun mengakibatkan banyaknya penelitian dalam pengembangan metode untuk deteksi sianida. Berbagai metode yang digunakan sebelumnya untuk menganalisa sianida yaitu titrimetri, voltametri, potensiometri, metode elektrokimia, serta kromatografi

ion. Namun metode ini memakan waktu yang lama pada proses pengerjaan, melibatkan penggunaan instrumen canggih dengan batas deteksi yang tinggi serta memerlukan ke ahlian khusus. Metode analisis sianida berdasarkan perubahan warna dipantau dan telah dipelajari selama beberapa tahun terakhir karena implementasinya yang sederhana, murah dan cepat (Xu, 2010).Metode spektrofotometri dapat digunakan untuk penentuan sianida melalui pembentukan warna dengan menggunakan logam sebagai pengompleks yang berdasarkan pada penyerapan oleh sinar UV-Vis.

Kestabilan kompleks sianida bervariasi dan bergantung pada logam pusat. Kompleks lemah seperti kompleks sianida dengan seng dan kadmium akan mudah terurai menjadi sianida bebas. Kompleks sianida dengan tembaga, nikel, dan perak akan lebih sulit terurai dibanding kompleks lemah. Sedangkan kompleks kuat sianida dengan emas, besi, dan kobalt cenderung sukar terurai menghasilkan sianida bebas. Namun kompleks sianida kuat ketika diberikan sinar ultraviolet tetap akan terurai menghasilkan sianida bebas (Pitoy, 2015).

Ion CN^- membentuk kompleks yang sangat stabil dengan ion Ni^{2+} , hal ini terlihat dari harga tetapan kesetimbangan pembentukan kompleks (K_1) yang besar yaitu 10^{30} , sehingga kesetimbangan reaksinya jauh terletak disebelah kanan. Artinya pada reaksi kesetimbangan pembentukan kompleks sianida-nikel, produk yang dihasilkan lebih besar dibandingkan pembentukan kembali reaktan. Persamaan reaksi kimia antara ion Ni^{2+} dengan ion CN^- dalam larutan ditunjukkan pada persamaan reaksi berikut:



Reaksi senyawa kompleks sianida-nikel ini juga terjadi sangat cepat. Kompleks yang reaksinya sangat cepat disebut labil, sedangkan reaksi yang berlangsung secara lambat atau tidak sama sekali disebut inert. Salah satu contoh senyawa kompleks yang memiliki harga tetapan K_1 besar namun bersifat inert yaitu $[\text{Fe}(\text{CN})_3]^{4-}$ dan $[\text{Pt}(\text{CN})_4]^{2-}$ (Raya, 2014).

Nikel dalam keadaan nikel(II) lebih stabil daripada nikel(0), nikel(I), nikel(III) dan nikel(IV) (Cotton dan Wilkinson, 2009). Kompleks nikel(II) dengan ligan kuat yang mampu melakukan pendonoran elektron lebih baik, cenderung memilih struktur bujur sangkar daripada oktahedral. Senyawa kompleks nikel(II) bujur sangkar yang umum dikenal yaitu ion tetrasianonikelat(II) ($[\text{Ni}(\text{CN})_4]^{2-}$). Kompleks sianida-nikel yang berbentuk bujur sangkar dengan ligan sianida yang kuat akan semakin stabil dengan jari-jari ion Ni^{2+} (Å) 0,78 (Sugiyarto, 2003).

Ion Ni^{2+} dengan larutan sianida dapat bereaksi membentuk kompleks tetrasianonikelat(II) ($[\text{Ni}(\text{CN})_4]^{2-}$) yang berwarna kuning. Warna larutan ion Ni^{2+} yang berwarna hijau akan berubah menjadi warna kuning setelah bereaksi dengan ion sianida membentuk kompleks tetrasianonikelat(II) ($[\text{Ni}(\text{CN})_4]^{2-}$). Pada persamaan reaksi pengompleksan ion CN^- dengan ion Ni^{2+} dapat menentukan konsentrasi sianida dalam suatu sampel pada kondisi optimum secara spektrofotometri UV-Vis.

Sensor anion juga telah dikembangkan untuk menjawab kebutuhan analisis ion-ion yang membahayakan pada bidang biologi, lingkungan dan industry. Salah satu contoh anion yang berbahaya adalah anion sianida (CN^-). Anion sianida adalah

satu diantara banyak anion yang paling banyak digunakan dalam pembuatan fiber sintetis, resin, herbisida, industri logam dan pertambangan emas. Anion sianida juga dihasilkan pada ketela pohon, gadung, talas dan bengkoang (Adiwiseastra, A. 1992).

Nanomaterial dengan ukuran 10-100 nm memiliki sifat-sifat mekanik, optik, magnetik, dan listrik yang menarik untuk dieksplorasi penggunaannya. Biasanya, partikel nanomaterial dikatakan memiliki ukuran dimensi dibawah 100 nm, walaupun belum ada definisi yang secara universal telah disepakati. Sifat-sifat fisik dari nanomaterial bisa berubah dengan perubahan dimensinya. Diantara sifat-sifat yang paling penting dari nanomaterial adalah dimensi partikel, luas permukaan (*surface area*) dan struktur atomik. Karena dimensinya yang kecil (20 kali lebih kecil dari panjang gelombang cahaya tampak). Luar permukaan yang besar membuat nanomaterial lebih prospektif digunakan sebagai sensor yang melibatkan reaksi kimia. Nanomaterial dapat mengikat ion Ni^{2+} sehingga nanomaterial dapat dijadikan media sensor optik sianida. (Bassett, J. 1994).

Berdasarkan uraian di atas, maka penulis mengajukan penelitian yang berjudul “Nanomaterial Metakrilik Sebagai Bahan Dasar Sensor Sianida Dengan Metode Spektrofotometri UV-Vis”.

1.2 Identifikasi Masalah

Sianida banyak disalahgunakan sebagai racun yang mematikan, karena dapat merusak sistem pernafasan, saluran pencernaan, dan kulit serta juga dapat membunuh mamalia setelah berikatan dengan ion Fe^{2+} pada hemoglobin. Analisis sianida berdasarkan nanomaterial metakrilik dapat dilakukan dengan cara pengompleksan ion CN^- dan ion Ni^{2+} pada nanomaterial methakrilik. Melalui senyawa kompleks yang terbentuk dapat diukur serapannya dengan menggunakan instrument spektrofotometri UV-Vis dan diharapkan dapat digunakan sebagai metode alternatif untuk menentukan kadar sianida dan nikel.

1.3 Batasan Masalah

Adapun batasan masalah pada penelitian ini adalah:

1. Penentuan panjang gelombang maksimum kompleks CN^- dengan Ni^{2+} pada nanomaterial metakrilik.
2. Optimasi pengompleksan CN^- dengan Ni^{2+} pada nanomaterial metakrilik berdasarkan variasi konsentrasi Ni^{2+} , pengaruh pH dan penentuan waktu respon.
3. Validasi metode analisis sianida berdasarkan nanomaterial metakrilik dilakukan dengan pembuatan kurva kalibrasi dan penentuan linearitas, penentuan batas deteksi (LOD) dan batas kuantifikasi (LOQ), uji presisi, dan uji akurasi.
4. Uji analisis regresi menggunakan program SPSS 16.

1.4 Rumusan Masalah

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

1. Berapa panjang gelombang maksimum dari kompleks CN^- dengan Ni^{2+} pada nanomaterial metakrilik?
2. Bagaimana kondisi optimum dari pengompleksan CN^- dan Ni^{2+} terimobilisasi pada nanomaterial metakrilik?
3. Bagaimana validasi metode analisis CN^- menggunakan Ni^{2+} terimobilisasi pada nanomaterial metakrilik sebagai pengompleks secara Spektrofotometri UV-Vis ?

1.5 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah:

1. Menentukan panjang gelombang maksimum dari kompleks CN^- dengan Ni^{2+} pada nanomaterial metakrilik.
2. Penentuan kondisi optimum dari pengompleksan CN^- dan Ni^{2+} pada nanomaterial metakrilik.
3. Menentukan validasi metode analisis dari pengompleksan CN^- dengan Ni^{2+} pada nanomaterial metakrilik dengan menggunakan Spektrofotometri UV-Vis.
4. Menentukan uji analisa regresi menggunakan program SPSS 16.

1.6 Manfaat Penelitian

Adapun manfaat dari penelitian ini adalah:

1. Memberikan informasi kepada pembaca tentang kondisi optimum pengompleksan CN^- dengan Ni^{2+} pada nanomaterial metakrilik sebagai sensor optic CN^- .
2. Dapat digunakan sebagai sumber ide dan referensi untuk penelitian selanjutnya.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Nanomaterial Methakrilik

Nanoteknologi adalah salah satu area penelitian yang populer saat ini dan telah dikembangkan dalam berbagai ilmu, termasuk dalam bidang material logam, polimer, keramik, dan komposit. Nanomaterial methakrilik telah dikembangkan pada keempat material tersebut untuk aplikasi praktik perawatan kesehatan. Nanomaterial methakrilik saat ini telah dikembangkan dan digunakan secara praktikal untuk berbagai aplikasi medis, seperti penghantar obat, pengiriman gen, dan diagnostik molekuler. Nanomaterial methakrilik juga dikembangkan untuk aplikasi kedokteran gigi. (Usmani, A; Akmal, N. 1994)

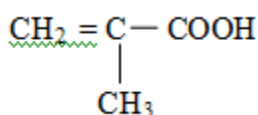
Adanya perkembangan dalam memodifikasi material akrilik, maka kelemahan ini dapat diatasi. Resin dapat diperkuat dengan menggunakan material yang berbeda untuk meningkatkan kekuatannya. Material akrilik tambahan ini menghasilkan suatu komposit. Material akrilik tambahan ini dapat diklasifikasikan menjadi bahan penguat, bahan pengisi, atau bahan pengisi yang menguatkan.

Komposit adalah sistem multi fasa yang terdiri dari bahan matriks dan bahan penguat. Komposit merupakan kombinasi dua jenis bahan atau lebih untuk meningkatkan sifat mekanik suatu bahan. Semakin kecil partikel yang dihasilkan maka semakin baik sifat mekanik yang dimiliki suatu bahan. Saat ini, sintesis partikel dengan sistem nano telah banyak dikembangkan. Keuntungan dari nanopartikel adalah meningkatkan sifat mekanik seperti kekuatan fatik, kekerasan dan resistensi

terhadap goresan. Nanokomposit adalah komposit dimana salah satu fasanya menunjukkan dimensi dalam rentang nanometer ($1 \text{ nm} = 10^{-9} \text{ m}$) (Luo, 2004).

2.2 PMAA (*Polymetacrylic acid/ Poli asam metakrilat*)

PMAA disintesis dari MAA (*metacrylic acid/asam metakrilat*) sebagai monomer. Struktur kimia MAA dapat dilihat pada gambar berikut.



gambar 2.1 Struktur kimia MAA

MAA memiliki massa molar sebesar 86 g/mol dan mempunyai satu ikatan rangkap. Keunggulan MAA dibandingkan dengan jenis monomer yang lain adalah cukup mudah untuk diperoleh dengan harga yang terjangkau. Selain itu, MAA yang termasuk golongan asam karboksilat memiliki kemampuan yang baik dalam berinteraksi dengan molekul *template* untuk membentuk cetakan molekul dalam badan polimer (Yan dan Row, 2006).

Dalam penelitian ini sintesis PMAA sebagai sorben pada ekstraksi fasa padat untuk mengidentifikasi diazinon dalam sampel minuman, PMAA lebih selektif dalam menyeleksi keberadaan diazinon dalam sampel minuman. Keunggulan PMAA jika dibandingkan dengan adsorben lain adalah stabilitasnya yang tinggi, preparasinya yang mudah, dan biaya yang murah. kemampuan poles yang baik, stabilitas warna dan estetik yang baik, dan dapat bertahan dalam waktu yang cukup lama (Lavignac, *et al.*, 2004).

Material restoratif resin akrilik (PMMA) memiliki sifat mekanik yang lebih rendah jika dibandingkan dengan resin komposit. Resin akrilik memiliki kekuatan kompresif yang rendah, kekuatan tarik yang rendah, modulus elastisitas yang rendah, dan memiliki kekerasan dan ketahanan abrasi yang rendah. Adanya perkembangan dalam memodifikasi material akrilik, maka kelemahan ini dapat diatasi. Resin dapat diperkuat dengan menggunakan material yang berbeda untuk meningkatkan kekuatannya. Material tambahan untuk komposit polimer dapat diklasifikasikan menjadi bahan penguat, bahan pengisi, atau bahan pengisi yang menguatkan.

Penambahan partikel bahan pengisi ke dalam matriks resin dapat meningkatkan sifat material, apabila partikel bahan pengisi berikatan baik dengan matriks. Tujuan utama dari penambahan partikel bahan pengisi adalah memperkuat komposit dan mengurangi sejumlah material matriks. (Schweiger, B. 2009).

2.3 Sensor Optik Sianida

Sensor optik (optode) merupakan salah satu tipe sensor kimia yang menghubungkan pengukuran spektroskopi dengan reaksi kimia yang terjadi. Optode didasarkan pada reaksi suatu komponen analit yang berupa gugus ionofor (gugus pengenalan) yang selektif terhadap suatu komponen aktif yang ditempatkan dalam sebuah matriks contohnya seperti indikator atau kromionofor. Optode memiliki sensitivitas terhadap analit khusus. (Guell *et al.* 2007).

Optode pertama kali dipelajari untuk penginderaan jarak jauh dalam aplikasi medis. Miniaturisasi perangkat serat optik dirancang dan dibuat dalam matriks biologis yang digunakan untuk mengukur hamburan balik cahaya dengan teknik pendaran. Pada tahun 1968, Bergman membuat jenis sensor optik oksigen pertama berdasarkan teknik fluoresensi yang kemudian diterapkan dalam pengobatan oleh Lubbers dan Opitz, pada tahun 1975. Bregman membuat membran dengan ketebalan sekitar 25 – 50 μm dari tiga polimer berbeda yaitu polietilena, karet silikon, dan karet alam yang sebelumnya telah dicampurkan hidrokarbon aromatik polisiklik di masing-masing membran. Membran tersebut kemudian direndam dalam sikloheksana yang mengandung pewarna fluoresen. (Spichiger-keller 1998).

Sensor optik menggunakan membran sebagai matriks dalam mendeteksi suatu analit. Membran ini dibuat dengan berbagai teknik seperti ikatan kovalen reagen dengan matriks membran, serapan kimia fisika, serta penjeratan reagen secara fisika (Deepa & Ganesh 2014). Bidang sensor kimia optik telah mengalami berbagai pengembangan, seperti pengembangan transduser, bahan pengenalan (sensor) serta teknik pengukuran analitis untuk mengkorelasi sinyal optik untuk kuantitas analit. Dalam sensor / biosensor kimia, harus ada beberapa proses pengenalan *reversibel* atau *regenerable* selektif yang relevan untuk analit, dan alat yang dapat menerjemahkan proses ini menjadi sinyal optik yang memadai (transduksi) untuk optode. (Yari A, Abdoli HA. 2010).

2.4 Sianida (CN⁻)

Sianida merupakan senyawa kimia yang mengandung gugus siano ($\text{—C}\equiv\text{N}$), yang terdiri dari unsur karbon dan nitrogen radikal, dan dapat ditemukan dalam berbagai senyawa organik maupun anorganik. Beberapa senyawa sianida anorganik seperti natrium sianida (NaCN) dan potassium sianida (KCN) merupakan kelompok senyawa yang memiliki ion sianida poliatomik bermuatan negatif (CN⁻). Senyawa ini merupakan garam dari asam hidrosianat yang sangat beracun. Beberapa jenis sianida organik biasanya disebut nitril, pada senyawa jenis ini gugus CN berikatan kovalen dengan gugus karbon, seperti metil (CH₃) dimetil sianida (asetonitril). Karena senyawa nitril tidak melepaskan ion sianida bebas, maka senyawa ini umumnya kurang beracun, atau dalam kasus polimer tidak larut seperti serat akrilik, pada dasarnya tidak beracun kecuali dibakar (Pitoy, 2015).

Bentuk umum dari sianida yaitu hidrogen sianida (HCN) merupakan gas yang tidak berwarna atau cairannya bersifat volatil, memiliki bau pahit seperti bau almond. Hidrogen sianida (HCN) mendidih pada 25,7°C dan membeku pada 13,2°C. Ketika hidrogen sianida dilarutkan dalam air, maka akan terbentuk asam hidrosianat. Asam ini memiliki pK_a dari 9,2 dan sangat lemah sehingga tidak akan mengubah kertas lakmus biru menjadi merah.

Sianida dalam beberapa bentuk adalah racun yang sangat kuat dan bekerja dengan cepat. Ketika direaksikan dengan logam dan senyawa organik, maka akan membentuk garam yang sederhana dan garam kompleks serta beberapa senyawa, biasanya bentuk yang paling umum digunakan dalam menghasilkan produk diatas

adalah hidrogen sianida, sodium sianida, dan kalium sianida. Hidrogen sianida (HCN) bisa menjadi bahaya kebakaran yang sangat berbahaya bila terkena panas, api, atau pengoksidasi. Semua bentuk sianida dapat menjadi racun pada tingkat tinggi, tetapi hidrogen sianidalah yang merupakan bentuk paling mematikan dari racun (Dash, 2009; Vogel, 1990).

Ion sianida menyerupai ion halida dalam beberapa hal, mereka kadang-kadang disebut sebagai ion “pseudohalide”. Perak sianida seperti halida perak, hampir tidak dapat larut dalam air. Ion sianida membentuk kompleks stabil dengan banyak logam (Egekeze, 1980).

Sianida dapat membentuk kompleks dengan logam kadmium, tembaga, nikel, perak, seng, besi, emas, kobalt, platina, dan beberapa logam lainnya. Kompleks sianida ketika terlarut menghasilkan HCN dalam jumlah yang sedikit atau bahkan tidak ada sama sekali tergantung pada stabilitas kompleks tersebut. Kestabilan kompleks sianida bervariasi dan bergantung pada logam pusat. Ion-ion tertentu seperti besi, tembaga, nikel, mangan, timbal, seng, kadmium, timah, dan perak dapat bereaksi dengan kompleks sianida seperti $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ (ferosianida) $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$ (ferisianida) membentuk garam yang sukar larut (mengendap) (Pitoy, 2015).

Tabel.2.1 Tetapan Pembentukan dan Laju Pertukaran Beberapa Kompleks Siano
(Raya, 2014)

Kompleks	Kons. Pembentukan (K_1)	Laju Pertukaran
$[\text{Ni}(\text{CN})_4]^{2-}$	10^{30}	Sangat cepat
$[\text{Hg}(\text{CN})_4]^{2-}$	10^{42}	Sangat cepat
$[\text{Fe}(\text{CN})_4]^{3-}$	10^{44}	Sangat lambat
$[\text{Fe}(\text{CN})_4]^{4-}$	10^{37}	Sangat lambat
$[\text{Pt}(\text{CN})_4]^{2-}$	10^{40}	1 menit

Bila diperhatikan tabel tersebut menunjukkan bahwa tidak tergambar adanya hubungan antara besarnya tetapan kesetimbangan pembentukan kompleks dan laju pertukaran dengan ion sianida bertanda dalam larutan berair. Misalnya $[\text{Hg}(\text{CN})_4]^{2-}$ secara termodinamika merupakan kompleks yang stabil dan secara kinetika merupakan kompleks yang labil. Sehingga dalam larutan reaksi pertukaran ligannya terjadi beberapa kali setiap detiknya. Tetapi ligan yang masuk selalu sianida disamping air yang kelimpahannya berlebihan (Raya, 2014).

1.4.1 Sumber Sianida dan Efek Toksik (CN^-)

1.4.1.1 Sumber Sianida

Banyak perairan limbah industri mengandung senyawa beracun seperti logam, sianida, fenol dan lainnya, yang berpengaruh negatif terhadap efisiensi pengolahan biologis. Sianida diproduksi dalam skala industri dari 2-3 juta ton per tahun, hal ini dapat terlihat pada beberapa perairan limbah industri. Berbagai industri, termasuk

petrokimia, pabrik yang memproduksi baja, pertambangan emas, fotografi, adalah yang bertanggung jawab terhadap polusi sianida. Produksi dari nitril, nilon dan akrilik juga dihubungkan dengan masalah lingkungan yang disebabkan oleh sianida (Gijzen, 2000; Xu, 2010).

Meskipun sianida ditemukan secara meluas di permukaan air yang berasal dari limbah industri namun sianida juga berasal dari sumber-sumber biologis. Sianida terjadi secara alami di beberapa makanan (misalnya, singkong, rebung, rami/lenan, sorghum, almond pahit) dan secara alami dihasilkan oleh mikroorganisme (bakteri, jamur, dan alga) sebagai bagian dari jalur metabolisme nitrogen mereka. Di beberapa negara, sumber yang paling umum dari paparan sianida adalah asupan makanan yang sering dari singkong. Sianida yang dihasilkan oleh alga dan bakteri merupakan sumber potensial kontaminasi, khususnya pada sumber air minum. Kontaminasi sianida dalam air minum biasanya dari sumber industri atau larut dari tempat limbah industri (Christison, 2007).

1.4.1.2 Toksisitas Sianida

Sianida adalah bahan yang sangat berbahaya dan merupakan racun bagi semua organisme aerobik. Sianida dapat mempengaruhi banyak fungsi dalam tubuh, termasuk pembuluh darah, visual, saraf pusat, jantung, endokrin, dan sistem metabolik (Xu, 2010). Ion sianida merusak penyerapan melalui paru-paru, saluran pencernaan, dan kulit dan juga dapat membunuh mamalia setelah berikatan dengan dengan ion Fe^{2+} pada hemoglobin (Lee, 2008). Pada sistem endokrin, sianida juga mengganggu penyerapan yodium oleh tiroid. Paparan kronis sianida dapat

menyebabkan gondok, beberapa penyakit neuromuskular, dan kretinisme dimana kurangnya dalam menghasilkan yodium dalam keterbelakangan fisik dan mental (Christison, 2007). Efek toksikodinamik dari sianida dapat bergantung pada dosis, respon dari dalam tubuh, bentuk kimia dari sianida dan faktor-faktor lainnya termasuk jenis kelamin, usia, berat badan, tingkat stres, dan kondisi fisik secara umum (Xu, 2010)

Tabel.2.2 Tanda-tanda keracunan akut sianida (Ballantyne, 1983)

No	Tanda-tanda keracunan akut sianida
1	Takipnea
2	Kurangnya koordinasi gerakan refleks tubuh
3	Irama jantung yang abnormal
4	Kejang-kejang
5	Koma
6	Kegagalan pernapasan
7	Kematian

2.4.2 kegunaan dari sinida (CN⁻)

Senyawa sianida organik maupun anorganik, secara luas digunakan di beberapa industri, seperti industri pertambangan emas, farmaka, batubara, industri plastik, akrilik fiber, produksi resin, *electroplating*, dan industri tepung ubi kayu. Dalam industri pertambangan, terutama untuk membantu melarutkan emas dan perak dari bijihnya, tetapi juga digunakan sebagai reagen pada proses flotasi dalam konsentrasi

yang rendah untuk pemulihan logam dasar seperti tembaga, timbal dan seng (Botz, 2015; Sulistinah, 2016).

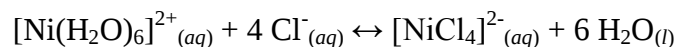
2.5 Logam Nikel (Ni^{2+})

Nikel adalah logam putih perak yang keras dan memiliki nomor atom 28 dengan konfigurasi elektronnya $[\text{Ar}] 3d^8 4s^2$. Nikel dalam keadaan murni bersifat liat, dapat ditempa dan sangat kukuh. Logam ini melebur pada 1455°C dan bersifat sedikit magnetis. Nikel memiliki 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) membentuk sejumlah besar 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. Seperti halnya kobalt(II), kompleks yang lazim mengadopsi geometri tetrahedron yaitu halida, misalnya ion tetrakloronikelat(II) yang berwarna biru. Ion

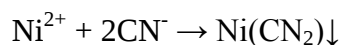
heksaakuanikel(II) berwarna hijau senyawa kompleks ini terbentuk dari penambahan HCl pekat ke dalam larutan garam nikel(II) dalam air menurut persamaan reaksi :



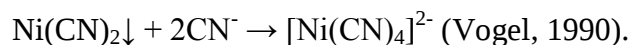
Hijau kuning

Senyawa kompleks nikel(II) bujursangkar yang umum dikenal yaitu ion tetrasianonikelat(II), $[\text{Ni}(\text{CN})_4]^{2-}$, yang berwarna kuning (Sugiyarto, 2003).

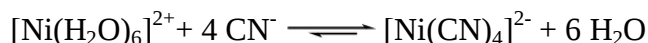
Reaksi ion nikel(II) dengan larutan kalium sianida: endapan hijau nikel(II) sianida:



Endapan mudah larut dalam reagensia berlebihan, maka akan timbul larutan berwarna kuning yang disebabkan oleh terbentuknya ion kompleks tetrasianonikelat(II):



Nikel(II) membentuk senyawa kompleks yang stabil dengan ion sianida, karena kesetimbangan reaksinya terletak jauh disebelah kanan. Artinya pada reaksi kesetimbangan pembentukan kompleks $[\text{Ni}(\text{CN})_4]^{2-}$, produk yang dihasilkan lebih besar dibandingkan pembentukan kembali reaktan. Persamaan kesetimbangan reaksinya seperti berikut:



Meskipun sangat stabil, senyawa kompleks nikel-sianida ini juga bersifat labil karena persutukan ligananya dapat terjadi dengan cepat (Rivai, 1995).

2.6 Proses Polimerisasi (*Photopolimerisasi*)

Polimer merupakan molekul besar terbentuk dari unit-unit berulang yang sederhana. Polimer dapat ditemukan di alam dan dapat disintesis di laboratorium. Polimerisasi adalah proses pembentukan polimer dari monomernya. Reaksi tersebut akan menghasilkan polimer dengan susunan ulang tertentu. Proses polimerisasi akan menentukan jenis polimer yang dihasilkan. Proses pembentukan polimer (polimerisasi) dibagi menjadi dua golongan, yaitu polimerisasi adisi dan polimerisasi kondensasi. Pempolimeran dengan metode potopolimerisasi adalah menggunakan cahaya *Ultra-Violet* (UV) untuk mengaktifkan monomer menjadi radikal bebas atau ion untuk memulai terjadinya reaksi pempolimeran. Proses pempolimeran dari molekul monomer atau oligomer dilakukan dengan menyinari bahan polimer dengan cahaya ultra violet (UV) (Fouassier *et al.*, 2003).

Kelebihan metode ini adalah lebih cepat dan mudah untuk dikendalikan, biaya rendah dan ramah lingkungan. Dasar dari pempolimeran dengan metode potopolimerisasi adalah terjadinya penyerapan cahaya oleh monomer apabila disinari dengan cahaya UV sehingga menghasilkan beberapa jenis monomer aktif seperti radikal bebas, kation dan anion. Monomer aktif ini bergabung secara ikatan kimia untuk membentuk rantai polimer (Fouassier *et al.* 2003). Untuk memudahkan terjadinya reaksi pempolimeran, kepada monomer perlu ditambahkan bahan inisiasi yang sensitif terhadap cahaya UV. Bahan inisiasi ini akan membentuk radikal bebas dengan mudah jika disinari dengan cahaya UV dan seterusnya bereaksi dengan monomer untuk membentuk radikal bebas pada monomer. Seterusnya reaksi antara

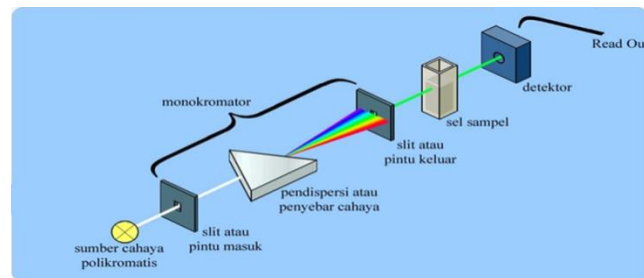
radikal bebas monomer akan membentuk polimer, contoh bahan inisiasi yang telah digunakan untuk sintesis polimer dengan metode fotopempolimeran adalah 2,2-dimetoksi-2-fenilasetofenon (DMPP) (Alizar *et al.*, 2011, 2012, 2014a, 2014b, Dedi *et al.*, 2016).

2.7 Spektrofotometri UV-Vis

Spektrofotometer UV-Visible (UV-Vis) merupakan alat untuk mengukur respon yang dihasilkan dari interaksi kimia suatu zat dengan sinar/cahaya daerah UV-Vis yang melewatinya. Apabila sinar/cahaya yang jatuh pada suatu medium homogen, sebagian dari sinar masuk akan dipantulkan, sebagian sinar lagi akan diserap oleh medium, dan sisanya akan diteruskan. Hal ini dapat diukur dan dinyatakan sebagai reflektansi, absorbansi, dan transmittan. Nilai absorbansi menunjukkan perbandingan intensitas sinar yang diserap zat terhadap intensitas sinar asal sedangkan transmittan merupakan fraksi antara intensitas sinar yang masuk terhadap intensitas sinar yang keluar. (Parven N, Rohan Y. 2011)

Spektrofotometri UV-Vis dapat digunakan untuk informasi kualitatif maupun kuantitatif. Spektrofotometri UV-Vis 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.

Spektrum ultraviolet dan sinar tampak biasanya diperoleh dengan melewatkan cahaya pada panjang gelombang tertentu (200-800 nm) dalam spektroskopi UV dan sinar tampak absorpsi energi direkam sebagai absorbans. Spektrofotometer memiliki komponen-komponen pokok meliputi sumber radiasi, monokromator, sel sampel, detektor, dan read out (pembaca) seperti terlihat pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Skema Instrumen Spektrofotometer UV-Vis

Metode spektrofotometer inilah yang paling tepat untuk menetapkan antara lain konsentrasi zat-zat dalam larutan dan padatan. Setiap komponen dari instrumen yang dipakai harus berfungsi dengan baik untuk mendapatkan hasil pengukuran yang optimum (Parven N, Rohan Y. 2011).

Tabel.2.3 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
---------	-------	----------------

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 ditujukan 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 metode diuraikan sebagai berikut:

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:

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

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 berikut ini:

$$\%RSD = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100\% \dots \dots \dots (2)$$

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 80 – 110 %. Nilai *% recovery* (%R) dapat juga ditetapkan melalui persamaan berikut (Ulianas, 2011).

$$\%R = \frac{C_s}{C} \times 100\% \dots \dots \dots (3)$$

Keterangan : C_s = Konsentrasi sianida yang ditentukan (M)

C = Konsentrasi sianida sebenarnya (M)

Konsentrasi sianida di tentukan dengan menggunakan persamaaan $y = ax + b$. Dengan memasukkan harga y (absorbansi) maka harga x (konsentrasi) dapat ditentukandengan persamaan $y = ax + b$.

3. Linearitas

Linearitas adalah metode analisis yang memiliki kemampuan untuk mendapatkan hasil uji data variabel yang berbanding lurus dengan konsentrasi 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 yang proses analisisnya dapat dipercaya membedakan dari tingkat latar belakangnya. Batas kuantifikasi adalah jumlah 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.

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

$$LOD = 3 \frac{\frac{SY}{X}}{slope} \dots\dots\dots(4)$$

$$LOQ = 10 \frac{SY/X}{slope} \dots\dots\dots(5)$$

Keterangan : LOD = Batas Deteksi

LOQ = Batas Kuantisasi

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 (dependen, respon, y) dengan satu atau lebih variabel bebas (independen, prediktor, x). Apabila banyaknya variabel bebas hanya ada satu, disebut sebagai regresi linier sederhana, seangkan apabila terdapat lebih dari 1 variabel bebas, disebut sebagai regresi linier berganda.

Beberapa uji yang dilakukan dalam analisis 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.

$$R^2 = 1 - \frac{SS\ Error}{SS\ Total} = 1 - \frac{\sum (y_i - \hat{y}_i)^2}{\sum (y_i - \bar{y})^2}$$

Keterangan :
 y_i = observasi respon ke - i
 $\bar{y}$ = rata - rata
 $\hat{y}_i$ = ramalan respon ke - i

.....(6)

2. Uji Simultan Model Regresi

Uji simultan pada konsep regresi linier 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 setidaknya tidaknya antara salah satu variabel x dengan variabel terikat y, benar-benar terdapat hubungan linier (*linear relation*).

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. Panjang gelombang maksimum serapan untuk pengompleksan ion CN^- dengan ion Ni^{2+} secara spektrofotometri UV-Vis adalah 289 nm.
2. Kondisi optimum untuk pengompleksan ion CN^- dengan ion Ni^{2+} secara spektrofotometri UV-Vis adalah pada pH 6, kepekatan larutan Ni sebesar 0,1 M pada konsentrasi sianida 0,4 M, dan waktu optimum terbentuk kompleks $[\text{Ni}(\text{CN})_4]^{2-}$ terjadi pada menit ke-90 pada senyawa kompleks $[\text{Ni}(\text{CN})_4]^{2-}$.
3. Validasi metode analisis sianida menggunakan ion Ni^{2+} secara spektrofotometri UV-Vis memberikan persamaan regresi linear $y = 9,763x + 2,788$ dengan nilai $R^2 = 0,981$; LOD 0,001 M; LOQ 0,003 M; %RSD = 0,67 %; dan % *recovery* = 119,12 %.
4. 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).

5.2 Saran

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan disarankan agar melakukan optimasi lebih lanjut pada pengompleksan ion CN^- dengan ion Ni^{2+} sehingga metode ini dapat dipakai lebih lanjut untuk analisis kadar sianida dalam sampel yang mengandung konsentrasi sianida yang kecil.

DAFTAR PUSTAKA

- Adiwisastro, A. 1992. *Keracunan: Sumber, Bahaya serta Penanggulangannya*. Bandung: Angkasa Bandung.
- 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.
- Ballantyne, Bryan. 1983. *Artifacts in the Definition of Toxicity by Cyanides and Cyanogens*. Fundamental and Applied Toxicology. 3. 400-408.
- Bassett, J., R. C. Denney, G. H. Jeffrey, J. Mendhom. 1994. *Buku Ajar Vogel: Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik*. Jakarta: EGC.
- Botz, M.M., T. I. Mudder, A. Akcil. 2015. *Cyanide Treatment: Physical, Chemical and Biological Processes (Chapter 36)*. 1-28.
- Cotton, F. Albert, dan Geoffrey Wilkinson. 2009. *Kimia Anorganik Dasar*. Jakarta: Universitas Indonesia Press.
- Chan, Chung Chow, Herman Lam, Y. C. Lee, dan Xue-Ming Zhang (eds). 2004. *Analytical Method Validation and Instrument Performance Verification*. New Jersey : A John Wiley & Sons, Inc Publication.
- Christian, Gary D. 2004. *Analytical Chemistry*, 6th edition. New York: John Wiley & Sons Inc.
- Christison, Terri T., dan Jeffrey S. Rohrer. 2007. *Direct Determination of Free Cyanide in Drinking Water by Ion Chromatography with Pulsed Amperometric Detection*. Journal of Chromatography A. 1155. 31-39.
- Coates, J., 2000, *Interpretation in infrared Spectra, A Practial Approach*. Chichester: John Wiley & Sons Ltd.
- Dash, Rajesh Roshan, Abhinav Gaur, dan Chandrajit Balomajumder. 2009. *Cyanide in Industrial Wastewaters and Its Removal: A Review on Biotreatment*. Journal of Hazardous Materials. 163. 1-11.
- Egekeze, O. John, dan Oehme, Frederick W. 1980. *Cyanides and Their Toxicity: A Literature Review*. Veterinary Quarterly. 2(2). 104-114.
- Fouassier, J. P., X. Allonas, and D. Burget, 2003. Photopolymerization reactions under visible light: principle, mechanisms and axamples of applications. *Progress in organic coatings*, 47.1 16-36.
- Gaulitz, G., and T, Vo-Dinh., 2003. *Handbook of Spectroscopy*. Weinhem : WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- Gijzen, Huub J., Elisabeth Bernal, dan Henry Ferrer. 2000. *Cyanide Toxicity and Cyanide Degradation in Anaerobic Wastewater Treatment*. 34(9). 2447-2454.