

**OPTIMASI KOMPLEKS NH_3 DENGAN ION Ni^{2+} UNTUK
MENENTUKAN KADAR AMONIAK SECARA SPEKTROFOTOMETRI
UV-Vis**

SKRIPSI

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



OLEH:

**SITI FADILLAH MUNAWWAROH
16036101/2016**

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

PERSETUJUAN SKRIPSI

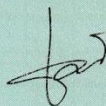
**OPTIMASI KOMPLEKS NH_3 DENGAN ION Ni^{2+} UNTUK MENENTUKAN KADAR
AMONIAK SECARA SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS**

Nama : Siti Fadillah Munawwaroh
NIM : 16036101
Program Studi : Kimia
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, Agustus 2018

Disetujui oleh

Pembimbing



Alizar, S.Pd, M.Sc, Ph.D
NIP. 19700902 1999801 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 : **OPTIMASI KOMPLEKS NH_3 DENGAN ION Ni^{2+}
UNTUK MENENTUKAN KADAR AMONIAK
SECARA SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS**

Nama : Siti Fadillah Munawwaroh

NIM : 16036101

Program Studi : Kimia

Jurusan : Kimia

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, Agustus 2018

Tim Penguji

Nama

Tanda Tangan

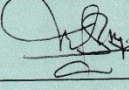
1. Ketua : Alizar, S.Pd, M.Sc, Ph.D

1. 

2. Anggota : Hary Sanjaya, S.Si, M.Si

2. 

3. Anggota : Miftahul Khair, S.Si, M.Sc, Ph.D

3. 

SURAT PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

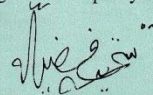
Nama : Siti Fadillah Munawwaroh
TM/NIM : 16036101/2016
Tempat/Tanggal Lahir : Koto Tuo, Panyalaian/06 Februari 1994
Program Studi : Kimia
Jurusan : Kimia
Fakultas : MIPA
Alamat : Batusangkar
No.HP/Telepon : 081275849362
Judul Skripsi : Optimasi Kompleks NH_3 dengan Ion Ni^{2+} untuk
Menentukan Kadar Amoniak secara 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,



Siti Fadillah Munawwaroh
NIM : 16036101

ABSTRAK

Siti Fadillah M, 2018 : Optimasi Kompleks NH_3 dengan Ion Ni^{2+} untuk Menentukan Kadar Amoniak secara Spektrofotometri UV-Vis.

Analisis amoniak berdasarkan pengompleksan ion amoniak dengan ion Ni^{2+} secara Spektrofotometri UV-Vis telah dilakukan. Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan panjang gelombang maksimum serapan kompleks nikel-amoniak, kondisi optimum dan validasi secara spektrofotometri UV-Vis. Reaksi antara ion Ni^{2+} yang berwarna hijau dengan amoniak yang tidak berwarna terjadi di dalam larutan membentuk senyawa kompleks $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$ yang berwarna biru, serapan maksimum diperoleh pada panjang gelombang 585 nm. Optimasi pengompleksan amoniak dengan ion Ni^{2+} memberikan kondisi optimum kepekatan larutan Ni^{2+} sebesar 0,001 M pada konsentrasi amoniak 0,006 M, pH 6, dan waktu optimum terbentuk kompleks terjadi pada menit ke-10 serta senyawa kompleks dapat stabil selama 140 menit (± 2 jam 20 menit). Validasi metode analisis amoniak menggunakan ion Ni^{2+} memberikan persamaan regresi linear $y = 3,567x + 0,047$ dengan nilai $R^2 = 0,988$ pada rentang konsentrasi amoniak 0,0003 M sampai 0,008 M; LOD 0,001 M; LOQ 0,003 M; % RSD = 1,33 %; dan % *recovery* = 104,4 %. Konsentrasi amoniak pada aplikasi sampel air sampah diperoleh konsentrasi amoniak sebesar 0,006 M. Berdasarkan hasil validasi, metode ini dapat digunakan untuk menentukan kadar amoniak menggunakan ion Ni^{2+} sebagai pengompleks secara spektrofotometri UV-Vis.

Kata kunci : Amoniak, Ion Ni^{2+} , Kompleks $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$, Spektrofotometri UV-Vis

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis ucapkan kepada Allah SWT, yang telah memberi rahmat sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian dan penulisan skripsi yang berjudul **“Optimasi Kompleks NH_3 dengan Ion Ni^{2+} untuk Menentukan Kadar Amoniak secara Spektrofotometri UV-Vis”** 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.
2. Bapak Dr. Indang Dewata, M.Si selaku penasehat akademik.
3. Bapak Hary Sanjaya M. Si dan Bapak Miftahul Khair S.Si, M.Sc, 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 yang telah memberikan semangat serta dorongan kepada penulis dalam melakukan setiap aktivitas penelitian.

8. Teman-teman kimia khususnya mahasiswa transfer 2016 dan adik-adik angkatan 2014 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, Juli 2018

Penulis

DAFTAR ISI

ABSTRAK.....	i
KATA PENGANTAR.....	ii
DAFTAR ISI.....	iii
DAFTAR TABEL	v
DAFTAR GAMBAR.....	v
DAFTAR LAMPIRAN	vii
 BAB I PENDAHULUAN.....	 1
A. Latar Belakang	1
B. Identifikasi Masalah	3
C. Batasan Masalah	4
D. Rumusan Masalah	4
E. Tujuan Penelitian	5
F. Manfaat Penelitian	5
 BAB II TINJAUAN PUSTAKA	 6
A. Amoniak	6
B. Logam Nikel	9
C. Kompleks Ni-NH ₃	11
D. Kestabilan Senyawa Kompleks.....	13
E. Spektrofotometri UV-Vis	14
F. Validasi Metode Analisis.....	20
G. Uji Analisis Regresi	23
 BAB III METODE PENELITIAN.....	 26
A. Waktu dan Tempat Penelitian.....	26
B. Variabel Penelitian	26
C. Tahapan Penelitian Secara Umum	26
D. Alat dan Bahan.....	27
E. Prosedur Penelitian.....	27
 BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	 33
A. Pengompleksan Amoniak dengan Ion Ni ²⁺ dan Penentuan Panjang Gelombang Serapan Maksimum.....	33
B. Optimasi Pengompleksan amoniak dengan Ion Ni ²⁺	34
C. Validasi Metode Analisis Amoniak dengan Ion Ni ²⁺ Secara Spektrofotometri UV-Vis	38
D. Uji Aplikasi.....	43
 BAB V PENUTUP	 44
A. Kesimpulan	44
B. Saran.....	45
 DAFTAR PUSTAKA.....	 46
 LAMPIRAN	 49

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
2.1 Tetapan Disosiasi beberapa senyawa kompleks dengan amoniak pada 25 ⁰ C	14
2.3 Data warna berdasarkan panjang gelombang	17
4.1 Data Nilai LOD dan LOQ	39
4.2 Data Nilai Uji Presisi	40
4.3 Data nilai koefisien determinasi menggunakan program SPSS 16.....	41
4.4 Data nilai analisis ANOVA menggunakan program SPSS 16	42
4.5 Data nilai koefisien regresi menggunakan program SPSS 16	42

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
2.1 Konfigurasi elektron Ni dan ion Ni (II).....	10
2.2 Hibridisasi kompleks $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$	11
2.3 Struktur Oktahedral.....	12
2.4 Skema Instrumen Spektrofotometer UV-Vis	18
4.1 Panjang Gelombang Maksimum amoniak dengan Ion Ni^{2+}	34
4.2 Kurva hubungan variasi konsentrasi Ni terhadap nilai absorbansi	36
4.3 Kurva hubungan variasi pH terhadap nilai absorbansi	37
4.4 Kurva waktu terbentuk kompleks $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$	38
4.5 Kurva kalibrasi amoniak.....	39

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Skema Kerja Secara Umum.....	50
2. Skema Pembuatan Larutan.....	51
3. Perhitungan Pembuatan Larutan	58
4. Data Optimasi Kepekatan Larutan Ion Ni^{2+}	62
5. Data Optimasi Pengaruh pH terhadap Kompleks $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$	65
6. Data Optimasi Waktu Pengompleksan dan Kestabilan Kompleks $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$	66
7. Data Kurva Kalibrasi	67
8. Data dan Perhitungan LOD dan LOQ.....	68
9. Data dan Perhitungan Uji Presisi.	69
10. Data dan Perhitungan Uji Akurasi	68
11. Menentukan f tabel dan t tabel pada program spss 16	68
12. Data dan Perhitungan Uji Aplikasi	68

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Pencemaran lingkungan khususnya masalah pencemaran air telah menunjukkan gejala yang cukup serius, penyebab dari pencemaran air ini, tidak hanya berasal dari limbah industri, namun juga dari sampah/limbah rumah tangga penduduk yang jumlahnya semakin hari semakin meningkat sesuai dengan perkembangan penduduk maupun perkembangan suatu kota. (Asmadi dan Suharno, 2012).

Pengolahan sampah yang kurang tepat dapat memperparah kondisi lingkungan, karena sampah dapat menghasilkan zat-zat kimia hasil penguraian mikroba yang dalam jumlah tertentu dapat mencemari air, tanah, bahkan udara. Penguraian ini dapat menghasilkan gas metan (CH_4), karbondioksida, air, asam organik, nitrogen, amoniak, sulfida, besi, mangan, dan lain-lain.

Konsentrasi amoniak pada sampah cenderung meningkat dari waktu ke waktu. Di perairan, amoniak akan mengakibatkan kandungan oksigen dalam air semakin menurun karena oksigen yang ada digunakan untuk mengoksidasi amoniak 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 badan tanah dapat mengkontaminasi air sumur yang digunakan oleh manusia (Tzollas *et al.*, 2010).

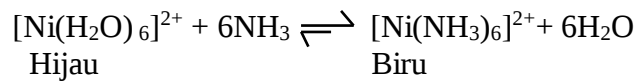
Amoniak dapat bersifat racun pada manusia jika jumlah yang masuk tubuh melebihi jumlah yang dapat didetoksifikasi oleh tubuh. Pada dosis lebih dari 100 mg/kg setiap hari (33,7 mg ion amonium perkilogram berat badan perhari) dapat mempengaruhi metabolisme dengan mengubah kesetimbangan asam-basa dalam tubuh, mengganggu toleransi terhadap glukosa dan mengurangi kepekaan jaringan terhadap insulin. Paparan amoniak dengan konsentrasi 50 ppm menyebabkan iritasi hidung dan mata pada manusia selama 30-60 menit, sedangkan pada konsentrasi 5000 ppm menyebabkan kematian (ATSDR, 2004).

Semakin tingginya tingkat pengolahan sampah yang belum sesuai standar, yaitu UU No 18 Tahun 2008 tentang pengolahan sampah, serta tingginya resiko dari keracunan amoniak mengakibatkan dikembangkan beberapa metode untuk mendeteksi amoniak. Penelitian tentang metode uji amoniak dalam limbah cair di antaranya tentang akurasi pengujian amoniak dengan berbagai metode diantaranya metode nessler, metode titrimetri, dan metode kromatografi ion. (Souza, 2013).

Namun, beberapa prosedur ini memerlukan waktu dan tenaga kerja intensif atau membutuhkan peralatan mahal. Metode spektrofotometri dapat digunakan untuk penentuan amoniak dengan menggunakan logam sebagai pengompleks berdasarkan penyerapan sinar UV/Vis, dan panjang gelombang tertentu sesuai hukum Lambert Beer.

Amoniak dapat membentuk senyawa kompleks dengan beberapa ion-ion logam. Ion nikel dapat membentuk kompleks yang lebih kuat terhadap amoniak jika dibandingkan kompleksnya dengan air, persamaan reaksi antara ion Ni^{2+}

dengan amoniak dalam larutan yaitu :



Penambahan NH_3 pada larutan $[\text{Ni}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$ dalam reaksi ini menghasilkan ion kompleks $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$. Perubahan warna larutan kompleks $[\text{Ni}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$ dari hijau ke biru menunjukkan adanya perubahan kimia yaitu pertukaran molekul H_2O dengan NH_3 . Kompleks ion Ni^{2+} dengan NH_3 yang terbentuk digunakan untuk menentukan konsentrasi amoniak dalam suatu sampel larutan pada kondisi optimum secara spektrofotometri UV/Vis.

Berdasarkan uraian di atas, maka penulis mengajukan penelitian yang berjudul “Optimasi Kompleks NH_3 dengan Ion Ni^{2+} untuk Menentukan Konsentrasi Amoniak Secara Spektrofotometri UV/Vis”.

B. Identifikasi Masalah

Analisis amoniak dapat dilakukan berdasarkan beberapa metode pengujian. Beberapa metode diantaranya metode nessler, metode titrimetri, dan metode kromatografi ion. Namun, beberapa prosedur ini memerlukan waktu dan tenaga kerja intensif atau membutuhkan peralatan mahal. Metode pengomplekan antara ion Ni^{2+} dan amoniak dapat digunakan dalam analisis amoniak, yaitu dengan cara mereaksikan ion Ni^{2+} dengan NH_3 membentuk kompleks $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$ dan dianalisa dengan instrumen spektrofotometer UV-Vis, metode ini cukup efektif karena dalam prosedurnya memerlukan waktu yang relatif lebih singkat dan sederhana, dan memberikan hasil yang akurat dengan didapatkannya kondisi optimum dari pembentukan kompleks.

C. Batasan Masalah

Adapun batasan masalah dari penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Penentuan panjang gelombang maksimum kompleks amoniak dengan ion logam Ni^{2+} .
2. Optimasi pengomplekan amoniak dengan ion Ni^{2+} berdasarkan pengaruh pH, variasi konsentrasi ion Ni^{2+} dan penentuan waktu pengomplekan serta waktu kestabilan komplek.
3. Validasi metode analisis amoniak dilakukan dengan pembuatan kurva kalibrasi dan penentuan linearitas, penentuan batas deteksi (LOD) dan batas kuantifikasi (LOQ), uji presisi dan uji akurasi, serta analisis regresi SPSS16.
4. Pengompleksan amoniak dengan ion Ni^{2+} baik saat optimasi maupun untuk validasi metode diuji dengan instrumen Spektrofotometer UV-Vis.

D. Rumusan Masalah

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

1. Berapa panjang gelombang maksimum dari kompleks amoniak dengan ion Ni^{2+} ?
2. Bagaimana kondisi optimum untuk pengomplekan amoniak dengan ion Ni^{2+} ?
3. Bagaimana validasi metode analisis amoniak menggunakan ion Ni^{2+} sebagai pengompleks secara Spektrofotometri UV-Vis?

E. Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah:

1. Menentukan panjang gelombang serapan maksimum dari kompleks amoniak dengan ion Ni^{2+} .
2. Menentukan kondisi yang optimum untuk pengompleksan amoniak dengan ion Ni^{2+} .
3. Menentukan validasi metode analisis amoniak menggunakan ion Ni^{2+} sebagai pengompleks secara Spektrofotometri UV-Vis.
4. Menguji model regresi yang diperoleh dari kurva kalibrasi menggunakan program SPSS 16.

F. Manfaat Penelitian

Adapun manfaat dari penelitian ini adalah :

1. Memberikan informasi kepada pembaca tentang panjang gelombang maksimum dari kompleks NH_3 dengan ion Ni^{2+}
2. Memberikan informasi kepada pembaca tentang kondisi optimum pengompleksan NH_3 dengan logam Ni^{2+} .
3. Dapat digunakan sebagai sumber ide dan referensi untuk penelitian selanjutnya.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

A. Amoniak

Amoniak merupakan gas yang tidak berwarna dengan titik didih 33,5 °C. Cairannya mempunyai panas penguapan sebesar 1,37 kJ g⁻¹ pada titik didihnya, bersifat toksik, dan berbau menyengat. Secara fisik cairan NH₃ mirip dengan air dalam perilaku fisiknya dimana bergabung sangat kuat melalui ikatan hidrogen (Cotton, 1989).

Amoniak banyak digunakan di pertanian, industri makanan dan bahan kimia, penggunaan amoniak banyak dalam aktivitas manusia dan industri meliputi produksi oleh industri kimia untuk digunakan sebagai bahan pembuatan pupuk, obat-obatan, plastik, bahan peledak, pendinginan skala besar buah-buahan dan daging, sebagai komponen dalam bahan pembersih, dan mengendalikan emisi nitrogen oksida di pembangkit listrik. (Cannilla *et al.*, 2014). Selain itu, amonia juga berperan dalam analisis pernafasan untuk diagnosa medis (Fu, 2008). Amoniak banyak dihasilkan dari limbah industri, metabolisme biologis, dll. (Li *et al.*, 2017).

Amoniak (NH₃), merupakan senyawa nitrogen yang menjadi NH₄⁺ pada pH rendah dan disebut amonium. Air tanah hanya mengandung sedikit NH₃, karena NH₃ dapat menempel pada butir-butir tanah liat selama infiltrasi air ke dalam tanah dan sulit terlepas dari butir-butir tanah liat tersebut. Kadar amoniak yang tinggi pada air sungai selalu menunjukkan adanya pencemaran.

Pada air minum kadarnya harus nol dan pada air sungai harus dibawah 0,5 mg/L (syarat mutu air sungai di Indonesia) (Alaerts. 1984).

Amoniak dalam larutan bersifat mudah menguap dan berubah menjadi fase gas, mudah mengoksidasi nitrit (NO_2^-) atau nitrat (NO_3^-) dalam kondisi aerobik, dan menghasilkan turunan nitrogen (NH_2^- , NH_3 , NH_4^+) yang merupakan produk limbah kimia. Hasil turunan ini menyebabkan polusi pada air, tanah dan udara (Nam *et al.*, 2015).

Di perairan alami pada suhu dan tekanan normal amoniak dalam bentuk gas dapat membentuk kesetimbangan dengan ion amonium. Kesetimbangan antara amoniak dan ion amonium bergantung pada kondisi pH dan suhu perairan (Midlen dan Redding, 2000).

Selain terdapat dalam bentuk gas amoniak juga membentuk kompleks dengan beberapa ion logam. Amoniak juga dapat terserap ke dalam bahan-bahan tersuspensi dan koloid sehingga mengendap di dasar perairan. Amoniak di perairan dapat menghilang melalui proses volatilisasi karena tekanan parsial amoniak dalam larutan meningkat dengan semakin meningkatnya pH. Amoniak dan garam-garamnya bersifat mudah larut dalam air sehingga amoniak 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 amoniak. Sumber amoniak yang lain adalah reduksi gas nitrogen yang berasal dari proses difusi udara atmosfer, limbah industri dan kosmetik. Amoniak yang terukur di perairan berupa amoniak total (NH_3 dan

NH_4^+). Amoniak bebas tidak dapat terionisasi (amoniak) sedangkan amonium (NH_4^+) dapat terionisasi. Persentase amoniak meningkat dengan meningkatnya nilai pH dan suhu perairan. Pada pH 7 atau kurang, sebagian besar amoniak akan mengalami ionisasi. Sebaliknya pada pH lebih besar dari 7 amoniak tak terionisasi yang bersifat toksik terdapat dalam jumlah yang lebih banyak. Amoniak bebas yang tak terionisasi bersifat toksik terhadap organisme akuatik. Toksisitas amoniak terhadap organisme akuatik akan meningkat jika terjadi peningkatan kadar oksigen terlarut, pH dan suhu (Effendi, 2003).

Gas amoniak 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 kesetimbangan 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. Amoniak juga dapat berasal dari sumber antropogenik (akibat aktifitas manusia) seperti industri pupuk urea, industri asam nitrat dan dari kilang minyak (Dwipayani, 2001).

Sifat-Sifat Amoniak:

- a) Pada suhu dan tekanan biasa, amoniak adalah gas yang tidak mempunyai warna (lutsinar), dan lebih ringan dari udara (0,589 kerapatan udara), titik leburnya -75°C dan titik didihnya $-33,7^{\circ}\text{C}$. 10 % larutan amoniak dalam air mempunyai pH 12.
- b) Amoniak cair mempunyai sifat keterlarutan yang tinggi, amoniak bisa melarutkan logam alkali dengan mudah untuk membentuk larutan yang berwarna dan bisa menghantarkan listrik yang baik.
- c) Amoniak bisa larut dalam air, reaksinya dengan air menghasilkan sedikit amonium hidroksida (NH_4OH).
- d) Amoniak tidak mempengaruhi pembakaran dan tidak akan terbakar kecuali dicampur dengan oksigen. Nyala api amonia yang terbakar berwarna hijau kekuningan muda. Amoniak akan meletup jika dicampur dengan udara.
- e) Amoniak memiliki aroma yang menyengat (Sunardi,2006).

B. Logam Nikel

Nikel adalah logam putih perak yang keras. Nomor atom 28 dengan konfigurasi elektronnya $[\text{18Ar}]\text{3d}^8 \text{4s}^2$. Nikel dalam keadaan murni bersifat liat, dapat ditempa dan sangat kukuh. Logam ini dapat melebur pada 1455°C dan bersifat sedikit magnetis. Nikel memiliki kelimpahan dalam kerak bumi sebesar 99 ppm (Vogel,1990).

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

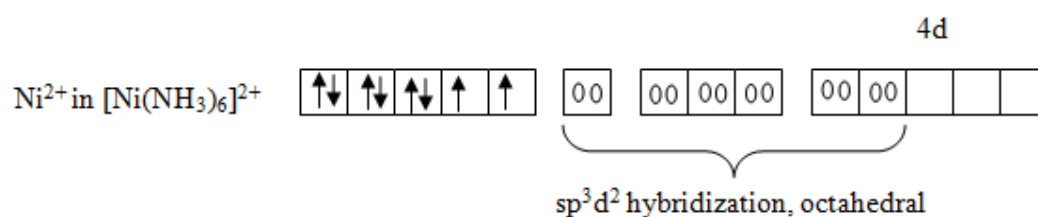
Gambar 2.1 Konfigurasi elektron Ni dan ion Ni (II)

Sebagian besar senyawa kompleks nikel mengadopsi struktur geometri oktahedron, hanya sedikit mengadopsi geometri tetrahedron dan bujursangkar (Sugiyarto, 2003).

C. Kompleks Ni-NH₃

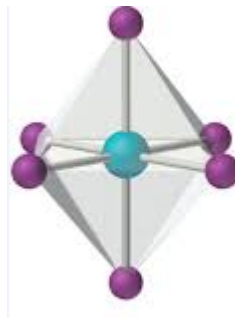
Senyawa kompleks adalah suatu senyawa yang terbentuk dari kation yang memiliki orbital kosong (atom pusat) dengan suatu molekul/anion yang memiliki pasangan elektron bebas (ligan), dan berikatan dengan memakai bersama pasangan elektron bebas dari ligan tersebut, oleh karenanya ikatan yang terjadi disebut dengan ikatan kovalen koordinasi (Suhartana, 2007).

Senyawa-senyawa kompleks memiliki bilangan koordinasi dan struktur bermacam-macam. 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 pada umumnya oktahedral.



Gambar 2.2 Hibridisasi kompleks $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$

Ion heksaaminanikel(II) $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$ mempunyai struktur oktahedral, tetapi memiliki dua elektron tidak berpasangan, kompleks $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$ disebut *outer orbital complex*, karena orbital d yang dipakai untuk hibridisasi lebih tinggi daripada orbital s dan p. Ion kompleks ini disebut juga *high spin* dan *spin free*. (Sukardjo, 1992)



Gambar 2.3 Struktur oktahedral

Warna-warna cerah yang terlihat pada kebanyakan senyawa koordinasi dapat dijelaskan dengan teori medan kristal, jika orbital-*d* dari sebuah kompleks berpisah menjadi dua kelompok, maka ketika molekul tersebut menyerap foton dari cahaya tampak, satu atau lebih elektron yang berada dalam orbital tersebut akan meloncat dari orbital-*d* yang berenergi lebih rendah ke orbital-*d* yang berenergi lebih tinggi, menghasilkan keadaan atom yang tereksitasi. Perbedaan energi antara atom yang berada dalam keadaan dasar dengan yang berada dalam keadaan tereksitasi sama dengan energi foton yang diserap dan berbanding terbalik dengan gelombang cahaya. Karena hanya gelombang-gelombang cahaya (λ) tertentu saja yang dapat diserap (gelombang yang memiliki energi sama dengan energi eksitasi), senyawa-senyawa tersebut akan memperlihatkan warna komplementer (gelombang cahaya yang tidak terserap) (Sugiyarto, 2012).

Amoniak dan ion nikel (Ni^{2+}) dapat membentuk kompleks logam. (Guan *et al.*, 2017). Penambahan amonia pada heksaakuanikel(II) yang berwarna hijau menghasilkan ion heksaaminanikel(II) yang berwarna biru, menurut persamaan reaksi :

$$[\text{Ni}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}_{(\text{aq})} + 6\text{NH}_{3(\text{aq})} \rightleftharpoons [\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}_{(\text{aq})} + 6\text{H}_2\text{O}_{(\text{l})}$$

hijau

biru

Penambahan larutan ion hidroksida ke dalam larutan garam nikel(II) menghasilkan endapan gelatin hijau nikel (II) hidroksida menurut persamaan reaksi :



Kemampuan ion kompleks melakukan reaksi-reaksi yang menghasilkan penggantian satu atau lebih ligan dalam lingkungan koordinasinya pada ligan lain disebut kelabilan. Kompleks yang reaksinya cepat disebut labil, sedangkan reaksi yang dapat berlangsung secara lambat atau sama sekali tidak berlangsung disebut inert atau lembam (Raya, 2014).

D. Kestabilan Senyawa Kompleks

Sifat kestabilan relatif dibedakan dalam dua hal yaitu kestabilan termodinamik dan kestabilan kinetik. Kestabilan termodinamik berkaitan dengan energi ikatan metal-ligan, tetapan kestabilan dan variabel-variabel turunannya atau potensial redoks yang mengukur kestabilan tingkat valensi metal. Kestabilan kinetik berkaitan dengan sifat senyawa kompleks dalam larutan yang menyangkut laju dan mekanisme reaksi kimiawi, misalnya substitusi dan transfer elektron atau transfer gugus, termasuk juga pembentukan senyawa kompleks “antara” atau kompleks “teraktivasi”. Kestabilan termodinamik dinyatakan dengan istilah stabil dan tak stabil sedangkan kestabilan kinetik dinyatakan dengan istilah *inert* (lembam) dan labil. Jadi, suatu senyawa kompleks yang bersifat stabil (termodinamik) mungkin bersifat labil atau mungkin bersifat *inert* , demikian juga senyawa kompleks tak stabil mungkin juga bersifat *inert* walaupun biasanya bersifat labil.

Tabel 2.1 Tetapan disosiasi beberapa senyawa kompleks dengan NH_3 pada 25°C .

No	Kompleks	$K_d=1/K_f$
1.	$[\text{Cd}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$	1.10^{-5}
2.	$[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$	9.10^{-6}
3.	$[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$	1.10^{-9}
4.	$[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$	1.10^{-13}
5.	$[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^{2+}$	$6,2.10^{-8}$
6.	$[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$	$3,46.10^{-10}$

Suatu senyawa kompleks dikatakan stabil (secara termodinamik), jika dapat dinyatakan dengan nilai tetapan disosiasi, semakin kecil nilai K_d suatu senyawa kompleks semakin kecil kecenderungan kompleks yang bersangkutan terdisosiasi dan oleh karena itu dikatakan kestabilan senyawa kompleks semakin besar, selain itu efek kelat juga mempengaruhi kestabilannya, yaitu sifat umum suatu senyawa kompleks yang membentuk kelat dengan cincin anggota lima atau enam akan lebih stabil, karena mempunyai nilai tetapan pembentukan yang lebih besar daripada senyawa kompleks sejenis tetapi tidak memiliki cincin kelat. Sebagai contoh adalah kompleks $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$, pada kompleks tersebut ion Ni^{2+} membentuk ikatan koordinasi yaitu enam (Sugiyarto, 2012).

E. Spektrofotometri UV-Vis

Spektrofotometer terdiri dari spektrometer dan fotometer. Spektrofotometer menghasilkan sinar dan spektrum dengan panjang gelombang tertentu dan fotometer adalah alat pengukur intensitas cahaya yang ditransmisikan atau diabsorpsi. Spektrofotometer tersusun atas sumber spektrum yang kontinyu, monokromator, sel pengabsorpsi untuk larutan sampel atau blangko dan suatu alat untuk mengukur perbedaan absorpsi antara sampel dan blangko ataupun pembanding (Khopkar, 1990).

Spektrofotometri UV-Vis adalah bagian dari teknik analisis spektroskopik yang 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 (Adeeyinwo *et al.*, 2013).

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.

Metode spektrofotometer inilah yang tepat untuk menetapkan antara konsentrasi zat-zat dalam larutan. Setiap komponen dari instrumen yang dipakai harus berfungsi dengan baik untuk mendapatkan hasil pengukuran yang optimum. Komponen-komponen penting spektrofotometer adalah :

- a. Suatu sumber energi cahaya
- b. Sebuah monokromator, yakni suatu peranti untuk memencilkan cahaya monokromatik, atau lebih tepat, pita-pita sempit energi cahaya dari sumbernya.
- c. Sel/kuvet kaca atau silika untuk pelarut dan larutan yang diuji, dan
- d. Sebuah peranti untuk menerima atau mengukur berkas atau berkas-berkas energi cahaya yang melewati pelarut atau larutan (Basset, 1994).

Prinsip kerja dari spektrofotometer UV-Vis 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 :

$$A = k.b$$

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 proposional:

$$A = k.c.b$$

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 :

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

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

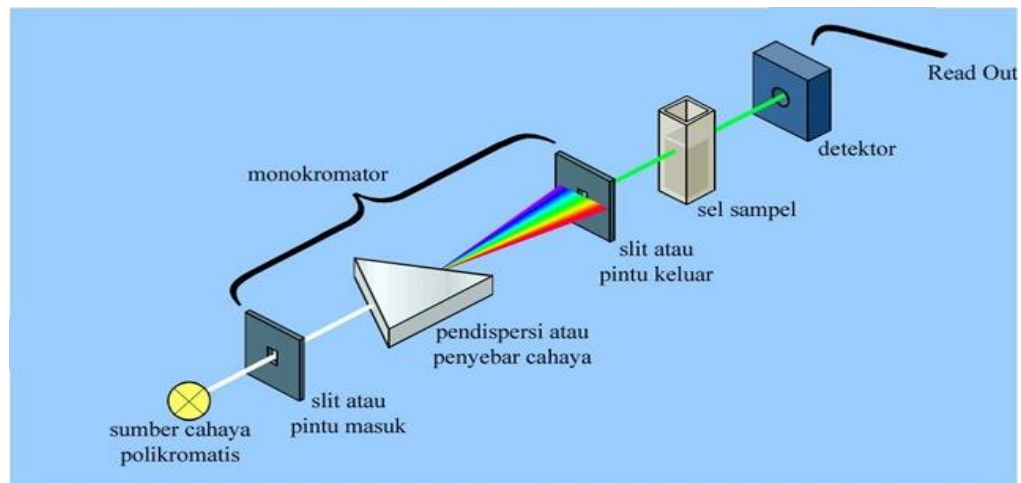
Pada spektrofotometer sinar tampak, sumber cahaya biasanya menggunakan lampu tungsten yang sering disebut lampu wolfram. Wolfram merupakan salah satu unsur kimia, dalam tabel periodik unsur wolfram termasuk golongan unsur transisi tepatnya golongan VIB atau golongan 6 dengan simbol W dan nomor atom 74. 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-Vis maupun IR oleh materi sehingga spektrofotometri disebut juga sebagai spektroskopi absorpsi. Dari 4 jenis spektrofotometri ini (UV-Vis 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 2.2 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 memiliki komponen-komponen pokok meliputi sumber radiasi, monokromator, sel sampel, detektor, dan *read out* (pembaca) seperti terlihat pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Skema Instrumen Spektrofotometer UV-Vis.

1. Sumber Radiasi

Dua sumber radiasi digunakan dalam spektrofotometer UV-Vis yang dapat mencakup rentang panjang gelombang antara 200 nm hingga 800 nm. Sumber radiasi yang ideal untuk pengukuran 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-Vis menggunakan kuvet sebagai tempat sampel. Kuvet untuk ultraviolet terbuat dari silika, sementara untuk visible terbuat dari kaca. Cuplikan yang akan diukur ditempatkan dalam sel atau kuvet. Kuvet yang terbuat dari kuarts atau silika lebur dapat digunakan untuk pengukuran di daerah UV-Vis. 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 diamplifikasikan oleh penguat ke rekorder (pencatat).

5. *Read out*

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

F. 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 merupakan ukuran derajat keterulangan dari metode analisis yang memberikan hasil yang sama pada beberapa perulangan. Presisi menggambarkan kedekatan kesapakan (derajat penyebaran) antara serangkaian pengukuran yang diperoleh dari beberapa pengujian sampel, untuk mengevaluasi ketelitian dari data analisis adalah dengan menghitung simpangan baku (SD), simpangan baku relatif (RSD) atau koefisien variasi (CV) (Chan, 2004).

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 adalah suatu ukuran yang menunjukkan kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Ketepatan dapat juga menyatakan kedekatan dengan nilai yang dapat diterima atau seberapa dekat hasil pengukuran dengan nilai benar yang diperkirakan. Nilai benar dapat diperoleh dengan cara membandingkan hasil metode dengan metode referensi yang sudah ditetapkan. Akurasi 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 :

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

Keterangan : Cs = Konsentrasi amoniak yang ditentukan (M)

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

Dengan menggunakan persamaan $Y = ax + b$, dengan memasukkan harga :

Y = Absorbansi

X = Konsentrasi

3. Linearitas Kurva Kalibrasi

Linieritas merupakan kemampuan metode analisis (dalam kisaran tertentu) untuk mendapatkan hasil uji yang berbanding lurus dengan konsentrasi dari analit dalam sampel (EMEA, 1995). 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)

Limit deteksi adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi yang masih memberikan respon signifikan. Limit deteksi merupakan parameter tes kuantitatif untuk tingkat rendah senyawa dalam matriks sampel. 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 $y = ax + b$, sedangkan simpangan baku blanko sama dengan simpangan baku relatif.

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

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

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

Keterangan : LOD = Batas Deteksi

LOQ = Batas kuantifikasi

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

G. 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, 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. Nilai koefisien determinasi (R^2) ini mencerminkan

seberapa besar variasi dari variabel terikat Y dapat diterangkan oleh variabel bebas X. Bila nilai koefisien determinasi sama dengan 0 ($R^2 = 0$), artinya variasi dari Y tidak dapat diterangkan oleh X sama sekali. Sementara bila $R^2 = 1$, artinya variasi dari Y secara keseluruhan dapat diterangkan oleh X. Dengan kata lain bila $R^2 = 1$, maka semua titik pengamatan berada tepat pada garis regresi. Dengan demikian baik atau buruknya suatu persamaan regresi ditentukan oleh R^2 nya yang mempunyai nilai antara nol dan satu. 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 nilai R^2 mendekati 1, 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 tidaknya 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

PENUTUP

A. Kesimpulan

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

1. Panjang gelombang maksimum serapan untuk pengompleksan amoniak dengan ion Ni^{2+} secara spektrofotometri UV-Vis adalah 585 nm.
2. Kondisi optimum untuk pengompleksan amoniak dengan ion Ni^{2+} secara spektrofotometri UV-Vis adalah kepekatan larutan Ni^{2+} sebesar 0,001 M pada konsentrasi amoniak 0,006 M, pH pelarut 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 140 menit (± 2 jam 20 menit).
3. Validasi metode analisis amoniak menggunakan ion Ni^{2+} secara spektrofotometri UV-Vis memberikan persamaan regresi linear $y = 3,567x + 0,047$ dengan nilai $R^2 = 0,988$; LOD 0,001 M; LOQ 0,003 M; %RSD = 1,33 %; dan % *recovery* = 104,4 % dan didapatkan konsentrasi amoniak pada sampel air sampah yaitu 0,006 M.
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).

B. Saran

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan disarankan agar melakukan optimasi lebih lanjut pada pengompleksan amoniak dengan ion logam jenis lain sehingga metode ini dapat dipakai lebih lanjut untuk analisis kadar amoniak dalam sampel yang mengandung konsentrasi amoniak dengan rentang pengukuran lebih luas.

DAFTAR PUSTAKA

- Adeeyinwo, C. E., Okorie, & Idowu, G. O. (2013). Basic Calibration of UV/Visible Spectrophotometer. *International Journal of Science and Technology*, 2(3), 247–251.
- Alaerts, G. 1984. *Metoda Penelitian Air*. Surabaya : Usaha Nasional.
- 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.
- Asmadi dan Suharno. 2012. *Dasar-Dasar Teknologi Pengolahan Air Limbah*. Gosyen Publishing : Yogyakarta
- Atkinson, A. D., Hill, R. R., Pignatiello, J. J., Vining, G. G., White, E. D., & Chicken, E. (2017). Simulation Modelling Practice and Theory Wavelet ANOVA approach to model validation. *Simulation Modelling Practice and Theory*, 78, 18–27.
- [ATSDR] Agency for Toxic Substances and Disease Registry. 2004. Toxicological Profile for Ammonia. U.S. Department of Health and Human Services, Public Health Service. Georgia.
- Basset, J., Denny, R. C., Jeffrey, G.H., Mendham, J., (Terjemahan: Pudjaatmaka, A.H), (1994), *Buku ajar Vogel: Kimia analisis kuantitatif anorganik*, Edisi keempat, Penerbit: Buku Kedokteran, EGC, Jakarta, 16–18 , 46–50, 274, 282.
- 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 Wiley & sons, Inc publication. Ney Jersey.
- 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.