



**PENGEMBANGAN SENSOR KIMIA BERBASIS REAGEN KERING
MENGUNAKAN TAN [1-(2-THIAZOLILAZO)-2-NAFTOL] UNTUK
PENENTUAN ION KOBALT (II) DALAM SAMPEL AIR**

KARYA ILMIAH TERTULIS

(SKRIPSI)

Diajukan untuk Memenuhi Persyaratan Penyelesaian Program Sarjana Sains
Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Jember



Oleh :

SAFI'UDIN

NIM. 971810301096

Asal:		Klass
Terima Tgl :	25 FEB 2002	546.3
No. Induk :	0322	SAF
KLASIR / PENYALIN :	Idaw	P
		C.1

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER**

Februari, 2002

MOTTO :

“Sesungguhnya Kebaikan di Dunia Adalah Ilmu dan Ibadah. Sedangkan di Akhirat Adalah Surga “

(Al Hasan)

“Menuntut Ilmu Itu Mulai Dari Ayunan (Bayi) Hingga Liang Kubur (Mati)”

(Sabda Rosullulloh SAW)

“Janganlah Mencari Kebenaran Pada Dirimu, Tetapi Carilah Kesalahan Yang Ada Pada Dirimu”

(Aku)

Skripsi ini Saya Persembahkan untuk :

- ☞ *Tuhanku Yang Maha Esa,*
- ☞ *Agama dan Bangsa,*
- ☞ *Ayahanda Mispan dan Ibunda Tercinta Jumrati Yang Telah Mendidik dan Membesarkanku dengan Belaian Kasih Sayang.*
- ☞ *Pak Lik Kur Yang Telah Membimbing dan Mengarahkanku dalam Menuntut Ilmu.*
- ☞ *Saudara - Saudaraku Mbak Supiyatun, Mas Supiyanto, Mbak Nur, dan Mas Jumantoro yang selalu memperhatikanku.*
- ☞ *Sahabatku Mahasiswa Kimia '97 (Suryanto, Arik, Kamto, Elni, Yuni, Sugeng, Naqib, Kholiq, Utik dkk) Semuanya, Fungsionaris HMJ Kimia dan Senat Mahasiswa FMIPA.*
- ☞ *Rekan-Rekan Seperjuanganku Di Himpunan Mahasiswa Islam (HMI) Cabang Jember Komisariat MIPA.*
- ☞ *Yang Tidak Terlupakan Teman-temanku Penelitian, (Indah, Dwi dan Febrina) Yang Baik Hati dan Selalu Membantuku.*
- ☞ *Serta Almamaterku.*

DEKLARASI

Skripsi ini berisi hasil kerja/penelitian mulai bulan April 2001 sampai dengan bulan Agustus 2001 di Laboratorium Kimia Analitik Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember. Bersama ini saya menyatakan bahwa isi skripsi ini adalah pekerjaan saya sendiri kecuali jika disebutkan sumbernya dan skripsi ini belum pernah diajukan pada instansi lain.

Jember, Februari 2002

Safi'udin



ABSTRAK

Safi'udin, NIM : 971810301096, Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Jember, melakukan penelitian dengan judul "Pengembangan Sensor Kimia Berbasis Reagen Kering Menggunakan TAN [1-(2-Thiazolilazo)-2-Naftol] Untuk Penentuan Ion Kobalt (II) Dalam Sampel Air". Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia Analitik Fakultas MIPA Universitas Jember dengan Dosen Pembimbing :

1. Drs. Bambang Kuswandi, MSc., Ph.D
2. Drs. Mukhammad Mintadi, MSc

Telah dikembangkan metode analisis dengan menggunakan reagen kering TAN untuk penentuan ion kobalt (II) dalam sampel air. dalam penelitian ini juga dilakukan analisis ion kobalt (II) dengan menggunakan reagen cair TAN sebagai pembandingan dengan metode reagen kering TAN. Hasil penelitian dengan metode reagen cair TAN terjadi pada panjang gelombang maksimum 490 nm dan pH optimum 6. Nilai Batas deteksi yang diperoleh dalam analisis ion kobalt (II) dengan reagen cair TAN ini adalah sebesar $1,955 \times 10^{-6}$ M (0,115 ppm) dan nilai sensitivitasnya sebesar $1,023 \times 10^{-5}$ M (0,603 ppm). Analisis ion kobalt (II) dengan reagen cair TAN ini mempunyai logaritmik linear range antara $3,39 \times 10^{-6}$ M (0,2 ppm) dan $3,40 \times 10^{-5}$ M (2 ppm) serta nilai reproduibilitas yang cukup baik yaitu 1,024 %. Ion-ion logam berat lain yang cukup memberikan pengaruh terhadap analisis ion kobalt (II) dengan reagen cair TAN berturut-turut antara lain: nikel (II) > kadmium (II) > timbal (II) > seng (II) > merkuri (II). Sebaliknya Analisis ion kobalt (II) dengan menggunakan reagen kering TAN terjadi pada panjang gelombang maksimum 652 nm dan pH optimum 7 serta nilai batas deteksi sebesar $1,779 \times 10^{-5}$ M (1,04 ppm). Nilai sensitivitas yang diperoleh dalam penelitian ini adalah $7,13 \times 10^{-7}$ M (0,042 ppm) dengan nilai reproduibilitas sebesar 44,93%. Nilai logaritmik linear range yang diperoleh dengan metode reagen kering TAN ini antara $1,018 \times 10^{-5}$ M (0,6 ppm) dan $3,40 \times 10^{-5}$ M (2 ppm). Ion-ion logam berat lainnya yang cukup memberikan pengaruh antara lain nikel (II) > tembaga (II) > seng (II) > timbal(II). Analisis ion kobalt (II) dengan menggunakan reagen kering TAN ini mempunyai tingkat sensitivitas yang lebih baik bila dibandingkan dengan metode reagen cair TAN.

Kata kunci : [1-(2-thiazolilazo)-2-naftol](TAN), kobalt (II), reagen kering, reagen cair dan metode spektrofotometri.

Skripsi ini diterima oleh Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember pada :

Hari : Sabtu

Tanggal : 9 Februari 2002

Tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Tim Penguji

Ketua



(Drs. Bambang Kuswandi, MSc., Ph.D)
NIP. 132 094 129

Sekretaris



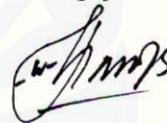
(Drs. Mukhammad Mintadi, MSc)
NIP. 131 945 804

Dosen Penguji I



(Drs. Sudarko, Ph.D)
NIP. 132 005 050

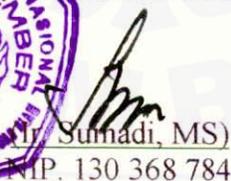
Dosen Penguji II



(drh. Wuryanti Handayani, MSi)
NIP. 131 450 744



Mengesahkan
Jember, FMIPA UNEJ



Ir. Sumadi, MS)
NIP. 130 368 784

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, puji syukur kehadiran Allah SWT yang memberikan rahmat, taufik dan hidayah-NYA sehingga penulisan Tugas Akhir yang berjudul “Pengembangan Sensor Kimia yang Berbasis Reagen Kering Menggunakan TAN [1-2-(thiazolilazo)-2-naftol] Untuk Penentuan Ion Kobalt(II) dalam Sampel Air” ini dapat terselesaikan.

Penulis tak lupa mengucapkan terima kasih kepada :

1. Bapak Ir. Sumadi, MS selaku Dekan Fakultas MIPA Universitas Jember.
2. Ibu drh. Wuryanti Handayani, M.Si selaku ketua Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Jember.
3. Bapak Drs. Bambang Kuswandi, M.Sc. Ph.D selaku Dosen Pembimbing Utama dan Bapak Drs. Mukhammad Mintadi, M.Sc, selaku Dosen Pembimbing anggota yang telah memberikan bimbingan dan pengarahan dalam penulisan Tugas Akhir ini.
4. Ayahanda Mispan dan Ibunda Jumrati dan seluruh anggota keluarga yang telah memberikan dorongan, semangat dan do’a dalam penulisan tugas akhir ini.
5. Teman-temanku seluruh angkatan’97 di jurusan kimia dan pihak lain yang telah membantu baik secara langsung maupun tidak langsung dalam penyusunan Tugas Akhir ini yang tidak bisa saya sebutkan satu persatu.

Semoga bimbingan, do’a dan bantuan yang telah beliau berikan, dapat dibalas oleh Allah SWT. Penulis menyadari dalam penyusunan Tugas Akhir ini masih banyak mengalami kekurangan. Oleh karena itu penulis sangat mengharapkan kritik dan saran dari semua pihak demi kesempurnaan penulisan Tugas Akhir ini. Semoga Tugas Akhir ini bermanfa’at bagi penulis dan semua pihak yang memerlukannya.

Jember, Februari 2002

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
Halaman Judul.....	i
Halaman Motto.....	ii
Halaman Persembahan.....	iii
Halaman Deklarasi.....	iv
Halaman Abstrak.....	v
Halaman Pengesahan.....	vi
Halaman Kata Pengantar.....	vii
Halaman Daftar Isi.....	viii
Halaman Daftar Tabel.....	xii
Halaman Daftar Gambar.....	xiii
Halaman Daftar Grafik.....	xiv
Halaman Daftar Lampiran.....	xvi
BAB I. PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	3
1.3 Tujuan Penelitian.....	3
1.4 Manfaat Penelitian.....	4
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 Sifat-sifat Kimiawi Ion Kobalt (II).....	5
2.2 Metode Spektrofotometri.....	5
2.3 Spektrofotometri Cahaya Tampak.....	6
2.3.1 Hukum Dasar Adsorpsi.....	7
2.3.2 Penyimpangan Hukum Lambert-Beer.....	8
2.3.3 Spektrometri Genesys.....	9
2.3.4 Sensitivitas dan Batas Deteksi.....	10
2.3.5 Reprodusibilitas dan Selektivitas.....	11
2.3.6 Sistem Warna dalam Spektrofotometri.....	12

	Halaman
2.4 Reagen-reagen untuk Penentuan Ion Kobalt (II).....	13
2.4.1 Dithizone	14
2.4.2 Reagen [1-(2-piridilazo)-2-naftol] (PAN) dan [4-(2-piridilazo)resorsinol] (PAR).....	15
2.4.3 Reagen Triphenilmetan	17
2.4.4 Ditiokarbamat.....	18
2.4.5 Reagen Anorganik.....	18
2.5 Reagen Turunan Senyawa Thiazolilazonaftol, [1-(2-thiazolilazo)-2-naftol] (TAN)	19
2.5.1 Analisis Spektrofotometri dengan Menggunakan Reagen [1-(2-thiazolilazo)-2-naftol] (TAN)	20
2.6 Mekanisme Sensor Kimia berdasarkan Kromofor	20
2.7 Teknik-teknik Immobilisasi	22
2.7.1 Adsorpsi.....	22
2.7.2 Entrapment	22
2.7.3 Mikroencapsulasi.....	22
2.7.4 Ikatan Kovalen	22
2.7.5 <i>Cross linking</i>	23
BAB III. METODE PENELITIAN.....	24
3.1 Tempat Penelitian.....	24
3.2 Bahan dan Alat Penelitian.....	24
3.3 Pelaksanaan Penelitian	24
3.3.1 Preparasi Reagen Cair TAN	24
3.3.2 Preparasi pH Buffer.....	24
3.3.3 Preparasi Larutan Kobalt (II) Standart	25
3.3.4 Preparasi Larutan Blanko	25
3.3.5 Teknik Immobilisasi Entrapment	26
3.4 Penentuan Ion Kobalt (II) dengan Reagen Cair TAN Secara Spektrofotometri.....	26
3.4.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum.....	26

	Halaman
3.4.2 Pengaruh pH pada Kompleks TAN-Co(II)	26
3.4.3 Pembuatan Kurva Kalibrasi dengan Reagen Cair TAN.....	27
3.4.4 Penentuan Batas Deteksi ($Y_{(LOD)}$) dan Sensitivitas (S)	27
3.4.5 Penentuan Selektivitas.....	27
3.5 Penentuan Kandungan Ion Kobalt (II) dengan Reagen Kering TAN	
Secara Spektrofotometri.....	28
3.5.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum.....	28
3.5.2 Pengaruh pH pada Kompleks Co(II)-TAN	28
3.5.3 Pembuatan Kurva Kalibrasi dengan Reagen Kering TAN.....	28
3.5.4 Penentuan Batas Deteksi ($Y_{(LOD)}$) dan Sensitivitas (S).....	29
3.5.5 Penentuan Selektivitas.....	29
3.6 Analisis Data	30
3.6.1 Uji Statistik Nilai Batas Deteksi.....	30
3.6.2 Uji Statistik Nilai Reprodusibilitas.....	31
3.6.3 Analisis Regresi Metode Reagen Cair dan Reagen Kering TAN.....	31
BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN.....	33
4.1 Hasil Penentuan Ion Kobalt (II) dengan Reagen Cair TAN	
[1-(2-thiazolilazo)-2-naftol]	33
4.1.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum.....	33
4.1.2 Optimasi Parameter pH	34
4.1.3 Pembuatan Kurva Kalibrasi.....	35
4.1.4 Penentuan Batas Deteksi ($Y_{(LOD)}$) dan Sensitivitas (S).....	37
4.1.5 Penentuan Selektivitas.....	37
4.2 Hasil Penentuan Ion Kobalt (ii) dengan Reagen Kering TAN	
[1-(2-thiazolilazo)-2-naftol]	41
4.2.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum.....	41
4.2.2 Optimasi Parameter pH	42
4.2.3 Pembuatan Kurva Kalibrasi.....	43

	Halaman
3.4.2 Pengaruh pH pada Kompleks TAN-Co(II)	26
3.4.3 Pembuatan Kurva Kalibrasi dengan Reagen Cair TAN.....	27
3.4.4 Penentuan Batas Deteksi ($Y_{(LOD)}$) dan Sensitivitas (S)	27
3.4.5 Penentuan Selektivitas.....	27
3.5 Penentuan Kandungan Ion Kobalt (II) dengan Reagen Kering TAN	
Secara Spektrofotometri.....	28
3.5.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum.....	28
3.5.2 Pengaruh pH pada Kompleks Co(II)-TAN	28
3.5.3 Pembuatan Kurva Kalibrasi dengan Reagen Kering TAN.....	28
3.5.4 Penentuan Batas Deteksi ($Y_{(LOD)}$) dan Sensitivitas (S).....	29
3.5.5 Penentuan Selektivitas.....	29
3.6 Analisis Data	30
3.6.1 Uji Statistik Nilai Batas Deteksi.....	30
3.6.2 Uji Statistik Nilai Reprodusibilitas.....	31
3.6.3 Analisis Regresi Metode Reagen Cair dan Reagen Kering TAN.....	31
BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN.....	33
4.1 Hasil Penentuan Ion Kobalt (II) dengan Reagen Cair TAN	
[1-(2-thiazolilazo)-2-naftol]	33
4.1.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum.....	33
4.1.2 Optimasi Parameter pH	34
4.1.3 Pembuatan Kurva Kalibrasi.....	35
4.1.4 Penentuan Batas Deteksi ($Y_{(LOD)}$) dan Sensitivitas (S).....	37
4.1.5 Penentuan Selektivitas.....	37
4.2 Hasil Penentuan Ion Kobalt (ii) dengan Reagen Kering TAN	
[1-(2-thiazolilazo)-2-naftol]	41
4.2.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum.....	41
4.2.2 Optimasi Parameter pH	42
4.2.3 Pembuatan Kurva Kalibrasi.....	43

	Halaman
4.2.4 Penentuan Batas Deteksi ($Y_{(LOD)}$) dan Sensitivitas (S)	45
4.2.5 Penentuan Selektivitas	46
4.3 Pembahasan	50
4.3.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum	51
4.3.2 Penentuan pH Optimum	52
4.3.3 Penentuan Reprodusibilitas	53
4.3.4 Penentuan Batas Deteksi ($Y_{(LOD)}$) dan Sensitivitas (S)	54
4.3.5 Penentuan Selektivitas	55
4.3.6 Analisis Data Regresi Metode Reagen Cair dan Reagen Kering TAN dalam Penentuan Ion Kobalt (II)	56
BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN	58
5.1 Kesimpulan	58
5.2 Saran	59
Daftar Pustaka	
Lampiran	

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel-1: Cahaya Radiasi Berwarna	7
Tabel-2: Data Spektrofotometri untuk Reagen [1-(2-thiazolilazo)-2-naftol] (TAN)	20
Tabel-3: Data Pengamatan Parameter pH terhadap Analisis Ion Kobalt (II) dengan Reagen Cair TAN pada Panjang Gelombang Maksimum.....	34
Tabel-4: Data Nilai Absorbansi Ion Kobalt (II) dalam Pembuatan Kurva Kalibrasi dengan Reagen Cair TAN pada Panjang Gelombang 490 nm	35
Tabel-5: Penentuan Nilai Repröduisibilitas Analisis Ion Kobalt (II) dengan Reagen Cair TAN	37
Tabel-6: Pengaruh Penambahan Ion-ion Nikel (II), Kadmium (II) Timbal (II), Seng (II), Merkuri (II), Tembaga (II) terhadap Analisis Ion Kobalt (II) dengan Reagen Cair TAN.....	38
Tabel-7: Data Pengamatan Parameter pH terhadap Analisis Ion Co(II) dengan Reagen Kering TAN pada Panjang Gelombang Maksimum.....	42
Tabel-8: Data Nilai Absorbansi Ion Kobalt (II) dalam Pembuatan Kurva Kalibrasi dengan Reagen Kering TAN pada Panjang Gelombang 652 nm dan pH 7	43
Tabel-9: Penentuan Nilai Repröduisibilitas Analisis Ion Kobalt (II) dengan Reagen Kering TAN.....	45
Tabel-10: Pengaruh Penambahan Ion-ion Nikel (II), Kadmium (II), Timbal (II), Seng (II), Merkuri (II), Tembaga (II) terhadap Analisis Ion Kobalt (II) dengan Reagen Kering TAN	43

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar-1: Diagram Blok yang Menunjukkan Komponen Sebuah Spektrofotometer Berkas Tunggal. Anak Panah Melambangkan Energi Cahaya, Garis Lurus Melambangkan Hubungan Listrik. Bagan Optis dan Bagan Listrik dari Instrument itu Bertemu pada Detektor, Transduser yang Mengubah Energi Cahaya Menjadi Energi Listrik.....	9
Gambar-2: Struktur Thioketo I dan Thioketo II	14
Gambar-3: Struktur PAN.....	15
Gambar-4: Struktur PAR	16
Gambar-5: Struktur Triphenilmetan	17
Gambar-6: Struktur <i>Pyrekatekol</i>	17
Gambar-7: Struktur TAN.....	19

DAFTAR GRAFIK

	Halaman
Grafik-1 : Kurva Hubungan antara Konsentrasi dengan Absorbansi	8
Grafik-2 : Penentuan Panjang gelombang Maksimum Ion Kobalt (II) dengan Reagen Cair TAN pada pH 7.....	33
Grafik-3 : Pengaruh pH terhadap Pengukuran Ion Kobalt (II) pada Panjang Gelombang 490 nm	34
Grafik-4 : Kurva Kalibrasi Pengukuran Ion Kobalt (II) dengan Reagen Cair TAN pada Panjang Gelombang 490 nm dan Buffer pH 6.....	35
Grafik-5 : Kurva Kalibrasi Pengukuran Ion Kobalt (II) dengan Reagen Cair TAN pada Panjang Gelombang 490 nm dan Buffer pH 6.....	35
Grafik-6 : Pengaruh Ion Ni(II) terhadap Analisis Ion Kobalt (II) dengan Reagen Cair TAN.....	38
Grafik-7 : Pengaruh Ion Cu(II) terhadap Analisis Ion Kobalt (II) dengan Reagen Cair TAN.....	39
Grafik-8 : Pengaruh Ion Pb(II) terhadap Analisis Ion Kobalt (II) dengan Reagen Cair TAN.....	39
Grafik-9 : Pengaruh Ion Zn(II) terhadap Analisis Ion Kobalt (II) dengan Reagen Cair TAN.....	40
Grafik-10 : Pengaruh Ion Cd(II) terhadap Analisis Ion Kobalt (II) dengan Reagen Cair TAN.....	40
Grafik-11 : Pengaruh Ion Hg(II) terhadap Analisis Ion Kobalt (II) dengan Reagen Cair TAN.....	41
Grafik-12 : Penentuan Panjang gelombang Maksimum Ion Kobalt (II) dengan Reagen kering TAN pada pH 7	41
Grafik-13 : Pengaruh pH pada Panjang Gelombang 652 nm terhadap Pengukuran Ion Kobalt (II) pada Sampel Air	42

	Halaman
Grafik-14: Kurva Kalibrasi Pengukuran Ion Kobalt (II) dengan Reagen Kering TAN pada Panjang Gelombang 652 nm dan Buffer pH 7 dengan Menggunakan Reagen Kering TAN.....	44
Grafik-15: Kurva Kalibrasi Pengukuran Ion Kobalt (II) dengan Reagen Kering TAN pada Panjang Gelombang 652 nm dan Buffer pH 7 dengan Menggunakan Reagen Kering TAN.....	44
Grafik-16: Pengaruh Ion Ni(II) terhadap Analisis Ion Kobalt (II) dengan Reagen Kering TAN.....	47
Grafik-17: Pengaruh Ion Pb(II) terhadap Analisis Ion Kobalt (II) dengan Reagen Kering TAN.....	47
Grafik-18: Pengaruh Ion Cd(II) terhadap Analisis Ion Kobalt (II) dengan Reagen Kering TAN.....	48
Grafik-19: Pengaruh Ion Cu(II) terhadap Analisis Ion Kobalt (II) dengan Reagen Kering TAN.....	48
Grafik-20: Pengaruh Ion Hg(II) terhadap Analisis Ion Kobalt (II) dengan Reagen Kering TAN.....	49
Grafik-21: Pengaruh Ion Zn(II) terhadap Analisis Ion Kobalt (II) dengan Reagen Kering TAN.....	49
Grafik-22: Analisis Regresi Metode Reagen Cair dan Reagen Kering TAN dalam Penentuan Ion Kobalt (II).....	57

DAFTAR LAMPIRAN

- Lampiran-1:** Data Penentuan Panjang Gelombang Maksimum dalam Analisis Ion Co(II) dengan Reagen Cair TAN pada pH 7
- Lampiran-2:** Data Penentuan Panjang Gelombang Maksimum dalam Analisis Ion Kobalt (II) dengan Reagen Kering TAN pada pH 7
- Lampiran-3:** Perhitungan Penentuan Batas Deteksi ($Y_{(LOD)}$) dan Sensitivitas (S)
- Lampiran-4:** Uji Statistik Perbandingan Nilai Reprodusibilitas Penentuan Ion Kobalt (II) antara Reagen Cair dan Reagen Kering TAN
- Lampiran-5:** Uji Statistik Perbedaan Nilai Batas Deteksi dalam Penentuan Ion Kobalt (II) antara Reagen Cair dan Reagen Kering TAN
- Lampiran-6:** Analisis Data Regresi Metode Reagen Cair dan Reagen Kering TAN



BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Pencemaran lingkungan dewasa ini telah menjadi suatu permasalahan yang sering kali mengganggu kehidupan manusia. Pencemaran lingkungan berdasarkan lokasi pencemarannya yaitu pencemaran air, pencemaran udara, dan pencemaran tanah. Pencemaran air sering disebabkan oleh komponen-komponen anorganik, diantaranya berbagai logam berat yang berbahaya yang sering digunakan dalam berbagai keperluan industri.

Logam berat didalam perairan pada umumnya berbentuk ion. Ion-ion tersebut ada yang merupakan ion bebas, pasangan ion organik dan ion-ion kompleks. Keberadaan logam berat dalam lingkungan air akan membahayakan jika melebihi nilai ambang batas normal. Oleh karena itu penggunaan logam-logam berat tersebut dalam berbagai keperluan harus mendapatkan pengawasan yang cukup ketat.

Salah satu logam berat yang cukup berbahaya dan sering mencemari lingkungan adalah kobalt (Co). Berdasarkan Surat Keputusan Kependudukan dan Lingkungan Hidup Nomor : Kep-03/MenKLH/II/1991 tentang baku mutu air limbah, kadar maksimum logam berat kobalt yang terkandung dalam air adalah 0,2 ppm. Karena dengan kadar logam berat kobalt (II) tersebut dapat menyebabkan keracunan dan kerusakan populasi yang terdapat pada lingkungan air. Logam kobalt (II) akan diserap oleh hewan dan tumbuhan air dan bila terakumulasi secara terus-menerus maka logam tersebut akan tertimbun dalam jaringan tubuh. Logam kobalt akan berikatan dengan protein yang bersifat agak permanen dan mempunyai waktu paruh cukup lama (Frank, 1995).

Senyawa kobalt yang terakumulasi dalam tubuh makhluk hidup dengan jumlah banyak dapat menimbulkan gangguan pernafasan jika tidak ditanggulangi secara cepat dan tepat. Batas keperluan mineral kobalt (II) yang direkomendasikan untuk keperluan hidup manusia adalah 0,3 mg per hari. Kobalt (II) dalam air

kebanyakan berbentuk senyawa kompleks, yaitu $[\text{Co}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$ dan $[\text{Co}(\text{H}_2\text{O})_4]^{2+}$ (Darmono, 1995).

Metode analisis yang mempunyai akurasi dan presisi yang tinggi sangat penting sekali untuk terus dikembangkan. Beberapa metode analisis yang sering digunakan untuk analisis logam berat termasuk unsur logam Co(II), diantaranya *Atomic adsorption spectrometry* (AAS) dan *inductively coupled plasma spectrometry* (ICP). Dekstruksi yang terjadi pada sampel serta prosedur yang panjang dalam preparasi sampel sering menyebabkan sampel terkontaminasi. Sensor kimia optik (optode) dapat memberikan metode yang aman, sederhana dan ekonomis untuk analisis secara rutin terhadap ion-ion logam beracun tanpa harus membutuhkan sampel dalam jumlah banyak dan preparasi sampel. Sistem sensor kimia optik terdiri dari reagen yang diimmobilisasi pada bahan pendukung padat.

Thiazolylazo dyes telah dikembangkan sebelumnya sebagai indikator *metallochromic* dalam titrasi langsung terhadap ion-ion logam Hg(II), Zn(II), Cu(II), Ni(II) dan lain-lain (Kuswandi dan Narayanaswamy, 1999). Reaksi kompleks *Thiazolylazo dyes* dengan ion-ion logam beracun dapat ditingkatkan dalam larutan asam. Oleh karena itu, reagen ini cocok dikembangkan dalam bentuk padat sebagai fase terimmobilisasi untuk pengembangan pensensoran (*sensing*) optik ion-ion logam beracun (Kuswandi dan Narayanaswamy, 1999).

Metode analisis kuantitatif yang dapat dikembangkan adalah sensor kimia berbasis reagen kering yang menggunakan teknik spektrofotometri. Kelebihan dari pada sensor kimia berbasis reagen kering adalah :

- a. Tidak membutuhkan sampel dalam jumlah yang besar.
- b. Tanpa harus melakukan prosedur pemisahan analit terlebih dahulu dalam menganalisis ion-ion logam berat tertentu.
- c. Merupakan metode yang aman, sederhana dan ekonomis.
- d. Tidak membutuhkan prosedur analisis yang panjang sehingga waktu yang dibutuhkan tidak terlalu lama.

1.2 Rumusan Masalah

Hal yang menjadi permasalahan utama dalam penelitian analisis kandungan ion kobalt (II) dalam sampel air adalah:

1. Berapa panjang gelombang maksimum yang terjadi dalam analisis ion kobalt (II) dengan menggunakan reagen cair TAN secara spektrofotometri?
2. Bagaimana pengaruh pH pada kompleks yang terbentuk antara ion kobalt (II) dengan reagen cair TAN secara spektrofotometri?
3. Bagaimana tingkat sensitivitas, batas deteksi, reproduibilitas dan selektivitas penentuan ion kobalt (II) dengan reagen cair TAN [1-(2-Thiazolilazo)-2-naftol] secara spektrofotometri?
4. Berapa panjang gelombang maksimum yang terjadi dalam analisis ion kobalt (II) dengan menggunakan reagen kering TAN secara spektrofotometri?
5. Bagaimana pengaruh pH pada kompleks yang terbentuk antara ion kobalt (II) dengan reagen kering TAN secara spektrofotometri?
6. Bagaimana tingkat sensitivitas, batas deteksi, reproduibilitas dan selektivitas immobilisasi TAN dengan nafion terhadap penentuan ion kobalt (II) secara spektrofotometri?
7. Bagaimanakah perbandingan hasil analisis antara metode reagen kering TAN dengan reagen cair TAN untuk penentuan ion kobalt (II) dalam sampel air secara spektrofotometri?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini dapat dijabarkan sebagai berikut:

1. Untuk menentukan panjang gelombang maksimum yang terjadi dalam analisis ion kobalt (II) dengan menggunakan reagen cair TAN secara spektrofotometri.
2. Untuk meneliti pengaruh pH pada kompleks yang terbentuk antara ion kobalt (II) dengan reagen cair TAN secara spektrofotometri.

3. Untuk menentukan tingkat sensitivitas, batas deteksi, reproduisibilitas dan selektivitas pada penentuan ion kobalt (II) dengan reagen cair TAN secara spektrofotometri.
4. Untuk menentukan panjang gelombang maksimum yang terjadi dalam analisis ion kobalt (II) dengan menggunakan reagen kering TAN secara spektrofotometri.
5. Untuk meneliti pengaruh pH pada kompleks yang terbentuk antara ion kobalt (II) dengan reagen kering TAN secara spektrofotometri.
6. Untuk menentukan tingkat sensitivitas, batas deteksi, reproduisibilitas dan selektivitas immobilisasi TAN sebagai reagen kering dengan nafion terhadap penentuan ion kobalt (II) dalam sampel air secara spektrofotometri.
7. Untuk membandingkan hasil analisis kuantitatif pengembangan sensor kimia berbasis reagen kering TAN dengan reagen cair TAN dalam penentuan ion kobalt (II) dalam sampel air secara spektrofotometri.

1.4 Manfaat Penelitian

Dari hasil penelitian ini akan diperoleh manfaat :

- a. Identifikasi yang dilakukan dengan penerapan metode analisis ini tidak membutuhkan biaya yang relatif besar dan analisis ion kobalt (II) dapat dilakukan secara rutin.
- b. Memberikan kemudahan kepada para peneliti dalam menganalisis keberadaan ion kobalt (II) dalam sampel air.



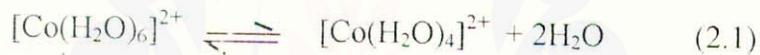
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Sifat-Sifat Kimiawi Ion Kobalt (II)

Kobalt merupakan unsur dalam golongan transisi. Kobalt mempunyai nomor atom 27 dengan konfigurasi elektron adalah (Ar) $3d^7 4s^2$. Penambahan OH^- kepada Co(II) menghasilkan hidroksida yang mungkin berwarna biru atau merah jambu yang bergantung kepada kondisi. Ion kobalt (II) larut sebagai amfoter lemah dalam OH^- yang sangat pekat, menghasilkan larutan biru yang mengandung ion $[\text{Co}(\text{OH})_4]^{2-}$ (Cotton dan wilkinson, 1989).

Kompleks Co(II) yang paling umum mungkin oktahedral atau tetrahedral. Konsentrasi ion tetrahedral dalam air cukup sedikit dan terbatas (Cotton dan Wilkinson, 1989).



Penambahan Cl^- berlebih kepada larutan merah jambu dari ion akua mudah menghasilkan spesies tetrahedral biru (Cotton dan Wilkinson, 1989).



Kompleks tetrahedral CoX_4^{2-} dibentuk dengan ion-ion halida, pseudohalida dan OH^- . Kobalt (II) membentuk kompleks tetrahedral lebih mudah dari pada ion logam transisi yang manapun (Cotton dan Wilkinson, 1989).

2.2 Metode Spektrofotometri

Ketika sebuah molekul organik mengadsorpsi sebuah radiasi elektromagnetik akan terjadi perpindahan energi foton didalam molekul yang akan menaikkan energi molekul tersebut dari keadaan dasar ke keadaan tereksitasi. Adsorpsi radiasi ultraviolet dan cahaya tampak oleh molekul organik diikuti oleh eksitasi elektron dari orbital bonding dan orbital nonbonding kedalam orbital antibonding. Transisi elektronik yang mungkin terjadi adalah $\sigma \rightarrow \sigma^*$, $n \rightarrow \sigma^*$, $n \rightarrow \pi^*$ dan $\pi \rightarrow \pi^*$, dimana * menunjukkan orbital anti bonding. Transisi $\sigma \rightarrow \sigma^*$ tidak digunakan dalam kimia analitik sebab transisi ini membutuhkan radiasi ultraviolet dalam keadaan vakum. Transisi $n \rightarrow \sigma^*$ lebih mudah diterapkan dalam analisis karena

transisi ini menyerap radiasi dekat daerah ultraviolet. Transisi $n-\pi^*$ dan $\pi-\pi^*$ juga dapat diterapkan dalam kimia analitik, karena transisi ini terjadi oleh radiasi cahaya tampak dan daerah dekat UV (Kuswandi dkk, 2001).

Gugus atom yang menyebabkan terjadinya adsorpsi cahaya dan transisi $n-\pi^*$ dan $\pi-\pi^*$ adalah gugus kromofor. Gugus kromofor tersebut adalah sistem yang mempunyai elektron pada orbital n dan orbital π . Gugus ini seperti $-N=N-$, $-N=O$, $-C=N$, $-C=C-$ dan $=C=S$ (Cresswel, 1982).

2.3 Spektrofotometri Cahaya Tampak

Pada alat spektrofotometer terdiri dari spektrometer dan fotometer. Spektrometer menghasilkan sinar dari spektrum dengan panjang gelombang tertentu sedangkan fotometer merupakan alat yang digunakan untuk mengukur intensitas cahaya yang ditransmisikan atau yang diadsorpsi.

Metode dasar spektrofotometri terletak pada hubungan diantara radiasi yang diadsorpsi oleh larutan dan konsentrasi dari spesi warna yang terdapat dalam larutan. Penentuan sebuah analit dalam larutan secara spektrofotometri biasanya harus dirubah kedalam kompleks warna. Metode spektrofotometri dapat digunakan untuk analisis terhadap semua unsur dalam sampel air. Semua unsur hampir dapat ditentukan secara langsung dengan metode spektrofotometri ini, kecuali unsur gas mulia. Pada tabel 1 akan ditunjukkan sebagian dari spektrum elektromagnetik dengan keberadaannya pada daerah 380-780 nm. Radiasi gelombang elektromagnetik dapat berinteraksi dengan spesi kimia karena pada spesi kimia terdapat elektron-elektron. Keadaan elektron dari spesi kimia akan menentukan tingkat energi yang dimiliki oleh spesi kimia. Kemudian dari interaksi yang terjadi dapat diketahui informasi mengenai spesi kimia tersebut. Sedangkan dilihat dari cara berinteraksi dapat dengan cara adsorpsi, pemendaran, emisi, dan hamburan. Spektrofotometer dapat bekerja jika intensitas radiasi yang diterima detektor antara sinar yang dilewatkan blanko dengan sinar yang dilewatkan pada sampel akan berbeda. Perbedaan tersebut oleh detektor akan dirubah menjadi suatu keluaran yang berupa kurva antara panjang gelombang versus absorbansi

suatu sampel atau berupa pembacaan adsorbansi pada panjang gelombang tertentu (Khopkar, 1990)

Tabel 1. Cahaya Radiasi Berwarna

Warna yang diamati	Radiasi yang diadsorbsi	
	Warna Pelengkap, Warna yang Tersaring	
Hijau kekuningan	violet	(380-435 nm)
Kuning	biru	(435-480 nm)
Jingga	hijau Biru	(480-490 nm)
Merah	biru hijau	(490-500 nm)
Ungu	hijau	(500-560 nm)
Biru ungu	kuning kehijauan	(560-580 nm)
Biru	kuning	(580-595 nm)
Biru hijau	Jingga	(595-650 nm)
Biru hijau	Merah	(650-780 nm)

Sumber : Khopkar, 1990

2.3.1 Hukum Dasar Adsorbsi

Bila seberkas radiasi gelombang elektromagnetik dikenakan pada suatu spesi kimia, maka sebagian dari radiasi tersebut akan diadsorbsi oleh spesi kimia tersebut. Pengadsorbsian radiasi tergantung pada struktur dari spesi kimia tersebut. Setiap senyawa kimia mempunyai struktur tertentu sehingga mempunyai tingkatan energi dasar yang spesifik. Pengadsorbsian gelombang elektromagnetik oleh spesi kimia menyebabkan terjadinya eksitasi spesi kimia dari tingkat dasar ke tingkat energi yang lebih tinggi atau spesi berada dalam keadaan tereksitasi (Khopkar, 1990).

Analisis suatu komponen maupun multikomponen dapat ditentukan secara spektrofotometri dengan menggunakan landasan hukum dasar adsorbsi. Hukum dasar tersebut dikemukakan oleh Lambert (1760) dan Beer (1852).

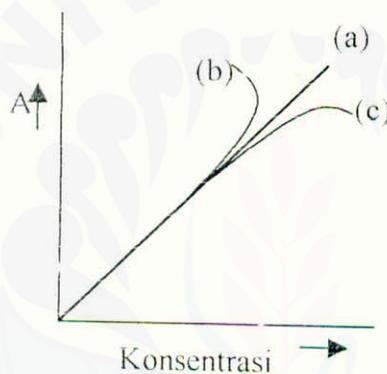
$$A = abc \quad (2.3)$$

Bila (c) dinyatakan dalam satuan mol/liter, dan b dinyatakan dalam cm, maka (a) merupakan absorptivitas molar atau yang biasa disimbolkan dengan ϵ . Hubungan antara adsorbansi dan konsentrasi dijadikan dasar sebagai analisis kuantitatif suatu materi. Penentuan adsorbansi larutan akan dapat diketahui konsentrasi materi yang akan diukur dengan plot adsorbansi lawan konsentrasi. Grafik tersebut

dikenal sebagai grafik hukum Beer (grafik 1.a) dan juga dikenal sebagai kurva kalibrasi dari analit. Larutan analit diukur absorbansinya, kemudian nilai A dimasukkan pada kurva kalibrasi, sehingga kita dapat membaca konsentrasi analit yang sesuai.

2.3.2 Penyimpangan Hukum Lambert-Beer

Suatu kurva absorbansi versus konsentrasi yang diperoleh dari sederetan konsentrasi larutan kadang-kadang tidak diperoleh garis linear tetapi melengkung. Hal ini disebut dengan penyimpangan hukum Lambert-Beer.



Grafik 1. Kurva Hubungan antara Konsentrasi Versus Absorbansi

Kurva akan berbentuk linear (kurva a) jika hukum Lambert-Beer tidak mengalami penyimpangan. Penyimpangan hukum Lambert-Beer mempunyai dua sifat yaitu simpangan dapat bersifat positif (b) atau negatif (c).

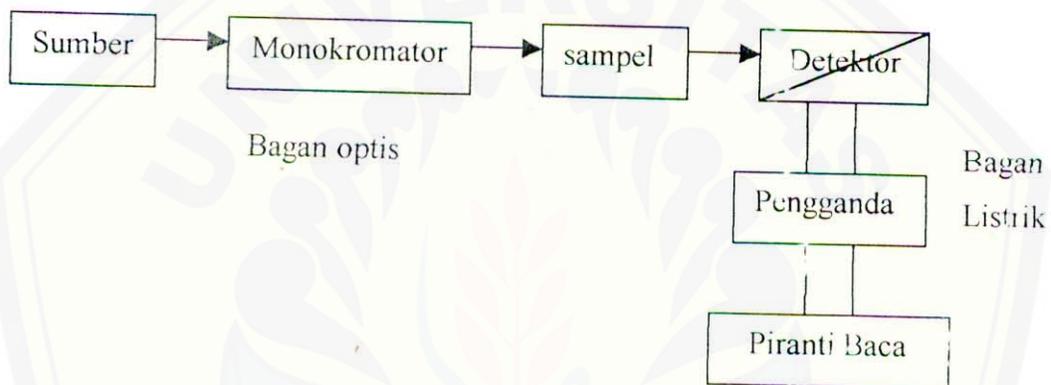
Untuk keperluan analisis biasanya dibuat kurva kalibrasi atau kurva standart yang diperoleh dari pengamatan absorbansi sederet larutan standart. Larutan yang akan ditentukan konsentrasinya, diukur absorbansinya kemudian dikalibrasi terhadap kurva standart. Pengamatan dilakukan pada panjang gelombang tertentu yang memberikan serapan maksimum (λ_{maks}).

Konsentrasi larutan yang terlalu pekat dapat menyebabkan penyimpangan hukum Lambert-Beer. Hal ini dapat disebabkan karena interaksi molekul-molekul zat terlarut dengan pelarut. Interaksi ini dapat mengubah kemampuan untuk mengadsorpsi cahaya pada panjang gelombang yang diberikan. Faktor lain yang

mempengaruhi kelinearan kurva adalah adanya disosiasi zat pada pengenceran, terjadinya polimerisasi dan pH larutan (Handoko, 1996).

2.3.3 Spektrometri Genesys

Instrumentasi spektrofotometri dalam penelitian ini adalah spektrometri Genesys yang merupakan spektrofotometer berkas tunggal. Komponen yang penting dalam spektrofotometer berkas tunggal secara skema ditunjukkan dalam Gambar 1 dibawah ini (Day dan Underwood, 1990):



Gambar 1. Diagram blok yang menunjukkan komponen sebuah spektrofotometer berkas tunggal. Anak panah melambangkan energi cahaya, garis lurus melambangkan hubungan listrik. Bagan optis dan bagan listrik dari instrumen itu bertemu pada detektor, suatu transduser yang mengubah energi cahaya menjadi energi listrik

Komponen instrumentasi diatas dapat diuraikan sebagai berikut:

1. Suatu sumber energi cahaya yang berkesinambungan yang meliputi daerah spektrum dimana instrumen itu dirancang untuk beroperasi.
2. Suatu monokromator, yakni suatu piranti untuk memencilkan pita sempit panjang-panjang gelombang dari spektrum lebar yang dipancarkan oleh sumber cahaya.
3. Suatu wadah sampel.
4. Suatu detektor, yang berupa transduser yang mengubah energi cahaya menjadi suatu isyarat listrik.

5. Suatu pengganda (amplifier) dan rangkaian yang berkaitan yang membuat isyarat listrik memadai untuk dibaca.
6. Suatu sistem baca dimana diperagakan besarnya isyarat listrik.

2.3.4 Sensitivitas dan Batas Deteksi

Sensitivitas adalah berat terkecil zat yang masih dapat ditentukan dalam suatu kolom larutan dengan penampang lintang tertentu. Beratnya dinyatakan dengan mikrogram (μg) sedangkan luas penampangnya dalam cm^2 (Khopkar, 1990). Sensitivitas atau kepekaan suatu metode analisis sangat bergantung pada banyak faktor diantaranya adalah pada jenis metode dan peralatan yang digunakan serta kegunaan hasil analisisnya (Khasanah dkk, 1998)

Metode spektrofotometri telah menentukan batasan sensitivitasnya, yang didefinisikan sebagai harga konsentrasi dari unsur dalam larutan yang menghasilkan sinyal pancaran sebesar 99 % atau 0,0044 (Khasanah dkk, 1998).

$$\text{Sensitivitas} = \frac{0.0044}{\text{slope kurva kalibrasi}} \quad (2.4)$$

Batas deteksi merupakan konsentrasi atau jumlah terendah dari suatu zat yang dapat ditentukan dan secara statistik memiliki harga yang berbeda dengan blanko analitiknya (Khasanah dkk, 1998)

Pada umumnya metode analisis menggunakan kurva kalibrasi untuk menentukan konsentrasi zat yang dicari. Untuk menentukan batas deteksi, harus dilakukan juga pengukuran terhadap larutan blanko. Batas deteksi (Y) dapat ditentukan dengan menggunakan rumus :

$$Y_{(LOD)} = Y_B + 3S_B \quad (2.5)$$

Dengan ketentuan $Y_{(LOD)}$ = batas deteksi, Y_B adalah absorbansi blanko, S_B adalah simpangan baku blanko (Miller dan Miller, 1991).

2.3.5 Reprodusibilitas dan Selektivitas

Ketelitian dalam metode analisis diuji dengan menganalisis larutan standar ion logam berat dengan konsentrasi yang bervariasi. Ketelitian menggambarkan reprodusibilitas hasil analisis. Ketelitian dalam penelitian ini dinyatakan dengan harga koefisien variasi (Khasanah dkk, 1998).

Harga koefisien variasi dapat dihitung dengan persamaan berikut :

$$\text{Koefisien Variasi (V)} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (2.6)$$

(Day dan Underwood, 1986)

Dimana s menunjukkan simpangan baku absorbansi dan \bar{x} menyatakan nilai absorbansi rata-rata. Selektivitas warna reaksi dari metode spektrofotometri tergantung dari reagen yang digunakan, tingkat oksidasi unsur, pH medium, agen pengompleks yang digunakan untuk melindungi analit terhadap ion pengganggu.

Meningkatnya selektivitas metode spektrofotometri terlebih dulu diperoleh dengan melindungi analit terhadap ion-ion pengganggu. Pelindung terhadap berpindahannya ion pengganggu kedalam kompleks stabil dengan agen pembentuk kompleks sehingga ion pengganggu tersebut tidak dapat bereaksi dengan reagen spektrofotometri, dan tidak juga mengganggu warna reaksi yang diamati. Beberapa agen pelindung (*masking agent*) untuk unsur tertentu, misal unsur Co dengan NH_3 , EDTA, NO_2^- , SCN^- , CN^- (Marzenko, 1986).

Selektivitas yang tinggi juga dapat diperoleh dengan kombinasi yang sesuai antara agen pelindung dan pH. Kompleks stabil yang efektif tidak konstan tetapi bervariasi nilai pH dan parameter lain seperti konsentrasi dari *masking agent* dan adanya zat pembentuk kompleks yang lain. Perbedaan kompleks yang terbentuk antara ion logam dan reagen TAN ini tergantung pada pH. Dalam media yang asam, kompleks 1:1 antara ion kobalt (II) dengan reagen TAN biasanya akan terbentuk sedangkan jika pH dinaikkan perbandingan kompleks yang mudah terbentuk antara ion logam dan reagen TAN akan lebih tinggi hingga dapat menaikkan sensitivitas daripada reaksi yang terjadi. Dalam menentukan sensitivitas dapat digambarkan melalui nilai absorptivitas kompleks yang terjadi. Sedangkan untuk mengetahui tingkat selektivitas dari pada reagen ini terhadap

ion-ion logam tertentu, dapat dilakukan dengan menentukan unsur-unsur ion logam lainnya yang terkandung juga dalam analit dan cukup mengganggu dalam menentukan ion logam tertentu. Dengan menggunakan *masking agent* terhadap unsur logam yang diteliti, kandungan ion logam berat lainnya dapat ditentukan (Hovind, 1975).

Adanya gugus batokromik sebagai reaksi pengompleks dalam reagen TAN memberikan keuntungan lebih luas secara selektif dalam menentukan kandungan ion-ion logam tanpa harus melakukan pemisahan secara analitik terlebih dahulu (Hovind, 1975).

2.3.6 Sistem Warna dalam Spektrofotometri

Sistem warna digunakan dalam metode spektrofotometri hampir semua melibatkan pembentukan kompleks, terutama reagen-reagen yang akan dijelaskan kemudian pada sub bab reagen spektrofotometri.

Grup terbesar dibuat dengan metode penggunaan reagen-reagen *Bifungsional Organik* untuk membentuk kelat dengan ion-ion logam. Kompleks ini secara listrik bersifat netral dan terlarut dalam pelarut inert, termasuk dalam kelompok ini adalah ekstraksi-metode spektrofotometri dengan menggunakan *Dithizone*, *8-Hidroksi-quinoline*, *Dioksim*, *Nitrosonaphthol*, dan PAN.

Grup-grup besar yang lain menggunakan reagen-reagen organik yang membentuk air yang melarutkan kompleks kelat anionik atau kationik dengan ion-ion metal. Reagen-reagen ini mempunyai grup hidropilik pada strukturnya, dan juga grup asam sulfonat. Komplek-komplek anion yang terbentuk sebagai contoh *Arsenazo III*, PAR, *Eriochrome Black T*, *Xylenol Orange*, dan *Bromo Pyrogallo* merah. Kelat kationik, larut dalam air, dibentuk oleh *1,10 phenantroline* dan *Cuproin* (Marzenko, 1986).

Komplek-komplek logam dengan reagen-reagen anorganik juga sering digunakan dalam metode spektrofotometri seperti tiosianat (Fe(III), Co, Nb, Mo, Re, W, U, Ti), *iodide* (Bi, Sb, Pd), *bromide* (Au), kompleks peroksida (Ti, V, U). Penentuan berdasarkan komplek-kompleks ini dilakukan dalam medium encer

atau setelah ekstraksi dengan pelarut organik yang grupnya mengandung oksigen (Marzenko, 1986).

2.4 Reagen-Reagen untuk Penentuan Ion Kobalt (II)

Reagen-reagen yang akan memberikan warna dari hasil reaksi berdasarkan spektrofotometri disebut reagen spektrofotometri. Pada umumnya reagen-reagen spektrofotometri pengkelat dapat diamati pada atom hidrogen yang dimiliki. Atom hidrogen terdapat pada gugus seperti COOH , $-\text{NH}_2$, $-\text{OH}$, $-\text{SH}$ dan $=\text{NOH}$. Ketika atom hidrogen digantikan, atom logam menempati gugus tersebut sehingga dapat terikat pada gugus fungsional dasar. Ligan bereaksi sebagai anion L^- dengan logam kation M^{n+} untuk membentuk kelat netral ML_n . Kelat yang tidak bermuatan sering tidak larut dalam larutan encer, kecuali jika ligan mengandung gugus yang dapat melarutkan seperti gugus asam sulfonat.

Sebuah reagen spektrofotometri dikatakan spesifik untuk sebuah logam jika menghasilkan produk reaksi dengan logam yang mengadsorpsi radiasi pada panjang gelombang dimana logam yang lain tidak menyerap radiasi pada panjang gelombang tersebut. Reagen-reagen yang akan memberikan warna reaksi berdasarkan spektrofotometri disebut spektrofotometri reagen dapat dikelompokkan kedalam dua kategori organik dan anorganik. Metode spektrofotometri yang lebih sensitif terutama didasarkan pada reagen organik, misalnya *Thio-Michlers ketone*, *chromogenic macrocycle* dan turunan halida dari reagen *pyridylazo*.

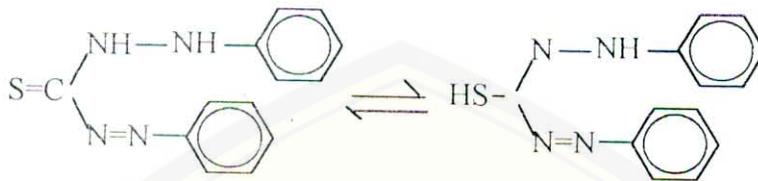
2.4.1 Dithizone

Dithizone adalah salah satu reagen spektrofotometri yang penting. Ia menyediakan metode dasar untuk penentuan Pb, Zn, Cd, Ag, Hg, Cu, Bi dan logam-logam yang lain. Dithizone telah sering digunakan dalam ekstraksi pemisahan kandungan logam-logam sebelum ditentukan.

Dithizone adalah sebuah asam lemah dan tidak larut pada air pada pH < 7. Dithizone dilarutkan dalam medium alkali membentuk larutan jingga terhadap anion-anion HDz^- . Dithizone didalam larutan memberikan warna hijau,

diantaranya didalam hidrokarbon, alkohol, keton dan hidrokarbon terklorinasi seperti karbon tetraklorida dan kloroform.

Didalam pelarut organik dithizone berbentuk thioketo (I) dan bentuk tautometri Thiol (II).



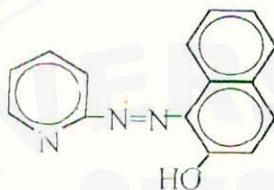
Gambar 2. Struktur Thioketo I Struktur Thioketo II

Dithizone membentuk kelat warna, larut dalam pelarut organik yang inert, dengan sebuah kelompok besar unsur-unsur yang letaknya berdekatan dalam sistem periodik. Kelat ini dibentuk dengan menggoyang larutan dithizone (misalnya didalam kloroform) pada pH yang sesuai, dengan larutan encer yang didalamnya terdapat logam. Larutan logam dithizone didalam pelarut organik warnanya lebih kuat. Absorptivitas molar dari dithizone berada dalam daerah $3 \times 10^4 - 9 \times 10^4$. Absorptivitas molar dithizone dalam karbon tetraklorida pada $\lambda_{maks} = 620 \text{ nm}$ adalah $3,2 \cdot 10^4$. Adanya kloroform pada karbon tetraklorida mempengaruhi absorptivitas molar dithizone (Marzenko, 1986).

Dithizone paling stabil terhadap Pt, Pd, Au, Ag, Hg dan Cu dapat diekstraksi dari larutan asam kuat, beberapa metal (Bi, In, Zn,) diekstraksi dari media asam lemah. Sedangkan logam yang lain (Co, Ni, Pb, Ti, Cd) diekstraksi dari media netral atau alkali. Kelebihan dithizone adalah akibat rendahnya pH yang membuat dithizone terbentuk. Dithizone didalam larutan kloroform menggunakan pH mendekati 1,5 satuan unit lebih tinggi daripada didalam karbon tetraklorida. Selektivitas metode spektrofotometer dengan penggunaan reagen dithizone dilakukan dengan pengontrolan pH media encer dan menggunakan *masking agent* seperti sianida, EDTA, tiosulfat dan iodida (Marzenko, 1986).

2.4.2 Reagen 1-(2-piridilazo)-2-naftol (PAN) dan 4-(2-piridilazo)resorsinol (PAR)

Reagen azo PAN, PAR dan *Arsenazo* III telah melalui penyelidikan dan digunakan dalam analisis yang lebih luas. Sebagai contoh salah satu kelompok senyawa Azo N-heterociklik adalah piridilazo dan thiazolilazo. PAN [1-(2-piridilazo)-2-naftol] pertama kali direkomendasikan sebagai reagen spektrofotometri oleh *Cheng dan Bray* (Marzenko,1986).



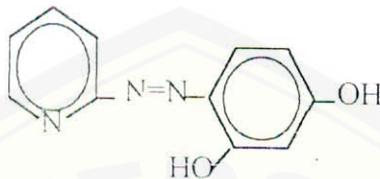
Gambar 3. Struktur PAN

PAN berada dalam tiga bentuk didalam larutan. Larutan Asam ($\text{pH} \leq 2$) mengandung ion H_2R^+ (indikator (R)) terprotonasi berwarna kuning kehijauan yang melarut dalam air. Diantara pH 3 dan pH 11, PAN terjadi pada molekul HR netral, larut dalam pelarut organik untuk memberikan warna kuning. Dalam larutan alkali ($\text{pH} \geq 11$) PAN berada sebagai anion Red R^- yang terlarut dalam air. PAN secara normal digunakan didalam metanol atau etanol. Hal itu dilakukan sebagai pengompleks ligan terdentat dengan logam-logam melalui atom hidroksil oksigen, atom nitrogen piridin dan salah satu dari atom nitrogen grup azo. Logam-logam yang memberikan warna reaksi dengan PAN adalah Mn, Cu, Ni, Co, In, Zn, Ga dan unsur-unsur logam yang lain.

Selektivitas dari penggunaan PAN ditingkatkan dengan memilih pH yang cocok dan *masking agent*. Besi, kobalt, nikel bereaksi secara kuantitatif dengan PAN. Sianida dapat menentukan adanya Ni, Zn, Cd, Co, dan Cu dengan membentuk kompleks sianida yang stabil. Pemilihan zat pengekstrak dengan hati-hati juga akan meningkatkan selektivitas PAN.

Pada penelitian sebelumnya, Penentuan secara spektrofotometri terhadap senyawa kobalt (III) dengan PAN dilakukan pada pH 3 sampai 6. Ekstraksi dengan kloroform menunjukkan absorbansi maksimum pada panjang gelombang 590 nm sampai 640 nm. Hukum Beer berada pada daerah antara 0,1 sampai

dengan 2,4 per mililiter dengan koefisien variasi 3 %. Larutan kobalt (III) tersebut diperoleh dari larutan kobalt (II) kemudian dioksidasi dengan potassium periodat menjadi Co (III) setelah pH disesuaikan dengan penambahan larutan buffer asetat. (Goldstein, Manning, dan Menis, 1959)



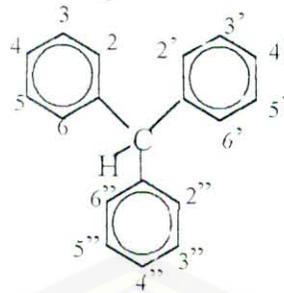
Gambar 4. Struktur PAR

PAR [4-(2-piridilazo)resorsinol] larut dalam air dan membentuk kompleks dengan logam yang larut dalam air. PAR berada dalam 6 bentuk yang berbeda. Dalam 90 % asam sulfurit, 50% asam sulfurit, dan $\text{pH} < 2$, terprotonasi membentuk H_5R^{3+} , H_4R^{2+} , dan H_3R^+ secara berturut-turut. Molekul netral PAR berada antara $\text{pH} 2,1$ dan $4,2$ ($\lambda_{\text{maks}} = 385 \text{ nm}$). Anion HR^- ($\lambda_{\text{maks}} = 413 \text{ nm}$) terjadi diatas daerah $\text{pH} 4,2 - 7$. Didalam larutan alkali ($\text{pH} 10,5 - 13$) grup-grup hidroksil terdissosiasi membentuk R^{2-} ($\lambda_{\text{maks}} = 490 \text{ nm}$) (Marzenko, 1986).

PAR memberikan kompleks yang berwarna ion-ion logam polivalen. Penentuan logam dengan PAR dilakukan dalam larutan encer. Pada medium asetat ($\text{pH} 3 - 6$) PAR memberikan reaksi warna dengan Zn, Cd, Co, Ni, Mn, U, Pb, La, dan logam-logam yang lain. Larutan kompleks PAR memberikan warna merah atau warna violet. Kompleks antara logam dan PAR diekstraksi didalam kloroform dengan adanya *diphenylguanidine*.

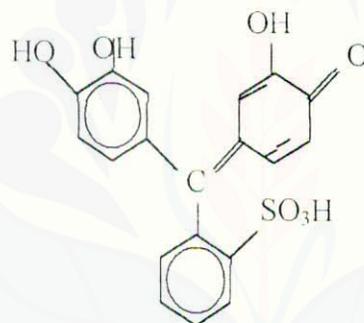
2.4.3 Reagen Triphenilmetan

Reagen-regaen yang akan didiskusikan berikut ini merupakan derivat dari *Tripenylmethane*.



Gambar 5. Struktur Triphenilmetan.

Seperti halnya reagen-reagen yang warnanya kuat dan reagen ini juga menyediakan metode spektrofotometri dasar untuk penentuan sejumlah logam. *Pyrokatekol violet* adalah reagen pengkelat yang sering digunakan dengan tiga gugus hidroksil dan satu gugus sulfonat.



Gambar 6. Struktur *Pyrokatekol*

Pyrokatekol secara bebas terlarut dalam air dan alkohol encer. Namun kurang larut didalam alkohol murni yang dingin. Larutan encer terhadap reagen ini memberikan warna kuning pada pH 1-8, dan warna larutan berubah menjadi violet dengan meningkatnya pH sebagai akibat dissosiasi proton dari gugus hidroksil. *Pyrokatekol violet* membentuk kelat yang sering berwarna biru dengan banyak logam-logam misal Be, Al, Co, Cu, Fe, Ga, In, Mn, Pb, Tn, V, Zn, Zr di dalam larutan asam lemah dan larutan basa.

Reagen-reagen yang lain yang juga merupakan derivat dari triphenilmetan adalah *Eriochrome Cyanin k* (ECR) dan *Chrome Azurol S* (CAS), yang mempunyai gugus karboksilat disamping gugus hidroksil dan gugus sulfonat.

2.4.4 Ditiokarbamat

Natrium dietilditiokarbamat (Na-DDTC) adalah ditiokarbamat yang paling umum sering digunakan dalam spektrofotometri analisis. Logam-logam yang membentuk kompleks dengan Na-DDTC adalah Zn, Cd, Co, Ni, Mn, Pb, Ga, dan logam-logam yang lain. Metode spektrofotometri dengan menggunakan Na-DDTC agak sensitif sejak warna yang terjadi antara logam dengan Na-DDTC tidak kuat. karbon tetraklorida mengekstrak kompleks Bi, Cu, Ni, Co, Pb, Te, As, Se, dan Mn pada daerah pH 4 - 11; pH 4 - 9; pH 4 - 6; dan pH 6 - 9 secara berturut-turut. Kompleks logam-logam dapat diekstrak di dalam kloroform dan larutan asam kuat. Na-DDTC terurai didalam larutan asam, membentuk dietilamin dan karbon disulfid sehingga larutan Na-DDTC disimpan dalam alkali terlarut pada pH~9.

Stabilitas kompleks dietilkarbamat dengan logam-logam menurun dengan urutan $Hg > Ag > Co > Cu > Ni = Bi > Pb > Cd > Fe(III) > Zn > Mn$ (Marzenko, 1986).

2.4.5 Reagen Anorganik

Tiosianat adalah salah satu yang paling penting dari reagen spektrofotometri. Logam-logam yang membentuk kompleks tiosianat adalah Sc, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Zn, Ga, Ag, Pd dan logam-logam yang lain. Tiosianat pada prinsipnya digunakan untuk penentuan besi (III), *molybdenum*, tungstens, niobium, rhenium, kobalt, uranium dan titanium.

Penentuan logam-logam dengan tiosianat dilakukan dalam aseton yang encer, atau setelah reaksi dengan pelarut yang mengandung oksigen. Kemampuan ekstraksi kompleks logam tergantung pada keasaman medium, konsentrasi tiosianat dan pelarut organik.

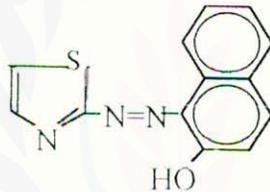
Pada tahap pembentukan kompleks tiosianat memberikan spesi kompleks tiosianat kation misal $FeSCN^{2+}$, kompleks tiosianat netral (misal $Fe(SCN)_3$), kompleks anion tiosianat.

Peningkatan selektivitas dalam penentuan logam-logam oleh tiosianat diperoleh dengan pemilihan keasaman, konsentrasi tiosianat, *masking agent*, dan tingkat oksidasi logam. Penentuan logam-logam dengan metode tiosianat seperti:

titanium, besi dan niobium sangat sensitif. Sedangkan untuk penentuan uranium, kobalt kurang sensitif. Stabilitas warna beberapa sistem tiosianat rendah, ini dihubungkan dengan sifat reduksi tiosianat dan juga lambatnya polimerisasi asam tiosianik didalam larutan asam yang mana menyebabkan menguning (*Yellowing*).

2.5 Reagen Turunan Senyawa Thiazolilazonaftol, 1-(2-thiazolilazo)-2-naftol (TAN)

Senyawa-senyawa *Thiazole azo* juga mempunyai kesamaan sifat dengan PAN dan PAR sebagai reagen spektrofotometri. Sebagai contohnya reagen *Thiazolylazonaphthol* beserta senyawa turunannya. Reagen-reagen ini bila bereaksi dengan ion-ion logam akan lebih selektif, dikarenakan rendahnya stabilitas kompleks senyawa tersebut (Marzenko,1986). Sebagai contohnya adalah reagen TAN [1-(2-thiazolilazo)-2-naftol].



Gambar 7. Struktur TAN

Pada umumnya senyawa ini berwarna ungu, merah dan berbentuk serbuk yang berwarna kekuning-kuningan yang larut di dalam air, namun juga bisa larut kedalam pelarut organik seperti metanol, etanol, aseton dan dimetil formamid serta campuran pelarut organik dan pelarut air. Larutan TAN encer yang bersifat netral dan sebagian turunannya dalam pelarut organik berwarna merah dengan absorbansi maksimum pada panjang gelombang 490 nm (Hovind, 1975). Sedangkan dalam larutan asam kation berwarna kuning terjadi pada panjang gelombang maksimum 440 nm dan dalam medium alkali gugus hidroksil terdissosiasi memberikan anion yang berwarna violet pada panjang gelombang maksimum 530 nm (Hovind,1975). Turunan thiazolilazonaftol membentuk warna kompleks dengan sebagian besar logam transisi. Perbandingan logam dengan ligan biasanya 1:1 dalam medium asam dan 1:2 ketika pH dinaikkan (Hovind, 1975).

2.5.1 Analisis Spektrofotometri dengan Menggunakan Reagen TAN

Dalam larutan dimetil formamid TAN hanya membentuk satu kompleks dengan rhodium (III), osmium (IV) dan osmium (VIII). Larutan harus terus dipanaskan didalam air mendidih agar reaksi yang terjadi dapat berjalan dengan sempurna. Pada larutan Etanol reagen TAN bereaksi dengan Cu(I) untuk membentuk sebuah kompleks campuran dengan ion klorida sebagai ligan kedua. Adanya perubahan warna yang terjadi dalam pembentukan kompleks yang terjadi antara reagen thiazolilazonaftol beserta turunannya dengan ion-ion logam seperti aluminium, zirkonium, thorium dan ion gallium dapat dijadikan bukti sebagai reagen-reagen yang sensitif pada pH sekitar 1-3. Sebagai contoh ion Cu(II) dapat ditentukan dengan TAN dan turunan reagen thiazolilazonaftol lainnya pada pH 2 (Hovind, 1975).

Penggunaan dari pada senyawa TAN dalam menentukan beberapa ion logam berat tertera dalam tabel 2.

Tabel 2. Data Spektrofotometri untuk Reagen [1-(2-thiazolilaze)-2-naftol] (TAN)

Senyawa	Ion	λ_{max}	ϵ	pH	Batas Deteksi (ppm)	Keterangan
TAN	Cu ⁺	580	20.000	3,7-6,2	0,3-1,8	1:1 Komplek
	Cu ²⁺	580	35.300	1,5-3,5		1:2 komplek
	Rh ³⁺	620	9.800	6,3-7	0,8-4,0	-
	Os ^{IV}	560	15.300	6,7	0,6-10	-
	Os ^{VIII}	560	15.700	7,0	0,6-10	K _{sta} ditentukan

Sumber : Hovind,1975

2.6 Mekanisme Sensor Kimia Berdasarkan Kromofor

Mekanisme penginderaan secara umum dapat dilukiskan dengan mengabaikan muatan ion logam yang bervariasi. Ketika reagen terimmobilisasi dalam fase padat dilindungi dengan larutan analit, kompleksasi ion logam oleh kromofor (ligan) menyebabkan terjadinya perubahan warna dan spektrum adsorpsi. Dua kesetimbangan yang dilibatkan, kompleksasi ion logam-dekompleksasi oleh kromofor, menghasilkan respon warna yang reversibel terhadap reagen terimmobilisasi. Jika sebuah kromofor bereaksi sebagai indikator secara langsung, *Ind.* Itu dapat bereaksi secara reversibel dengan analit ion logam,

M , untuk membentuk kompleks, $MInd$ dengan perbedaan sifat optik menghasilkan perubahan warna (Kuswandi dan Narayanaswamy, 1999).



Reaksi ini dikarakteristik dengan sebuah konstanta kesetimbangan, K_e

$$K_e = [MInd]/[M][Ind] \quad (2.8)$$

Pada tingkat kesetimbangan, parameter yang diukur berupa jumlah $[MInd]$ atau jumlah $[Ind]$ atau perbandingan dua jumlah tersebut. Variasi kekuatan ionik mempengaruhi K_e untuk beberapa reaksi yang melibatkan ion dan juga bahan pendukung yang digunakan dalam immobilisasi indikator. Sebagai hasil, perkembangan optode untuk ion-ion logam difokuskan untuk peningkatan pK_e atau indikator yang digunakan, salah satunya dengan seleksi terhadap polimer pendukung yang sesuai untuk digunakan dalam immobilisasi indikator atau dengan senyawa baru sebagai indikator. Selanjutnya respons sensor tidak tergantung pada total jumlah indikator, namun tergantung pada konstanta kesetimbangan.

$$[M] = [MInd]/([Ind]K_e) \quad (2.9)$$

2.7 Teknik-Teknik Immobilisasi

2.7.1 Adsorpsi

Secara garis besar teknik adsorpsi, kromofor diadsorpsi diatas resin - resin polimer khusus misalnya XAD series, resin perukar ion dan sejenisnya. Proses Adsorpsi secara umum dapat kita bagi menjadi dua kelas yaitu adsorpsi secara fisik dan adsorpsi secara kimia. Adsorpsi secara fisik terjadi ikatan yang sangat lemah melalui gaya *van der wall*, dapat pula berupa ikatan hidrogen dan gaya elektrostatis reagen dengan matriknya. Adsorpsi secara kimiawi memiliki ikatan yang lebih kuat umumnya kromofor dan matrik terikat dengan ikatan kovalen. Efek dari pada permukaan yang bermacam-macam dapat ditekan dengan menggunakan penyerapan molekuler yang berukuran lebih besar. Keadaan ini menjadi dasar keakuratan teknik immobilisasi adsorpsi dalam perentuan daerah spesifik penyerap padat (Enggins dan Brian, 1996).

2.7.2 Entrapment

Kromofor diperangkap dalam sebuah struktur primer yang permeabel. Pada teknik ini dibutuhkan proses preparasi yang cukup spesifik. Keuntungan teknik ini, pada membran yang digunakan adalah homogen, transparan, secara mekanik cukup kuat merubah warna secara cepat dalam menentukan kandungan salah satu ion logam tertentu dari beberapa ion logam yang ada dalam analit. Misalnya membran yang biasa digunakan adalah membran nafion. Sedangkan kelemahan dari pada teknik immobilisasi entrapment adalah kesulitan substrat berdifusi kedalam membran struktur primer untuk bereaksi dengan kromofor sehingga *respon time* dan *recovery sensor* cukup lama. Beberapa teknik ini juga telah dikembangkan dalam sistem bioaktif molekul dilakukan dengan cara mencampurkan bioaktif material dengan monomer yang selanjutnya dipolimerisasi (Enggins, 1996).

2.7.3 Mikroencapsulasi

Kromofor diperangkap dalam membran yang inert dan kemudian dilekatkan pada transduser (pendeteksi). Membran dapat berperan sebagai pelindung kromofor sehingga menghasilkan teknik sensor yang cukup baik. Hal ini dikarenakan teknik ini cukup tahan dengan adanya perubahan pH, temperatur, kekuatan ion serta pada membran memiliki pori-pori berukuran relatif kecil sehingga hanya bisa dilewati oleh ion-ion yang berukuran lebih kecil. Manfaat dari pada penggunaan teknik immobilisasi ini adalah:

1. Kromofor yang terperangkap dalam membran dalam keadaan terkontak langsung dengan transdusernya.
2. Sangat mudah dipreparasi.
3. Sangat *reliabel*, mudah dirawat, tidak mudah terdegradasi serta mudah dikembangkan (Enggins, 1996).

2.7.4 Ikatan kovalen

Ikatan kovalen merupakan salah satu teknik immobilisasi yang mengikat kromofor yang tidak mempunyai sisi aktif dengan ikatan kovalen secara langsung

dengan matrik pendukung atau transdusernya. Kelebihan teknik immobilisasi ini adalah analit direaksikan terlebih dahulu dengan membran polimer atau matrik pendukung. Pada sistem bioaktif molekuler, teknik ini tidak akan hilang sifat katalisnya sebab reaksi harus berjalan pada temperatur yang rendah, menggunakan bahan karier dengan kekuatan ionik rendah dan pH netral (Enggins, 1996).

2.7.5 *Cross linking*

Dalam teknik ini kromofor diikat secara kimia dengan membran atau bahan pendukung padat lainnya. Molekul dengan dua gugus fungsi (*Bifunctional reagent*) dapat mengikat kromofor dan membran atau bahan pendukung padat lainnya. Contoh molekul yang biasa digunakan adalah *Glutaraldehid*, *Heksametil Diisosiyanat* dan 1,5 dinitro 2,4 difluoro benzena. Beberapa kekurangan teknik *cross linking* adalah proses dapat menyebabkan kerusakan pada membran, proses difusi bagi substrat terganggu, hasil *cross linking* merupakan senyawa sangat padat (Enggins, 1996).

BAB III
METODE PENELITIAN



Milik UPT Perpustakaan
UNIVERSITAS JEMBER

3.1 Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia Analitik Fakultas MIPA Universitas Jember.

3.2 Bahan dan Alat Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini menggunakan larutan Co(II) standart, Larutan buffer pH 4-9, Larutan [1-(2-thiazolilazo)-2-Naftol], aquabidest, kertas tissue, HCl 0,1 M. Material polimer yang digunakan untuk mengimmobilisasi reagen TAN [1-(2-thiazolilazo)-2-naftol] yaitu larutan nafion.

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah spektrofotometer visibel, kuvet, pipet tetes, beaker glass 50 mL dan 100 mL, labu ukur 100 mL, labu ukur 10 mL, pipet volum 5-25 mL dan ball pipet.

3.3 Pelaksanaan Penelitian

3.3.1 Preparasi Reagen Cair TAN

Preparasi reagen TAN 0,1 % dilakukan dengan cara melarutkan padatan reagen TAN 0,1 gram kedalam 100 mL larutan metanol 50 %.

3.3.2 Preparasi pH Buffer

pH larutan buffer dalam range 4,5,6,7,8,9 dipreparasi sebagai berikut.

a. Larutan Buffer pH 4

Larutan buffer pH 4 dibuat dengan menambahkan 9 mL CH_3COONa 0,2 M ke dalam 41 mL CH_3COOH 0,2 M dan diencerkan menjadi 100 mL dengan aquades. pH larutan dikontrol dengan menggunakan pH meter.

b. Larutan Buffer pH 5

Larutan buffer pH 5 dibuat dengan menambahkan 22,6 mL NaOH 0,1 M ke dalam 50 mL KH-phtalate 0,1 M dan diencerkan menjadi 100 mL dengan aquades. pH larutan dikontrol dengan menggunakan pH meter.

c. Larutan Buffer pH 6

Larutan buffer pH 6 dibuat dengan menambahkan 5,6 mL NaOH 0,1 M ke dalam 50 mL KH_2PO_4 0,1 M dan diencerkan menjadi 100 mL dengan aquades. pH larutan dikontrol dengan menggunakan pH meter.

d. Larutan Buffer pH 7

Larutan buffer pH 7 dibuat dengan menambahkan 29,1 mL NaOH 0,1 M ke dalam 50 mL KH_2PO_4 0,1M dan diencerkan menjadi 100 mL dengan aquades. pH larutan dikontrol dengan menggunakan pH meter.

e. Larutan Buffer pH 8

Larutan Buffer pH 8 dibuat dengan menambahkan 46,1 mL NaOH 0,1 M ke dalam 50 mL KH_2PO_4 0,1M dan diencerkan menjadi 100 mL dengan aquades. pH larutan dikontrol dengan menggunakan pH meter.

f. Larutan Buffer pH 9

Larutan Buffer pH 9 dibuat dengan menambahkan 50 mL asam boraks 0,1 M; 20,8 mL NaOH 0,1 M dan KCL 0,1 M dan diencerkan menjadi 100 mL dengan aquades. pH larutan dikontrol dengan menggunakan pH meter.

3.3.3 Preparasi larutan Kobalt (II) Standart

Larutan kobalt (II) standart konsentrasi 100 ppm dipreparasi dari padatan $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ kedalam 100 mL pelarut air.

3.3.4 Preparasi Larutan Blanko

Larutan blanko dipreparasi dengan menggunakan larutan TAN 0.1 % yang dilarutkan kedalam air dan larutan buffer, kemudian dimasukkan kedalam kuvet sebagai larutan blanko sebelum melakukan pengukuran absorbansi terhadap larutan sampel.

3.3.5 Teknik Immobilisasi Entrapment

0.01 g Larutan TAN dalam 2 mL larutan nafion. Kemudian larutan tersebut ditempatkan pada botol kecil yang tertutup rapat. Larutan dalam botol kemudian diaduk sampai homogen. Setelah homogen, larutan diambil dengan pipet mikro atau jarum alat suntik yang berukuran paling kecil dan ditetaskan pada kertas transparan untuk dibuat membran sebagai reagen kering. Reagen kering TAN yang sudah jadi kemudian dikeringanginkan dan dibentuk sebagai alat strip-test.

3.4 Penentuan Ion Kobalt (II) dengan Reagen Cair TAN Secara Spektrofotometri

3.4.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Penentuan panjang gelombang maksimum ditentukan terhadap larutan kobalt (II) 10 ppm yang dibuat dari 1 mL larutan standart kobalt (II) 100 ppm dalam labu ukur 10 mL. Kemudian larutan tersebut ditambahkan dengan 3 tetes reagen cair TAN dan diencerkan dengan pH buffer optimum. Larutan tersebut kemudian dibiarkan selama 5 menit dan dilakukan pengukuran nilai absorbansi dari larutan standart kobalt (II) 10 ppm pada panjang gelombang visibel 400 – 700 nm dengan interval 3 nm. Hasil pengukuran dibuat kurva hubungan antara panjang gelombang dengan absorbansi.

3.4.2 Pengaruh pH pada Kompleks Co(II) - TAN

Semua larutan standart kobalt (II) 10 ppm yang telah dibuat dengan perlakuan 1 mL larutan standart kobalt (II) 100 ppm dalam labu ukur 10 mL, kemudian ditambahkan dengan 3 tetes reagen cair TAN, dan dibuat pada range pH 4-9. Semua larutan standart kobalt (II) 10 ppm dengan range pH 4-9 diukur nilai absorbansinya pada panjang gelombang maksimum dengan menggunakan spektrofotometer cahaya tampak. Hasil pengukuran dibuat kurva hubungan antara pH dengan absorbansi.

3.4.3 Pembuatan Kurva Kalibrasi dengan Reagen Cair TAN

Larutan standar kobalt (II) dengan konsentrasi 0,2 ppm; 0,4 ppm; 0,6 ppm; 0,8 ppm; 1 ppm; 2 ppm; 4 ppm; 6 ppm; 8 ppm dan 10 ppm yang dibuat dengan perlakuan mengambil larutan standart kobalt (II) 100 ppm dengan volume sesuai dengan kebutuhan dari konsentrasi larutan tersebut. Kemudian masing-masing larutan ditambahkan 3 tetes reagen cair TAN dan diencerkan dengan pH buffer optimum dalam labu ukur 10 mL. Larutan campuran tersebut diukur nilai absorbansinya pada panjang gelombang maksimum dengan menggunakan spektrofotometer visibel. Hasil pengukuran kemudian dibuat kurva kalibrasi antara konsentrasi versus absorbansi.

Reproduksibilitas (R) atau Ketelitian dalam metode analisis diuji dengan menganalisis larutan standart ion kobalt (II) dengan konsentrasi yang bervariasi. Ketelitian menggambarkan reproduksibilitas hasil analisis. Ketelitian dalam penelitian ini dinyatakan dengan harga koefisien variasi. Harga koefisien variasi dapat dihitung dengan persamaan 2.6.

3.4.4 Penentuan Batas Deteksi($Y_{(LOD)}$) dan Sensitivitas (S)

Larutan blanko yang telah dibuat dengan larutan pH buffer optimum di tambahkan dengan 3 tetes reagen cair TAN dalam labu ukur 10 mL. Larutan blanko tersebut diukur nilai absorbansinya pada panjang gelombang maksimum. Pengukuran diulang sebanyak tiga kali dan dicari nilai simpangan bakunya. Kemudian nilai batas deteksi dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan 2.5. Sedangkan nilai sensitivitas dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan 2.4.

3.4.5 Penentuan Selektivitas

Untuk menentukan selektivitas dilakukan dengan mengetahui pengaruh ion-ion logam berat lain dengan perbandingan konsentrasi kobalt (II) dengan ion-ion logam berat lain sebesar 1:10. Larutan 1 mL kobalt (II) 10 ppm dimasukkan dalam labu ukur 10 mL ditambahkan dengan 1 mL ion logam berat lain dengan konsentrasi 100 ppm. Larutan campuran tersebut ditambahkan dengan 3 tetes reagen cair TAN dan diencerkan dengan pH buffer optimum. Kemudian diukur

nilai absorbansinya pada panjang gelombang maksimum. Hasil yang diperoleh dibandingkan dengan hasil pengukuran larutan kobalt (II) standart yang belum ditambahkan dengan ion-ion logam berat lainnya.

3.5 Penentuan Kandungan Ion Kobalt (II) dengan Reagen Kering TAN Secara Spektrofotometri

3.5.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Panjang gelombang maksimum ion kobalt (II) ditentukan dengan mengukur absorbansi dari larutan kobalt (II) 10 ppm dan buffer pH 7. Dengan perlakuan 1 mL larutan kobalt (II) 100 ppm dimasukkan dalam labu ukur 10 mL kemudian diencerkan dengan buffer pH 7. Larutan tersebut kemudian dimasukkan dalam kuvet yang dilapisi dengan reagen kering TAN. Absorbansi diukur pada panjang gelombang cahaya tampak dengan interval 3 nm. Dibuat kurva hubungan antara panjang gelombang dengan absorbansi.

3.5.2 Pengaruh pH pada Kompleks Co(II) - TAN

Semua larutan standart kobalt (II) 10 ppm yang telah dibuat dengan perlakuan 1 mL larutan standart kobalt (II) 100 ppm diencerkan dengan larutan buffer pada range pH 4-9 dalam labu ukur 10 mL. Kemudian semua larutan standart kobalt (II) pada range pH 4-9 dimasukkan pada kuvet yang telah dilapisi reagen kering TAN dan diukur nilai absorbansinya pada panjang gelombang maksimum dengan menggunakan spektrofotometer visibel. Hasil pengukuran dibuat kurva hubungan antara pH dengan absorbansi.

3.5.3 Pembuatan Kurva Kalibrasi dengan Reagen Kering TAN

Pada pembuatan kurva kalibrasi dengan reagen kering TAN ini dilakukan pengukuran secara kontinu. Dengan perlakuan sebagai berikut: larutan standart kobalt (II) dengan konsentrasi 0,2 ppm; 0,4 ppm; 0,6 ppm; 0,8 ppm; 1 ppm; 2 ppm; 4 ppm; 6 ppm; 8 ppm dan 10 ppm yang dibuat dari larutan induk standart kobalt (II) 100 ppm dengan volume yang sesuai dengan konsentrasi larutan tersebut. Kemudian masing-masing larutan tersebut diencerkan dengan larutan pH

buffer optimum dan dimasukkan kedalam kuvet yang telah dilapisi reagen kering TAN. Kemudian diamati nilai absorbansinya pada panjang gelombang maksimum. Setelah itu dibuat kurva kalibrasi yang menyatakan hubungan antara konsentrasi kobalt (II) dengan absorbansi. Reagen kering hasil immobilisasi yang sama kemudian digunakan kembali secara langsung dalam pengukuran semua larutan kobalt (II) standart pada masing-masing konsentrasi. Pengukuran diulang tiga kali dengan reagen kering yang berbeda untuk pengulangan yang kedua dan ketiga.

Reproduksibilitas (R) atau Ketelitian dalam metode analisis diuji dengan menganalisis larutan standart ion kobalt (II) dengan konsentrasi yang bervariasi. Ketelitian menggambarkan reproduksibilitas hasil analisis. Ketelitian dalam penelitian ini dinyatakan dengan harga koefisien variasi (Khasanah dkk, 1998). Nilai Reproduksibilitas atau koefisien variasi dapat dihitung dengan persamaan 2.6.

3.5.4 Penentuan Batas Deteksi ($Y_{(LOD)}$) dan Sensitivitas (S)

Larutan blanko yang telah dibuat dengan perlakuan larutan pH buffer optimum dimasukkan pada kuvet yang telah dilapisi dengan reagen kering TAN. Kemudian larutan blanko tersebut diukur nilai absorbansinya pada panjang gelombang maksimum. Pengukuran dilakukan diulang sebanyak tiga kali dan dicari nilai simpangan bakunya. Nilai batas deteksi dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan 2.5. dan nilai sensitivitas dapat ditentukan dari persamaan 2.4.

3.5.5 Penentuan Selektivitas

Untuk menentukan selektivitas dilakukan dengan mengetahui pengaruh ion-ion logam berat lain yang ditambahkan kedalam reagen kering TAN, pH buffer optimum dan larutan kobalt (II) standart dengan perbandingan konsentrasi kobalt (II) dengan ion-ion logam berat lain sebesar 1:10. Larutan 1 mL kobalt (II) 10 ppm dimasukkan dalam labu ukur 10 mL ditambahkan dengan 1 mL ion logam berat lain dengan konsentrasi 100 ppm. Kemudian campuran larutan tersebut diencerkan dengan larutan buffer optimum dalam labu ukur 10 mL dan diukur

nilai absorbansinya pada panjang gelombang maksimum. Hasil pengukuran yang diperoleh dibandingkan dengan hasil pengukuran larutan kobalt (II) standart yang belum ditambahkan dengan ion-ion logam berat lainnya.

3.6 Analisis Data

3.6.1 Uji Statistik Nilai Batas Deteksi

Analisis data dengan uji statistik yang digunakan untuk membandingkan nilai batas deteksi dalam analisis ion kobalt (II) yang diperoleh melalui metode reagen cair TAN dan reagen kering TAN adalah dengan cara membandingkan rataan dua buah terok (sampel). Persamaan yang digunakan untuk menghitung taksiran gabung terhadap simpangan baku dari masing-masing simpangan baku dengan reagen cair TAN (S_1) dan reagen kering TAN (S_2):

$$S^2 = \frac{[(n_1 - 1)S_1^2 + (n_2 - 1)S_2^2]}{n_1 + n_2 - 1} \quad (2.10)$$

Uji-t menggunakan persamaan:

$$t = \frac{(\bar{x}_1 - \bar{x}_2)}{S \left(\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2} \right)^{1/2}} \quad (2.11)$$

Dimana mempunyai derajat kebebasan $n_1 + n_2 - 2$. Jika nilai $|t|$ hasil perhitungan lebih kecil dibandingkan dengan nilai t tabel maka hipotesis nol dipertahankan atau selisih hasil kedua metode tidak mempunyai perbedaan yang berarti selang kepercayaan tertentu (Miller dan Miller, 1991).

3.6.2 Uji Statistik Nilai Reprodusibilitas

Uji Statistik yang digunakan untuk membandingkan nilai reprodusibilitas kedua metode tersebut adalah dengan menggunakan uji-t berpasangan. Persamaan yang digunakan:

$$t = \frac{\bar{x}_d \cdot \sqrt{n}}{S_d} \quad (2.12)$$

Dengan ketentuan : \bar{x}_d = Rataan selisih

S_d = Simpangan baku selisih

(Miller dan Miller, 1991)

3.6.3 Analisis Regresi Metode Reagen Cair dan Reagen Kering TAN

Analisis data yang digunakan untuk membandingkan hasil dari dua metode analisis yang berbeda dilakukan dengan memanfaatkan garis regresi dari kurva perbandingan yang diperoleh antara metode reagen cair TAN dengan reagen kering TAN. Tujuan utama membuat perbandingan semacam itu adalah untuk mengetahui galat sistem – apakah cara baru memberi hasil yang lebih tinggi atau lebih rendah dari pada cara yang lebih mapan. Data – data yang digunakan dalam membandingkan kedua metode tersebut adalah data hasil pengukuran nilai absorbansi dari metode reagen cair dan reagen kering pada konsentrasi yang sama dari pembuatan kurva kalibrasi.

Nilai statistik dari $S_{y/x}$ dapat dihitung dari persamaan :

$$S_{y/x} = \left[\frac{\sum_1 (y_i - \bar{y})^2}{n - 2} \right]^{1/2} \quad (2.13)$$

Dengan diketahuinya nilai $S_{y/x}$ dapat dihitung nilai s_b dan s_a , yaitu simpangan baku untuk lereng (b) dan titik potong (a) yaitu :

$$S_b = \frac{S_{y/x}}{\left[\sum_1 (x_i - \bar{x})^2 \right]^{1/2}} \quad (2.14)$$

$$S_a = S_{y/x} \left[\frac{\sum_1 x_i^2}{n \sum_1 (x_i - \bar{x})^2} \right]^{1/2} \quad (2.15)$$

Selanjutnya untuk menentukan apakah lereng dan titik potong kedua metode tersebut mempunyai perbedaan yang berarti atau tidak dari nilai 'ideal' 1

dan 0 maka digunakan nilai t tabel pada derajat kebebasan $n-2$ dengan batas kepercayaan yang diinginkan. Batas kepercayaan untuk lereng berupa $b \pm ts_b$ dan batas kepercayaan untuk titik potong adalah $a \pm ts_a$ (Miller dan Miller, 1991).



BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian “ Pengembangan Sensor Kimia Berbasis Reagen Kering Menggunakan TAN [1-(2-thiazolilazo)-2-naftol] Untuk Penentuan Ion Kobalt (II) dalam Sampel Air “ dapat diambil kesimpulan sebagai berikut :

1. Panjang gelombang maksimum yang terjadi dalam analisis ion kobalt (II) dengan menggunakan reagen cair TAN adalah 490 nm sedangkan dengan menggunakan reagen kering TAN terjadi pergeseran panjang gelombang pada 652 nm.
2. pH optimum yang terjadi dalam analisis ion kobalt (II) dengan reagen cair TAN yaitu pH 6 sedangkan pH optimum dalam analisis ion kobalt (II) dengan reagen kering TAN terjadi pada pH 7.
3. Analisis ion kobalt (II) dengan menggunakan reagen cair TAN mempunyai tingkat sensitivitas sebesar $1,023 \times 10^{-6}$ M (0,603 ppm) dengan batas deteksi $1,955 \times 10^{-6}$ M (0,115 ppm) serta reproduibilitas (R) 1,024 %. Jika menggunakan reagen kering TAN diperoleh nilai sensitivitas (S) sebesar $7,13 \times 10^{-7}$ M (0,042 ppm) dengan limit deteksi $1,799 \times 10^{-5}$ M (1,04 ppm) serta reproduibilitas (R) 44,93 %.
4. Pengaruh ion-ion pengganggu terhadap analisis ion kobalt (II) dengan menggunakan reagen cair TAN adalah berturut-turut Ni(II)>Cd(II)>Pb(II)>Zn(II)>Hg(II)>Cu(II). Sedangkan bila menggunakan reagen kering TAN pengaruh ion-ion logam berat lainnya yang mengganggu berturut-turut adalah Ni(II)>Cu(II)>Zn(II)>Pb(II)>Cd(II)>Hg(II).
5. Tingkat analisis dengan menggunakan reagen kering TAN mempunyai perbedaan hasil yang signifikan bila dibandingkan dengan reagen cair TAN. Hal ini dapat dibuktikan dengan penggunaan garis regresi untuk membandingkan kedua metode yang menghasilkan nilai koefisien korelasi (R) sebesar 0,7278, jauh dari nilai mendekati ≈ 1 .

5.2 Saran

Pengembangan sensor kimia dengan menggunakan reagen kering TAN ini masih memerlukan penelitian lanjutan tentang modifikasi alat yang mampu mencetak membran hasil immobilisasi dengan ketebalan yang sama, homogen dan dapat diregenerasi. Disamping itu juga perlu dilakukan penelitian tingkat kestabilan dan tingkat selektivitas pada perbandingan konsentrasi yang signifikan antara ion kobalt (II) dengan ion logam berat lainnya pada pembentukan kompleks TAN-Co(II) dengan kedua metode tersebut.



DAFTAR PUSTAKA

- Cotton and Wilkinson. 1989. *Kimia Anorganik Dasar*. Terjemahan Sañati Suharto. Jakarta: Universitas Indonesia Press.
- Cresswel, C.J. dkk. 1982. *Analisis Spektrum Senyawa Organik*. Institut Teknologi Bandung. Bandung.
- Darmono. 1995. *Logam dan Sistem Biologi Makhluk Hidup*. Jakarta: Universitas Indonesia Press.
- Day, M.C dan Selbin, J. 1993. *Kimia Anorganik Teori*. Terjemahan Wisnu Susetyo. Yogyakarta: Gajah Mada University Press.
- Day, R.A. dan A.L. Underwood. 1990. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Edisi ke-4. Dalam Soendoro.dkk (Ed). Jakarta: Erlangga.
- Eggins and R Brian.1996. *Biosensor an Introduction*. New York: John Wiley and Sons.
- Frank, C.Lu. 1995. *Toksikologi Dasar*. Terjemahan Edi Nugroho. Jakarta: Universitas Indonesia Press.
- Gani, A.A. 1999. *Analisis Serentak Besi, Timah, Timbal, Sebagai Kompleks Kloridanya Secara Spektrofotomeiri Ultraviolet*. Jember : Universitas Jember.
- Handoko, D.S.P. 1996. *Mempelajari Secara Kuantitatif Sifat Karbon Aktif sebagai Adsorben*. Makalah Seminar Hasil Penelitian. Jember: Fakultas Ilmu Pendidikan Fisika. Universitas Jember.
- Goldstein, J. D. L. Manning and Oscar menis. 1959. "Spectrophotometric Determination of Cobalt With 1-(2-Pyridylazo)-2-naphthol". Dalam *Analytical Chemistry* (Februari). Vol. 31. no. 2 Chicago: Tenn. Oak Ridge National Laboratory. P. 192-195.
- Hovind, H.R. 1975. "Thiazolylazo Dyes and Their Appiication in Analytical Chemistry". Dalam *The Analyst* (November) vol. 100. no. 1196. Norway: Institut of Pharmacy. University of Oslo. P.769-796.
- Khopkar, S. M. 1990. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Terjemahan: A. Saptoharjo. Jakarta: Universitas Indonesia Press.

- Kuswandi, B. and R. Narayanaswamy. 1999. "Solid-State Reagent Based on Immobilised Thiazolylazo Dyes for Optical Toxic Metal Ions Sensing in Flow Systems". Dalam *Euroensors XIII* (September). no.12-15. 5A2 Manchester : Departement of Instrumentation and Analytical. UMIST. P. 227-230.
- Kuswandi, B. M. Mintadi and A.A.Gani. 2001. "*Development of Optical Fibre Chemical Sensors for Monitoring of Heavy Metals in Aqueous Samples*". Jember: Universitas Jember
- Madden, J. E. Cartweel, T.J. Catroll, R.W. Deady, L.W. 1996. "Nafion-Based Optode for The Detection of Metal Ions in Flow Analysis". Dalam *Analytical Chmical Acta*(October). No. 319. Australia : La Trobe University. P. 129-139.
- Miller, J.C. Miller, J.N. 1991. "Statistika Untuk Kimia Analitik". Edisi Kedua. Bandung: Penerbit Institut Teknologi Bandung
- Marzenko,Z.M. 1986. *Separation and Spectrophotometric Determination of Element*. New York : John Wiley and Sonc.



Lampiran 1 : Data Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Ion Co(II) dengan Reagen Cair TAN pada pH 7

Panjang Gelombang	Blanko			Kompleks Co(II)+TAN			Abs*	Abs**	Selisih***
	U1	U2	U3	U1	U2	U3			
400	0.117	0.116	0.114	0.072	0.072	0.073	0.1157	0.0723	0.0433
403	0.117	0.117	0.115	0.073	0.072	0.073	0.1163	0.0727	0.0437
406	0.12	0.12	0.116	0.074	0.073	0.074	0.1187	0.0737	0.045
409	0.12	0.121	0.118	0.074	0.074	0.075	0.1197	0.0743	0.0453
412	0.121	0.123	0.119	0.075	0.075	0.076	0.121	0.0753	0.0457
415	0.123	0.124	0.12	0.075	0.076	0.076	0.1223	0.0757	0.0467
418	0.124	0.126	0.121	0.076	0.076	0.076	0.1237	0.076	0.0477
421	0.126	0.127	0.123	0.076	0.076	0.076	0.1253	0.076	0.0493
424	0.128	0.128	0.124	0.076	0.076	0.076	0.1267	0.076	0.0507
427	0.128	0.129	0.125	0.076	0.075	0.076	0.1273	0.0757	0.0517
430	0.129	0.129	0.126	0.075	0.075	0.076	0.128	0.0753	0.0527
433	0.13	0.13	0.129	0.075	0.075	0.075	0.1297	0.075	0.0547
436	0.12	0.122	0.121	0.075	0.075	0.075	0.121	0.075	0.046
439	0.123	0.123	0.122	0.075	0.075	0.075	0.1227	0.075	0.0477
442	0.124	0.124	0.124	0.075	0.075	0.075	0.124	0.075	0.049
445	0.124	0.125	0.125	0.075	0.075	0.075	0.1247	0.075	0.0497
448	0.125	0.126	0.126	0.075	0.075	0.075	0.1257	0.075	0.0507
451	0.126	0.128	0.127	0.075	0.076	0.076	0.127	0.0757	0.0513
454	0.128	0.128	0.128	0.075	0.076	0.076	0.128	0.0757	0.0523
457	0.129	0.129	0.129	0.076	0.076	0.076	0.129	0.076	0.053
460	0.13	0.131	0.129	0.076	0.076	0.077	0.13	0.0763	0.0537
463	0.131	0.133	0.13	0.076	0.076	0.077	0.1313	0.0763	0.055
466	0.132	0.137	0.131	0.077	0.077	0.077	0.1333	0.077	0.0563
469	0.133	0.139	0.133	0.078	0.078	0.078	0.135	0.078	0.057
472	0.136	0.141	0.134	0.078	0.079	0.078	0.137	0.0783	0.0587
475	0.137	0.143	0.135	0.079	0.079	0.079	0.1383	0.079	0.0593
478	0.14	0.145	0.137	0.079	0.08	0.079	0.1407	0.0793	0.0613
481	0.142	0.147	0.141	0.08	0.081	0.081	0.1433	0.0807	0.0627
484	0.143	0.148	0.142	0.081	0.082	0.082	0.1443	0.0817	0.0627
487	0.145	0.149	0.143	0.082	0.083	0.083	0.1457	0.0827	0.063
490	0.148	0.15	0.147	0.083	0.084	0.083	0.1483	0.0833	0.065
493	0.15	0.149	0.148	0.084	0.085	0.084	0.149	0.0843	0.0647
496	0.15	0.15	0.15	0.085	0.086	0.085	0.15	0.0853	0.0647
499	0.151	0.15	0.149	0.086	0.086	0.086	0.15	0.086	0.064
502	0.15	0.151	0.151	0.086	0.087	0.087	0.1507	0.0867	0.064
505	0.15	0.15	0.151	0.087	0.088	0.087	0.1503	0.0873	0.063
508	0.148	0.149	0.15	0.088	0.089	0.088	0.149	0.0883	0.0607
511	0.147	0.147	0.149	0.089	0.09	0.089	0.1477	0.0893	0.0583
514	0.145	0.145	0.147	0.09	0.09	0.09	0.1457	0.09	0.0557
517	0.143	0.143	0.146	0.091	0.09	0.091	0.144	0.0907	0.0533
520	0.142	0.141	0.143	0.092	0.091	0.091	0.142	0.0913	0.0507
523	0.141	0.138	0.142	0.093	0.092	0.093	0.1403	0.0927	0.0477

Panjang Gelombang	Blanko			Kompleks Co(II)+TAN			Abs*	Abs**	Selisih***
	U1	U2	U3	U1	U2	U3			
526	0.14	0.136	0.14	0.094	0.093	0.094	0.1387	0.0937	0.045
529	0.138	0.133	0.136	0.094	0.094	0.095	0.1357	0.0943	0.0413
532	0.137	0.131	0.133	0.095	0.095	0.096	0.1337	0.0953	0.0383
535	0.135	0.129	0.132	0.095	0.096	0.097	0.132	0.096	0.036
538	0.13	0.127	0.132	0.096	0.096	0.097	0.1297	0.0963	0.0333
541	0.127	0.125	0.13	0.096	0.097	0.098	0.1273	0.097	0.0303
544	0.125	0.124	0.129	0.097	0.098	0.099	0.126	0.098	0.028
547	0.124	0.123	0.129	0.097	0.099	0.099	0.1253	0.0983	0.027
550	0.123	0.121	0.127	0.098	0.099	0.098	0.1237	0.0983	0.0253
553	0.122	0.12	0.126	0.098	0.098	0.098	0.1227	0.098	0.0247
556	0.121	0.118	0.125	0.098	0.098	0.098	0.1213	0.098	0.0233
559	0.12	0.116	0.123	0.098	0.098	0.098	0.1197	0.098	0.0217
562	0.12	0.115	0.122	0.099	0.099	0.099	0.119	0.099	0.02
565	0.118	0.111	0.12	0.099	0.099	0.099	0.1163	0.099	0.0173
568	0.117	0.109	0.111	0.098	0.098	0.098	0.1123	0.098	0.0143
571	0.115	0.107	0.11	0.098	0.098	0.098	0.1107	0.098	0.0127
574	0.113	0.106	0.109	0.098	0.097	0.098	0.1093	0.0977	0.0117
577	0.11	0.105	0.106	0.097	0.097	0.097	0.107	0.097	0.01
580	0.109	0.105	0.105	0.097	0.097	0.097	0.1063	0.097	0.0093
583	0.107	0.105	0.105	0.096	0.096	0.096	0.1057	0.096	0.0097
586	0.105	0.105	0.105	0.095	0.095	0.095	0.105	0.095	0.01
589	0.105	0.105	0.105	0.095	0.094	0.094	0.105	0.0943	0.0107
592	0.105	0.105	0.106	0.094	0.093	0.093	0.1053	0.0933	0.012
595	0.105	0.106	0.107	0.093	0.092	0.092	0.106	0.0923	0.0137
598	0.106	0.106	0.108	0.093	0.092	0.092	0.1067	0.0923	0.0143
601	0.107	0.107	0.109	0.092	0.091	0.091	0.1077	0.0913	0.0163
604	0.106	0.106	0.107	0.091	0.09	0.09	0.1063	0.0903	0.016
607	0.105	0.105	0.106	0.09	0.089	0.09	0.1053	0.0897	0.0157
610	0.105	0.103	0.105	0.089	0.088	0.089	0.1043	0.0887	0.0157
613	0.103	0.099	0.104	0.088	0.087	0.088	0.102	0.0877	0.0143
616	0.102	0.095	0.102	0.087	0.086	0.087	0.0997	0.0867	0.013
619	0.101	0.09	0.1	0.085	0.085	0.086	0.097	0.0853	0.0117
622	0.1	0.085	0.099	0.083	0.084	0.085	0.0947	0.084	0.0107
625	0.098	0.08	0.098	0.082	0.083	0.084	0.092	0.083	0.009
628	0.09	0.075	0.08	0.079	0.082	0.083	0.0817	0.0813	0.0003
631	0.085	0.07	0.078	0.077	0.081	0.082	0.0777	0.08	0.0023
634	0.077	0.067	0.077	0.075	0.077	0.081	0.0737	0.0777	0.004
637	0.075	0.064	0.065	0.072	0.075	0.08	0.068	0.0757	0.0077
640	0.07	0.061	0.06	0.07	0.074	0.077	0.0637	0.0737	0.01
643	0.065	0.059	0.059	0.068	0.073	0.075	0.061	0.072	0.011
646	0.064	0.057	0.057	0.066	0.07	0.07	0.0593	0.0687	0.0093
649	0.063	0.056	0.056	0.064	0.068	0.068	0.0583	0.0667	0.0083
652	0.062	0.055	0.055	0.062	0.067	0.065	0.0573	0.0647	0.0073
655	0.06	0.054	0.054	0.06	0.06	0.063	0.056	0.061	0.005

Panjang Gelombang	Blanko			Kompleks Co(II)+TAN			Abs*	Abs**	Selisih***
	U1	U2	U3	U1	U2	U3			
658	0.057	0.053	0.054	0.059	0.059	0.062	0.0547	0.06	0.0053
661	0.055	0.052	0.053	0.058	0.058	0.059	0.0533	0.0583	0.005
664	0.053	0.051	0.052	0.056	0.056	0.057	0.052	0.0563	0.0043
667	0.052	0.051	0.051	0.056	0.056	0.055	0.0513	0.0557	0.0043
670	0.051	0.05	0.05	0.054	0.055	0.054	0.0503	0.0543	0.004
673	0.05	0.05	0.05	0.054	0.054	0.053	0.05	0.0537	0.0037
676	0.05	0.05	0.049	0.053	0.053	0.053	0.0497	0.053	0.0033
679	0.049	0.049	0.047	0.052	0.052	0.052	0.0483	0.052	0.0037
682	0.049	0.049	0.047	0.051	0.051	0.051	0.0483	0.051	0.0027
685	0.048	0.049	0.047	0.051	0.05	0.051	0.048	0.0507	0.0027
688	0.048	0.048	0.046	0.05	0.05	0.05	0.0473	0.05	0.0027
691	0.048	0.048	0.046	0.049	0.049	0.05	0.0473	0.0493	0.002
694	0.048	0.048	0.046	0.049	0.049	0.049	0.0473	0.049	0.0017
697	0.047	0.048	0.046	0.049	0.049	0.049	0.047	0.049	0.002
700	0.047	0.048	0.046	0.048	0.048	0.048	0.047	0.048	0.001

Abs* : Absorbansi rata-rata blanko

Abs** : Absorbansi rata-rata kompleks Co(II) + TAN

Selisih*** : Selisih Absorbansi rata-rata blanko dengan Absorbansi rata-rata Kompleks Co(II) + TAN

Lampiran 2. Data Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Ion Kobalt (II) dengan Reagen Kering TAN pada pH 7

Panjang Gelombang	Blanko			Kompleks Co(II)+TAN			Abs ⁱ	Abs ^{**}	Selisih ^{***}
	U1	U2	U3	U1	U2	U3			
400	0,31	0,273	0,119	0,376	0,314	0,359	0,234	0,3497	0,1157
403	0,311	0,274	0,12	0,378	0,315	0,361	0,235	0,3513	0,1163
406	0,313	0,275	0,121	0,379	0,315	0,362	0,2363	0,352	0,1157
409	0,314	0,276	0,122	0,381	0,316	0,364	0,2373	0,3537	0,1163
412	0,315	0,277	0,123	0,383	0,317	0,366	0,2383	0,3553	0,117
415	0,317	0,279	0,123	0,385	0,318	0,367	0,2397	0,3567	0,117
418	0,318	0,28	0,124	0,386	0,319	0,369	0,2407	0,358	0,1173
421	0,319	0,281	0,125	0,388	0,319	0,371	0,2417	0,3593	0,1177
424	0,32	0,282	0,126	0,389	0,32	0,372	0,2427	0,3603	0,1177
427	0,321	0,283	0,126	0,39	0,32	0,373	0,2433	0,361	0,1177
430	0,322	0,284	0,126	0,392	0,321	0,374	0,244	0,3623	0,1183
433	0,345	0,291	0,127	0,396	0,336	0,376	0,2543	0,3693	0,115
436	0,346	0,292	0,124	0,397	0,337	0,378	0,254	0,3707	0,1167
439	0,347	0,293	0,124	0,399	0,338	0,379	0,2547	0,372	0,1173
442	0,348	0,294	0,125	0,399	0,339	0,38	0,2557	0,3727	0,117
445	0,348	0,295	0,125	0,4	0,339	0,38	0,256	0,373	0,117
448	0,349	0,295	0,126	0,4	0,339	0,38	0,2567	0,373	0,1163
451	0,349	0,296	0,126	0,4	0,339	0,38	0,257	0,373	0,116
454	0,349	0,296	0,126	0,399	0,339	0,38	0,257	0,3727	0,1157
457	0,348	0,296	0,126	0,398	0,338	0,379	0,2567	0,3717	0,115
460	0,348	0,296	0,126	0,397	0,337	0,377	0,2567	0,3703	0,1137
463	0,348	0,297	0,125	0,397	0,337	0,377	0,2567	0,3703	0,1137
466	0,348	0,297	0,125	0,397	0,337	0,377	0,2567	0,3703	0,1137
469	0,348	0,298	0,125	0,397	0,337	0,376	0,257	0,37	0,113
472	0,349	0,298	0,125	0,396	0,337	0,376	0,2573	0,3697	0,1123
475	0,35	0,299	0,125	0,396	0,337	0,376	0,258	0,3697	0,1117
478	0,35	0,3	0,125	0,397	0,338	0,376	0,2583	0,3703	0,112
481	0,351	0,301	0,126	0,397	0,338	0,376	0,2593	0,3703	0,111
484	0,352	0,302	0,126	0,397	0,339	0,377	0,26	0,371	0,111
487	0,353	0,303	0,126	0,398	0,339	0,377	0,2607	0,3713	0,1107
490	0,353	0,303	0,127	0,398	0,338	0,377	0,261	0,371	0,11
493	0,353	0,303	0,127	0,398	0,338	0,378	0,261	0,3713	0,1103
496	0,354	0,303	0,127	0,399	0,338	0,378	0,2613	0,3717	0,1103

Panjang Gelombang	Blanko			Kompleks Co(II)+TAN			Abs*	Abs**	Selisih***
	U1	U2	U3	U1	U2	U3			
499	0,354	0,302	0,127	0,4	0,338	0,38	0,261	0,3727	0,1117
502	0,354	0,302	0,127	0,4	0,338	0,381	0,261	0,373	0,112
505	0,353	0,301	0,127	0,4	0,338	0,381	0,2603	0,373	0,1127
508	0,353	0,3	0,128	0,4	0,338	0,382	0,2603	0,3733	0,115
511	0,353	0,3	0,128	0,4	0,338	0,383	0,2603	0,3737	0,1133
514	0,353	0,299	0,128	0,4	0,338	0,383	0,26	0,3737	0,1137
517	0,353	0,299	0,127	0,4	0,339	0,384	0,2597	0,3743	0,1147
520	0,353	0,299	0,127	0,4	0,339	0,384	0,2597	0,3743	0,1147
523	0,353	0,298	0,127	0,4	0,339	0,385	0,2593	0,3747	0,1153
526	0,353	0,298	0,127	0,4	0,34	0,385	0,2593	0,375	0,1157
529	0,352	0,297	0,126	0,399	0,34	0,386	0,2583	0,375	0,1167
532	0,351	0,297	0,126	0,398	0,34	0,386	0,258	0,3747	0,1167
535	0,351	0,296	0,126	0,398	0,34	0,386	0,2577	0,3747	0,117
538	0,35	0,295	0,125	0,398	0,34	0,387	0,2567	0,375	0,1183
541	0,35	0,295	0,125	0,397	0,341	0,387	0,2567	0,375	0,1183
544	0,349	0,294	0,125	0,396	0,341	0,387	0,256	0,3747	0,1187
547	0,349	0,293	0,124	0,396	0,341	0,387	0,2553	0,3747	0,1193
550	0,349	0,292	0,124	0,396	0,341	0,387	0,255	0,3747	0,1197
553	0,347	0,291	0,123	0,395	0,341	0,387	0,2537	0,3743	0,1207
556	0,346	0,289	0,123	0,394	0,34	0,386	0,2527	0,3733	0,1207
559	0,345	0,287	0,122	0,392	0,34	0,385	0,2513	0,3723	0,121
562	0,341	0,289	0,121	0,387	0,339	0,378	0,2503	0,368	0,1177
565	0,339	0,287	0,119	0,386	0,338	0,377	0,2485	0,367	0,1187
568	0,337	0,289	0,118	0,384	0,337	0,375	0,248	0,3653	0,1173
571	0,335	0,282	0,117	0,383	0,336	0,374	0,2447	0,3643	0,1197
574	0,333	0,28	0,115	0,381	0,335	0,372	0,2427	0,3627	0,12
577	0,331	0,277	0,114	0,379	0,334	0,37	0,2407	0,361	0,1203
580	0,329	0,275	0,112	0,377	0,333	0,368	0,2387	0,3593	0,1207
583	0,327	0,273	0,111	0,376	0,332	0,366	0,237	0,358	0,121
586	0,326	0,271	0,11	0,374	0,331	0,364	0,2357	0,3563	0,1207
589	0,324	0,269	0,109	0,373	0,33	0,363	0,234	0,3553	0,1213
592	0,322	0,268	0,108	0,372	0,329	0,361	0,2327	0,354	0,1213
595	0,321	0,266	0,107	0,371	0,329	0,36	0,2313	0,3533	0,122
598	0,32	0,264	0,106	0,369	0,328	0,359	0,23	0,352	0,122
601	0,318	0,263	0,105	0,368	0,328	0,358	0,2287	0,3513	0,1227
604	0,317	0,262	0,104	0,367	0,327	0,357	0,2277	0,3503	0,1227

Panjang Gelombang	Blanko			Kompleks Co(II)+TAN			Abs*	Abs**	Selisih***
	U1	U2	U3	U1	U2	U3			
607	0,316	0,261	0,103	0,366	0,327	0,355	0,2267	0,3493	0,1227
610	0,314	0,259	0,102	0,365	0,326	0,354	0,225	0,3483	0,1233
613	0,313	0,258	0,101	0,364	0,325	0,353	0,224	0,3473	0,1235
616	0,311	0,257	0,1	0,363	0,325	0,351	0,2227	0,3463	0,1237
619	0,31	0,256	0,099	0,362	0,324	0,35	0,2217	0,3453	0,1237
622	0,309	0,255	0,098	0,361	0,323	0,348	0,2207	0,344	0,1233
625	0,308	0,254	0,098	0,36	0,322	0,347	0,22	0,343	0,123
628	0,306	0,252	0,097	0,361	0,32	0,346	0,2183	0,3423	0,124
631	0,305	0,252	0,096	0,36	0,319	0,343	0,2177	0,3407	0,125
634	0,304	0,251	0,095	0,359	0,318	0,341	0,2167	0,3393	0,1227
637	0,303	0,25	0,094	0,359	0,317	0,34	0,2157	0,3387	0,123
640	0,301	0,248	0,094	0,358	0,315	0,338	0,2143	0,337	0,1227
643	0,299	0,246	0,093	0,358	0,313	0,338	0,2127	0,3363	0,1237
646	0,298	0,244	0,093	0,357	0,312	0,337	0,2117	0,3353	0,1237
649	0,297	0,243	0,092	0,356	0,311	0,337	0,2107	0,3347	0,124
652	0,297	0,242	0,092	0,356	0,311	0,337	0,2103	0,3347	0,1243
655	0,296	0,242	0,091	0,355	0,31	0,336	0,2097	0,3337	0,124
658	0,295	0,241	0,091	0,354	0,309	0,335	0,209	0,3327	0,1237
661	0,295	0,241	0,09	0,355	0,309	0,334	0,2087	0,3327	0,124
664	0,294	0,24	0,09	0,353	0,308	0,333	0,208	0,3313	0,1233
667	0,294	0,24	0,089	0,352	0,307	0,331	0,2077	0,33	0,1223
670	0,293	0,239	0,089	0,352	0,307	0,331	0,207	0,33	0,123
673	0,293	0,239	0,089	0,351	0,306	0,33	0,207	0,329	0,122
676	0,292	0,239	0,088	0,351	0,305	0,328	0,2063	0,328	0,1217
679	0,292	0,238	0,088	0,35	0,305	0,327	0,206	0,3273	0,1213
682	0,291	0,238	0,087	0,349	0,304	0,326	0,2053	0,3263	0,121
685	0,291	0,237	0,087	0,348	0,303	0,325	0,205	0,3253	0,1203
688	0,291	0,237	0,086	0,348	0,303	0,324	0,2047	0,325	0,1203
691	0,29	0,237	0,086	0,348	0,302	0,323	0,2043	0,3243	0,12
694	0,29	0,237	0,086	0,347	0,301	0,322	0,2043	0,3233	0,119
697	0,29	0,236	0,086	0,347	0,301	0,322	0,204	0,3233	0,1193
700	0,29	0,236	0,086	0,346	0,301	0,321	0,204	0,3227	0,1187

Abs* : Absorbansi rata-rata blanko

Abs** : Absorbansi rata-rata kompleks Co(II) + TAN

Selisih*** : Selisih Absorbansi rata-rata blanko dengan Absorbansi rata-rata Kompleks Co(II) + TAN

Lampiran 3. Perhitungan Penentuan Batas Deteksi ($Y_{(LOD)}$) dan Sensitivitas (S)

I. Reagen Cair TAN

Diket: persamaan kurva kalibrasi: $A = 0,0158 \log[C] + 0,1796$

$$\text{slope}(m) = 0,0158$$

$$\text{Absorbansi blanko } (Y_{(b)}) = 0,08767$$

$$\text{Simpangan baku blanko} = 5,77 \times 10^{-4}$$

Ditanya : a. Limit deteksi ($Y_{(LOD)}$)

b. Sensitivitas (S)

Jawab :

a. Berdasarkan pada persamaan 2.5 nilai limit deteksi :

$$Y_{(LOD)} = Y_{(b)} + 3 S_B$$

$$= 0,08767 + 3 \times 0,000577$$

$$= 0,089401 \text{ dikonversi ke persamaan kurva kalibrasi menjadi :}$$

$$A = 0,0158 \log [C] + 0,1796$$

$$0,089401 = 0,0158 \log [C] + 0,1796$$

$$\log [C] = -5,7087$$

$$[C] = 1,955 \times 10^{-6} \text{ M}$$

$$[C] = 0,115 \text{ ppm}$$

b. Berdasarkan pada persamaan 2.4 nilai sensitivitas :

$$\text{Sensitivitas (S)} = \frac{0,0044}{\text{Slope Kurva Kalibrasi}}$$

$$\text{Sensitivitas (S)} = \frac{0,0044}{0,0073}$$

$$= 0,603 \text{ ppm}$$

$$= 1,023 \times 10^{-5} \text{ M}$$

II. Reagen Kering TAN

Diketahui persamaan kurva kalibrasi: $A = 0,2957 \log [\log C] + 1,5965$

$$\text{Slope (m)} = 0,2957$$

$$\text{Absorbansi blanko } (Y_{(b)}) = 0,117$$

Ditanya : a. Limit deteksi ($Y_{(LOD)}$)

b. Sensitivitas (S)

Jawab :

a. Berdasarkan pada persamaan 2.6 nilai limit deteksi :

$$\begin{aligned} Y_{(LOD)} &= Y_{(b)} + 3 S_B \\ &= 0,117 + 3 \times 0,025 \\ &= 0,192 \text{ dikonversi kedalam satuan ppm} \end{aligned}$$

$$A = 0,2957 \log [C] + 1,5965$$

$$0,192 = 0,2957 \log [C] + 1,5965$$

$$\log [C] = -4,750$$

$$[C] = 1,779 \times 10^{-5} \text{ M}$$

$$[C] = 1,04 \text{ ppm}$$

b. Berdasarkan pada persamaan 2.4 nilai sensitivitas :

$$\begin{aligned} \text{Sensitivitas (S)} &= \frac{0,0044}{\text{Slope Kurva Kalibrasi}^{**}} \\ &= 0,042 \text{ ppm} \\ &= 7,125 \times 10^{-7} \text{ M} \end{aligned}$$

* Nilai slope kurva kalibrasi dari persamaan kurva kalibrasi reagen Cair TAN yang menyatakan hubungan antara absorbansi (A) dengan konsentrasi (M) dimana $A = 0,0073C + 0,0947$

** Nilai slope kurva kalibrasi dari persamaan kurva kalibrasi reagen kering TAN dari hubungan antara absorbansi (A) dengan konsentrasi (M) dimana $A = 0,1048C + 0,0696$

Lampiran 4. Uji Statistik Perbandingan Nilai Reprodusibilitas Penentuan Ion Kobalt (II) antara Reagen Cair dan Reagen Kering TAN diketahui :

Data Nilai Reprodusibilitas Reagen Cair TAN dan Reagen Kering TAN

Konsentrasi (M)	Nilai Reprodusibilitas	
	Reagen Cair TAN (%)	Reagen Kering TAN (%)
$6,78 \times 10^{-6}$	0,5868	21,16
$1,40 \times 10^{-5}$	1,453	42,13
$3,40 \times 10^{-5}$	1,421	51,87

Rataan selisih (\bar{x}_d) 20,16, 40,667, 50,449 adalah sebesar 37,092

Simpangan baku untuk rataan selisih 22,604

Dengan menggunakan persamaan berikut nilai t dapat dihitung :

$$\begin{aligned}
 t &= \frac{\bar{x}_d \cdot \sqrt{n}}{S_d} \\
 &= \frac{37,092 \sqrt{3}}{22,604} \\
 &= \frac{64,25}{22,604} \\
 &= 2,84
 \end{aligned}$$

Dari nilai t-tabel diperoleh t sebesar 4,30 pada selang kepercayaan 95 % dengan derajat kebebasan 2, diperoleh: $t < 4,30$ atau t-hitung lebih kecil dari pada nilai t tabel sehingga dapat disimpulkan kedua metode tidak memberikan perbedaan nilai secara berarti atau hipotesis nol dipertahankan.

Lampiran 5. Uji Statistik Perbedaan Nilai Batas Deteksi dalam Penentuan Ion Kobalt (II) Antara Reagen Cair TAN dan Reagen Kering TAN

Absorbansi Blanko	Reagen Cair TAN	Reagen Kering TAN
1	0,088	0,117
2	0,088	0,142
3	0,087	0,092
Absorbansi rata-rata	0,087	0,117
Simpangan baku	0,000577	0,025

Diambil hipotesis nol bahwa kedua rata-rata yang dihasilkan oleh kedua metode itu sama. Simpangan baku gabungan :

$$S^2 = \frac{[(n_1 - 1)S_1^2 + (n_2 - 1)S_2^2]}{n_1 + n_2 - 1}$$

$$= \frac{[(3 - 1)0,000577^2 + (3 - 1)0,025^2]}{3 + 3 - 2}$$

$$= \frac{[2(3,33 \times 10^{-7}) + 2(6,25 \times 10^{-4})]}{4}$$

$$S^2 = 1,251 \times 10^{-3}$$

$$S = 0,035$$

Dapat ditentukan t tabel melalui uji t :

$$t = \frac{(\bar{x}_1 - \bar{x}_2)}{S \left(\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2} \right)^{1/2}}$$

$$t = \frac{(0,025 - 0,000577)}{0,035 \left(\frac{1}{3} + \frac{1}{3} \right)^{1/2}}$$

$$t = \frac{0,024}{0,029}$$

$$t = 0,84$$

t tabel pada derajat kebebasan 2 dimana ($|t| > P=0,05$; $t = 2,78$)

Karena nilai hasil percobaan ($|t| < 2,78$, berarti selisih antara kedua hasil tersebut pada aras 5 % nilai hipotesis nol dipertahankan atau keduanya tidak memberikan nilai perbedaan yang berarti.

Lampiran 6. Analisis Data Regresi Metode Reagen Cair dan Reagen Kering TAN

x_i	y_i	x_i^2	$x_i - \bar{x}$	$(x_i - \bar{x})^2$	y_i^2	$ y_i - \bar{y} $	$(y_i - \bar{y})^2$
0,09833	0,117	$9,67 \times 10^{-3}$	$2,60 \times 10^{-2}$	$6,76 \times 10^{-6}$	0,014	0,067	$4,516 \times 10^{-3}$
0,10530	0,159	$1,10 \times 10^{-2}$	$4,40 \times 10^{-3}$	$1,94 \times 10^{-5}$	0,025	0,026	$6,656 \times 10^{-4}$
0,10760	0,274	$1,20 \times 10^{-2}$	$6,70 \times 10^{-3}$	$4,49 \times 10^{-5}$	0,075	0,090	$8,010 \times 10^{-3}$

$$\bar{x} = 0,104; \quad \sum x_i^2 = 0,03267; \quad \sum (x_i - \bar{x})^2 = 7,106 \times 10^{-5}; \quad \bar{y} = 0,183;$$

$$\sum y_i^2 = 0,114; \quad \sum (y_i - \bar{y})^2 = 0,013$$

Dari tabel diatas dapat langsung ditunjukkan nilai :

$$Y = bx + a$$

$$Y = 14,351x - 1,3052$$

Dari persamaan :

$$s_{y/x} = \left[\frac{\sum (y_i - \bar{y})^2}{n - 2} \right]^{1/2}$$

$$= \left[\frac{(0,0132)}{3 - 2} \right]^{1/2} = 0,1140$$

Simpangan baku untuk titik potong:

$$S_a = S_{y/x} \left[\frac{\sum x_i^2}{n \sum (x_i - \bar{x})^2} \right]^{1/2}$$

$$= 0,1140 \left[\frac{0,03267}{3 \times 7,106 \times 10^{-5}} \right]^{1/2}$$

$$= 1.411$$

Simpangan baku untuk lereng (b):

$$S_b = \frac{s_{y/x}}{\left[\sum (x_i - \bar{x})^2 \right]^{1/2}}$$

$$= \frac{0,1140}{\left[7,106 \times 10^{-5} \right]^{1/2}}$$

$$\begin{aligned} &= \frac{0,1140}{8,430 \times 10^{-3}} \\ &= 9,63 \end{aligned}$$

t tabel pada derajat kebebasan 1, dengan batas kepercayaan 95 % adalah sebesar 12,71. Maka batas kepercayaan :

$$\begin{aligned} \text{Untuk lereng (b)} &= b \pm ts_b = 14,351 \pm 12,71 \times 9,63 \\ &= 14,351 \pm 122,40 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Untuk titik potong (a)} &= a \pm ts_a = -1,3052 \pm 12,71 \times 1,411 \\ &= -0,6942 \pm 17,93 \end{aligned}$$

Dari data diatas jelas bahwa lereng dan titik potong hasil hitungan, berturut-turut berbeda secara berarti dari nilai 'ideal' 1 dan 0.

