

DAFTAR ISI

| | Halaman |
|---|---------|
| HALAMAN JUDUL | i |
| HALAMAN PENGESAHAN | ii |
| PERNYATAAN | iii |
| HALAMAN PERSEMBAHAN | iv |
| PRAKATA | v |
| DAFTAR ISI | vi |
| DAFTAR GAMBAR | viii |
| DAFTAR TABEL | ix |
| DAFTAR LAMPIRAN | x |
| INTISARI | xi |
| ABSTRACT | xiii |
| BAB I PENDAHULUAN | 1 |
| 1.1 Latar Belakang | 1 |
| 1.2 Perumusan Masalah | 3 |
| 1.3 Keaslian Penelitian | 4 |
| 1.4 Tujuan Penelitian | 5 |
| 1.5 Manfaat Penelitian | 5 |
| BAB II TINJAUAN PUSTAKA | 6 |
| 2.1 Sarang Burung Walet (SBW) | 6 |
| 2.2 Nitrit pada SBW | 7 |
| 2.3 Reaksi Diazotasi | 9 |
| 2.4 Validasi Metode Analisis | 11 |
| 2.4.1 Linieritas | 12 |
| 2.4.2 Sensitifitas | 13 |
| 2.4.3 Ketelitian/ presisi | 14 |
| 2.4.4 Ketepatan/ akurasi | 15 |
| 2.4.5 Batas deteksi dan batas kuantifikasi | 15 |
| 2.5 Pengembangan deteksi sensor untuk deteksi nitrit | 16 |
| 2.6 Metode sol-gel | 22 |
| 2.7 Hipotesis | 28 |
| BAB III METODE PENELITIAN | 29 |
| 3.1 Bahan yang Digunakan | 29 |
| 3.2 Instrumen dan Alat yang Digunakan | 29 |
| 3.3 Lokasi Pengambilan Sampel | 30 |
| 3.4 Laboratorium Penelitian | 30 |
| 3.5 Waktu Penelitian | 30 |
| 3.6 Prosedur Penelitian | 30 |
| 3.6.1 Persiapan Bahan | 31 |
| 3.6.2 Seleksi Kondisi Optimum Sensor | 32 |
| 3.6.2.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum dengan Spektrofotometer UV-Vis | 32 |
| 3.6.2.2 Penentuan pH Optimum Analit | 33 |

| | | |
|---|--|-----------|
| 3.6.2.3 | Penentuan Waktu Kerja Optimum Sensor | 33 |
| 3.6.3 | Preparasi Sensor Film Tipis | 34 |
| 3.6.4 | Karakterisasi Sensor | 35 |
| 3.6.5 | Penentuan Kinerja Sensor | 35 |
| 3.6.5.1 | Uji Kualitatif Sensor | 35 |
| 3.6.5.2 | Uji Kuantitatif Sensor | 36 |
| 3.6.5.2.1 | Penentuan Linieritas | 36 |
| 3.6.5.2.2 | Penentuan Batas Deteksi (LoD) dan Batas Kuantifikasi (LoQ) | 36 |
| 3.6.5.2.3 | Penentuan Presisi | 37 |
| 3.6.5.2.4 | Penentuan Akurasi | 37 |
| 3.6.5.3 | Uji Interferensi | 37 |
| 3.6.5.4 | Uji Sensor Film Tipis pada SBW | 38 |
| 3.6.5.5 | Skema Perancangan Sensor | 39 |
| 3.7 | Analisis Data | 40 |
| BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN | | 41 |
| 4.1 | Seleksi Kondisi Optimum Sensor | 41 |
| 4.1.1 | Penentuan panjang gelombang maksimum | 41 |
| 4.1.2 | Penentuan pH optimum | 44 |
| 4.1.3 | Penentuan waktu kerja optimum | 46 |
| 4.2 | Preparasi Sensor Film Tipis | 48 |
| 4.3 | Karakterisasi Sensor Film Tipis | 51 |
| 4.4 | Penentuan Kinerja Sensor | 56 |
| 4.4.1 | Uji Kualitatif | 56 |
| 4.4.2 | Uji Kuantitatif | 57 |
| 4.4.2.1 | Penentuan Linieritas | 57 |
| 4.4.2.2 | Penentuan Batas Deteksi (LoD) dan Batas Kuantifikasi (LoQ) | 60 |
| 4.4.2.3 | Presisi | 60 |
| 4.4.2.4 | Akurasi | 61 |
| 4.4.2.5 | Uji Interferensi | 62 |
| 4.4.2.6 | Uji Sensor Film Tipis pada Sampel SBW | 64 |
| BAB V KESIMPULAN DAN SARAN | | 67 |
| 5.1 | Kesimpulan | 67 |
| 5.2 | Saran | 68 |
| DAFTAR PUSTAKA | | 69 |
| LAMPIRAN | | 75 |

DAFTAR GAMBAR

| | Halaman |
|---|---------|
| Gambar 2.1 Jenis SBW..... | 7 |
| Gambar 2.2 Reaksi antara sulfanilamid pada kondisi asam yang di kupling dengan NED | 10 |
| Gambar 2.3 Reaksi hidrolisis dan kondensasi alkoksida | 24 |
| Gambar 3.1 Skematik komponen aktif sulfanilat di imobilisasi pada permukaan gelas objek menggunakan matriks sol-gel silika | 39 |
| Gambar 3.2 Skematik komponen aktif sensor kimia penentuan nitrit | 40 |
| Gambar 3.3 Skematik sensor kimia dalam sistem statis | 40 |
| Gambar 4.1 Optimasi pH pada sensor pada fase larutan | 41 |
| Gambar 4.2 Spektra panjang gelombang terhadap absorbansi sensor dengan variasi pH 2-8 | 43 |
| Gambar 4.3 Spektra absorbansi pengaruh pH larutan terhadap absorbansi sensor pada variasi konsentrasi larutan nitrit | 44 |
| Gambar 4.4 Perubahan warna sensor terhadap variasi pH pada larutan nitrit pada konsentrasi 8 ppm | 45 |
| Gambar 4.5 Grafik penentuan waktu optimum <i>sensing</i> terhadap larutan Nitrit | 47 |
| Gambar 4.6 Mekanisme reaksi hidrolisis TEOS pada kondisi Asam | 48 |
| Gambar 4.7 Mekanisme reaksi kondensasi pelepasan etanol dan air | 49 |
| Gambar 4.8 Sensor film tipis | 51 |
| Gambar 4.9 Sensor film tipis dengan prekursor TEOS | 51 |
| Gambar 4.10 Spektra FTIR (A) TEOS, (B) TEOS-asam sulfanilat dan NED, (C) TEOS-asam sulfanilat dan NED-nitrit .. | 52 |
| Gambar 4.11 Citra SEM sensor film tipis (a) sebelum, (b) sesudah deteksi nitrit dan (c) data EDS sensor (TEOS-As. Sulfanilat-NED) | 55 |
| Gambar 4.12 Standar warna sensor terhadap konsentrasi larutan nitrit mulai dari 0,1-8 ppm | 57 |
| Gambar 4.13 Kurva kalibrasi sensor | 58 |
| Gambar 4.14 Sensor film tipis yang telah dilapiskan pada <i>cover glass</i> dengan imobilisasi asam sulfanilat dan NED-nitrit | 59 |
| Gambar 4.15 Reaksi asam askorbat dan nitrit | 64 |
| Gambar 4.16 Hasil deteksi nitrit dengan menggunakan sensor terhadap sampel (a) Kotawaringin Barat, (b) Pekalongan | 65 |

DAFTAR TABEL

| | Halaman |
|---|---------|
| Tabel 1.1 Persamaan dan perbedaan dengan penelitian sebelumnya | 4 |
| Tabel 4.1 Data komposisi unsur sensor film tipis | 55 |
| Tabel 4.2 Data pengulangan penentuan linieritas sensor film tipis ... | 59 |
| Tabel 4.3 Nilai RSD sensor film tipis untuk deteksi nitrit | 61 |
| Tabel 4.4 Persentase perolehan kembali sensor untuk deteksi nitrit | 62 |
| Tabel 4.5 Pengaruh senyawa interferen terhadap absorbansi sensor | 63 |
| Tabel 4.6 Data hasil deteksi nitrit pada sampel | 66 |

DAFTAR LAMPIRAN

| | | Halaman |
|-------------|---|---------|
| Lampiran 1 | Matriks dan Alur Penelitian | 75 |
| Lampiran 2 | Prosedur Pembuatan Larutan | 76 |
| Lampiran 3 | Diagram Alur Penelitian | 78 |
| Lampiran 4 | Jadwal Penelitian | 84 |
| Lampiran 5 | Spektra FTIR | 85 |
| Lampiran 6 | Citra SEM-EDS Sensor | 88 |
| Lampiran 7 | Penentuan Kondisi Optimum Sensor | 92 |
| Lampiran 8 | Parameter Validasi Metode Sensor | 102 |
| Lampiran 9 | Penentuan Interferensi Senyawa Lain | 108 |
| Lampiran 10 | Penentuan Konsentrasi Nitrit dalam Sampel Sarang Burung Walet | 109 |
| Lampiran 11 | Dokumentasi Preparasi Sampel SBW | 113 |