



SKRIPSI

**PERBANDINGAN KADAR Fe(II) DALAM TABLET
PENAMBAH DARAH SECARA SPEKTROFOTOMETRI
UV-Vis YANG DIPREPARASI MENGGUNAKAN
METODE DESTRUKSI BASAH DAN DESTRUKSI
KERING**

**SUERNI KURNIAWATI
NRP. 1412 100 082**

**Dosen Pembimbing
Drs. R. Djarot Sugiarso K.S, M.S**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2016**



SCRIPT

**THE COMPARISON OF Fe(II) CONCENTRATION ON
BLOOD DOPING TABLETS USING UV-Vis
SPECTROPHOTOMETRY WITH WET DIGESTION AND
DRY ASHING PREPARATION METHODS**

**SUERNI KURNIAWATI
NRP. 1412 100 082**

**Advisor Lecturer
Drs. R. Djarot Sugiarto K.S, M.S**

**CHEMISTRY DEPARTMENT
FACULTY OF MATHEMATICS AND NATURAL SCIENCES
SEPULUH NOPEMBER INSTITUTE OF TECHNOLOGY
SURABAYA
2016**

HALAMAN PENGESAHAN

**PERBANDINGAN KADAR Fe(II) DALAM TABLET
PENAMBAH DARAH SECARA SPEKTROFOTOMETRI
UV-Vis YANG DIPREPARASI MENGGUNAKAN
METODE DESTRUKSI BASAH DAN DESTRUKSI
KERING**

SKRIPSI

**SUERNI KURNIAWATI
NRP. 1412 100 082**

Surabaya, 26 Januari 2016

Menyetujui,
Dosen Pembimbing



Drs. R. Djarot Sugiarto K.S., M.S.
NIP. 19650419 198803 1 001

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia



Prof. Dr. Didik Prasetyoko, S.Si., M.Sc.
NIP. 19710616 199703 1 002

**PERBANDINGAN KADAR Fe(II) DALAM TABLET
PENAMBAH DARAH SECARA SPEKTROFOTOMETRI
UV-Vis YANG DIPREPARASI MENGGUNAKAN
METODE DESTRUKSI BASAH DAN DESTRUKSI
KERING**

Nama : Suerni Kurniawati
NRP : 1412100082
Jurusan : Kimia
Pembimbing : Drs. R. Djarot Sugiarso, K.S., M.S.

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian mengenai analisa perbandingan kadar Fe(II) dalam tablet penambah darah dengan metode destruksi basah dan destruksi kering. Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui metode destruksi yang lebih efektif untuk analisa kadar Fe dalam tablet penambah darah. Tablet penambah darah yang digunakan adalah tablet Sangobion (S). Pengukuran kadar Fe(II) dilakukan dengan mereaksikan tablet penambah darah S dengan agen pengompleks 1,10-fenantrolin dan diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Panjang gelombang maksimum yang didapatkan adalah 509 nm dan nilai regresi (r^2) pada kurva kalibrasi adalah 0,9953. Tablet penambah darah dipreparasi menggunakan destruksi basah dan destruksi kering. Hasil pengukuran kadar Fe(II) dengan metode destruksi basah adalah 99,6 mg dengan persentase Fe terukur sebesar 23,7% (237142,86 ppm), sedangkan kadar Fe(II) dengan metode destruksi kering adalah 26,69 mg dengan persentase Fe terukur sebesar 6,36% (63547,62 ppm). Hasil pengukuran tersebut menunjukkan bahwa destruksi basah lebih efektif untuk analisa kadar Fe(II) dalam tablet penambah darah.

Kata Kunci : Tablet sangobion; destruksi basah; destruksi kering; besi-fenantrolin; kadar Fe(II); dan spektrofotometer UV-Vis

THE COMPARISON OF Fe(II) CONCENTRATION ON BLOOD DOPING TABLETS USING UV-Vis SPECTROPHOTOMETRY WITH WET DIGESTION AND DRY ASHING PREPARATION METHODS

Name : Suerni Kurniawati
NRP : 1412100082
Department : Chemistry
Advisor : Drs. R. Djarot Sugiarso K.S., M.S

ABSTRACT

The comparison analysis of concentration of Fe(II) on the blood booster tablets using wet digestion and dry ashing methods have been done. The aim of this research is determine the effectiveness of destruction method on the analysis of concentration of Fe in the blood booster tablets. The blood booster tablets sample is Sangobion (S). The research was based on the reaction between blood booster tablet with a complexing agent 1,10-fenantrolin and measured by UV-Vis spectrophotometer. It was observed that the maximum wavelength was 509 nm and regression value (r^2) in the calibration curve was 0,9953. Tablets were prepared using wet digestion and dry ashing methods. The results for the concentration of Fe (II) with a wet digestion method was 99.6 mg Fe with percentage of Iron 23,7% (237142,86 ppm), while concentration of Fe (II) with a dry ashing method was 26,69 mg with percentage of Iron 6,36 % (63547,62 ppm). The results showed that wet digestion is more effective for the analysis of concentration of Fe (II) in the blood booster tablets.

Keyword : Sangobion tablets; wet digestion; dry ashing; Iron-fenantrolin; concentration of Iron (II); and UV-Vis spectrophotometer

KATA PENGANTAR

Puji syukur ke hadirat Allah SWT yang telah memberikan rahmat, taufik, dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan tugas akhir yang berjudul **“Perbandingan Kadar Fe(II) dalam Tablet Penambah Darah secara Spektrofotometri UV-Vis yang Dipreparasi Menggunakan Metode Destruksi Basah dan Destruksi Kering”** dapat diselesaikan dengan baik. Tulisan ini terwujud berkat bimbingan, bantuan dan dukungan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Drs. R. Djarot Sugiarso K.S, M.S, selaku dosen pembimbing yang senantiasa memberikan motivasi dan bimbingan selama proses penelitian dan penulisan naskah.
2. Dr. rer. nat. Fredy Kurniawan, M.Si, selaku kepala Laboratorium Instrumen dan Sains Analitik yang telah memberikan izin selama melakukan penelitian.
3. Prof. Dr. Didik Prasetyoko, S.Si., M.Sc, selaku Ketua Jurusan Kimia ITS yang telah membantu secara administrasi.
4. Ir. Endang Purwanti Setyaningsih, M.T, selaku dosen wali yang telah memberikan pengarahan dan nasihat.
5. Mbak Fatati, selaku analis kimia laboratorium fundamental yang telah membantu dalam kelancaran penelitian.
6. Orang tua dan keluarga yang selalu memberikan motivasi dan semangat.
7. Dewa Ayu Tetha dan Frischa Andhika, teman se-dosen pembimbing yang selalu membantu.
8. Atik Rohmana, Fitria Ratnasari, dan Hasna Hakubela, sahabat yang selalu memberikan semangat dan motivasi.

9. Teman-teman Laboratorium Instrumen dan Sains Analitik,
yang telah membantu dan memberikan motivasi.

10. Teman-teman SPECTRA, yang selalu memberikan semangat.

Jika terdapat kesalahan dalam penulisan naskah ini,
diharapkan saran dan kritik untuk perbaikan di kemudian hari.

Surabaya, 26 Januari 2016

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iv
ABSTRAK	vi
ABSTRACT	vii
KATA PENGANTAR.....	viii
DAFTAR ISI	x
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR TABEL	xiv
DAFTAR LAMPIRAN.....	xv
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Rumusan Masalah	3
1.3. Batasan Masalah.....	3
1.4. Tujuan Penelitian.....	3
1.5. Manfaat.....	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1. Besi.....	5
2.2. Zat Besi.....	6
2.3. Senyawa Kompleks.....	7
2.4. Orto-fenantrolin (1,10-fenantrolin).....	7
2.5. Metode Destruksi	10
2.5.1. Destruksi Basah	11
2.5.2. Destruksi Kering.....	12
2.6. Spektrofotometri UV-Vis.....	15
2.7. Tablet Penambah Darah	17
2.8. Metode Validasi	18
2.8.1. Akurasi.....	18
2.8.2. Presisi.....	18
BAB III METODOLOGI.....	21
3.1. Alat dan Bahan.....	21
3.2. Prosedur Kerja.....	21
3.2.1. Pembuatan Larutan Standar Fe(III) 100 ppm..	21
3.2.2. Pembuatan Larutan $N_{a_2}S_2O_3$ 100 ppm	21

3.2.3. Pembuatan Larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm	21
3.2.4. Pembuatan Larutan Buffer Asetat pH 4,5	22
3.2.5. Pembuatan Larutan Blanko	22
3.2.6. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum ..	22
3.2.7. Pembuatan Kurva Kalibrasi	22
3.2.8. Preparasi Sampel.....	23
3.2.8.1. Destruksi Kering.....	23
3.2.8.2. Destruksi Basah	23
3.2.9. Penentuan Kadar Fe(II).....	23
3.2.9.1 Destruksi Kering.....	23
3.2.9.2 Destruksi Basah	24
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	25
4.1. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum.....	25
4.2. Pembuatan Kurva Kalibrasi	27
4.3. Penentuan Kadar Fe(II)	29
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	33
5.1. Kesimpulan	33
5.2. Saran.....	33
DAFTAR PUSTAKA	35
LAMPIRAN.....	41
BIODATA PENULIS	65

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur orto-fenantrolin.....	8
Gambar 2.2	Reaksi Fe^{2+} dengan orto-fenantrolin.....	8
Gambar 2.3	Hibridisasi kompleks Fe(II)-orto-fenantrolin	9
Gambar 2.4	Diagram skematis spektrofotometer UV-Vis	16
Gambar 4.1	Struktur pembentukan kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$	25
Gambar 4.2	Kurva penentuan panjang gelombang maksimum kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ pada rentang 450–560 nm.....	26
Gambar 4.3	Kurva penentuan panjang gelombang maksimum kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ pada rentang 500–520 nm.....	27
Gambar 4.4	Kurva kalibrasi larutan standar Fe(II).....	28

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Jenis pelarut untuk daerah UV-Vis	15
Tabel 4.1	Data pengukuran kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$	28
Tabel 4.2	Hasil pengukuran sampel	31
Tabel 4.3	Kadar dan persentase Fe(II) terukur	31
Tabel D.1	Data absorbansi pada panjang gelombang 450 – 600 nm	54
Tabel D.2	Data absorbansi pada panjang gelombang 450 – 600 nm (lanjutan)	55
Tabel E.1	Data absorbansi larutan standar Fe(II)	56
Tabel E.2	Perhitungan analisa regresi larutan standar	56
Tabel E.3	Tabel uji t	59
Tabel F.1	Absorbansi sampel	60
Tabel F.2	Perhitungan konsentrasi sampel	60
Tabel G.1	Data hasil perhitungan sampel	63

DAFTAR LAMPIRAN

A. Skema Penelitian.....	41
B. Skema Kerja.....	42
B.1. Pembuatan Larutan Standar Fe(III) 100 ppm.....	42
B.2. Pembuatan Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm.....	42
B.3. Pembuatan Larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm.....	43
B.4. Pembuatan Larutan Buffer Asetat pH 4,5.....	43
B.5. Pembuatan Larutan Blanko.....	44
B.6. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum.....	44
B.7. Pembuatan Kurva Kalibrasi.....	45
B.8. Preparasi Sampel.....	46
B.8.1. Destruksi Kering.....	46
B.8.2. Destruksi Basah.....	47
B.9. Penentuan Kadar Fe.....	48
B.9.1. Destruksi Kering.....	48
B.9.2. Destruksi Basah.....	49
C. Perhitungan Pembuatan Larutan.....	50
C.1. Pembuatan Larutan Standar Fe(III) 100 ppm.....	50
C.2. Pembuatan Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm.....	50
C.3. Pembuatan Larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm.....	51
C.4. Pembuatan Larutan Buffer Asetat pH 4,5.....	52
D. Hasil Pengukuran Panjang Gelombang Maksimum.....	54
E. Perhitungan Kurva Kalibrasi dan Analisa Regresi.....	56
F. Perhitungan Konsentrasi Sampel.....	60
G. Perhitungan Kadar Fe dalam Sampel dan Persentase Besi Terukur.....	61
G.1. Destruksi Basah.....	61
G.1. Destruksi Kering.....	61

BAB I PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Zat besi(II) merupakan mikroelemen yang esensial bagi tubuh, terutama dalam proses pembentukan darah yaitu sintesa hemoglobin. Zat besi(II) juga berfungsi untuk mengangkut oksigen dan zat-zat makanan ke seluruh tubuh serta membantu proses metabolisme untuk menghasilkan energi (Hartono, 2010). Kekurangan zat besi(II) dapat menyebabkan penyakit anemia, gangguan susunan syaraf pusat, mengurangi produktivitas kerja, penurunan kemampuan berpikir, dan penurunan kekebalan tubuh terhadap infeksi (Setiyowati, 2009). Sedangkan kelebihan zat besi(II) dapat menyebabkan permeabilitas dinding pembuluh darah kapiler meningkat, sehingga plasma darah merembes keluar yang mengakibatkan volume darah menurun dan hipoksia jaringan menyebabkan asidosis (Hartono, 2010). Zat besi yang dibutuhkan oleh tubuh adalah 150–300 mg per hari (Marzuki, 2013).

Kekurangan zat besi(II) dalam tubuh manusia dapat dihindari dengan memberikan asupan zat besi(II) yang cukup. Pengobatan anemia tidak cukup hanya dengan perubahan konsumsi makanan, tetapi juga dapat diatasi dengan mengkonsumsi tablet penambah darah. Pengonsumsi tablet penambah darah harus sesuai dengan dosis yang telah ditentukan sehingga zat besi(II) yang terdapat di dalam tubuh tidak berlebihan. Penderita anemia harus mengonsumsi tablet penambah darah dengan kadar besi 60 mg sebanyak 1–2 kali sehari (Harisman, 2013)

Sebelum beredar di pasaran, obat terlebih dahulu harus diuji mutu dan kualitasnya. Hal tersebut harus dilakukan untuk menjamin bahwa setiap obat mengandung bahan yang benar dengan mutu dan jumlah yang telah ditentukan, dibuat pada kondisi yang tetap dan mengikuti prosedur standar yang berlaku sehingga obat tersebut memenuhi spesifikasi yang telah

ditetapkan untuk identitas, kadar, kemurnian, mutu dan keamanannya. Pemilihan metode merupakan masalah yang sangat penting dalam setiap analisa karena pemilihan metode yang tepat akan menghasilkan hasil analisa yang akurat dan meminimalkan kesalahan analisa (Setiyowati, 2009).

Salah satu metode yang sering digunakan untuk menentukan kadar Fe(II) adalah metode spektrofotometri UV-Vis. Metode ini memerlukan pengompleksan sehingga dapat membentuk warna yang spesifik yang dapat terukur dalam spektrofotometer UV-Vis. Untuk meminimalkan gangguan analisa, maka diperlukan perlakuan awal yang tepat. Cara yang biasa dilakukan sebagai perlakuan awal adalah destruksi. Destruksi perlu dilakukan sebelum analisa karena destruksi berfungsi untuk menghilangkan atau memisahkan kandungan ion lain. Destruksi terdapat dua macam yaitu destruksi basah (*wet digestion*) dan destruksi kering (*dry ashing*) (Sa'adah, 2014). Kedua metode destruksi tersebut memiliki karakteristik masing-masing. Oleh karena itu, perbandingan kedua metode tersebut sangat diperlukan untuk mengetahui keakuratan hasil analisa kadar zat besi dalam tablet penambah darah.

Setiyawati pada tahun 2009 melakukan penelitian tentang penentuan kadar Fe(II) pada tablet multivitamin tanpa penopeng, dengan penopeng EDTA, dan dengan penopeng tartrat. Kadar Fe(II) pada tablet multivitamin tanpa penopeng yang didapatkan adalah 34,219 ppm dengan % recovery sebesar 117,9%; kadar Fe(II) dengan penopeng EDTA adalah 25,789 ppm dengan % recovery sebesar 111,88%; sedangkan kadar Fe(II) dengan penopeng tartrat adalah 30,302 ppm dengan % recovery sebesar 117,03%. Sedangkan Lestari (2013) melakukan penelitian menentukan kadar besi pada tablet S dengan menggunakan metode spektrofotometer UV-Vis dan didapatkan hasilnya adalah sebesar 8,3144 mg/tablet.

Penelitian tentang penentuan kadar Fe(II) dalam tablet penambah darah telah banyak dilakukan dengan berbagai metode, namun penentuan kadar Fe(II) dengan menggunakan

perbandingan metode destruksi masih sedikit. Oleh karena itu, maka perlu dilakukan penelitian tentang penentuan kadar Fe(II) dalam tablet penambah darah dengan perbandingan metode destruksi basah dan kering menggunakan spektrofotometri UV-Vis.

1.2. Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, maka permasalahan yang dapat dirumuskan dalam penelitian ini adalah :

1. Bagaimana hasil analisa kadar Fe(II) dalam tablet penambah darah dengan metode destruksi basah dan destruksi kering?
2. Bagaimana perbandingan efektifitas metode destruksi basah dan destruksi kering pada penentuan kadar Fe(II) dalam tablet penambah darah?

1.3. Batasan Masalah

Penelitian ini menggunakan tablet panambah darah dengan merk Sangobion yang diberikan perlakuan berupa destruksi kering dan destruksi basah, serta diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

1.4. Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan metode destruksi yang efektif pada analisa kadar Fe(II) dalam tablet penambah darah.

1.5. Manfaat

Penelitian ini bermanfaat untuk mengetahui metode destruksi yang lebih baik pada analisa kadar Fe(II) dalam tablet penambah darah.

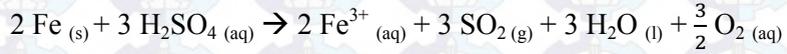
BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Besi

Besi merupakan unsur kimia dengan nomor atom 26 dan nomor massa 55,847 gram/mol. Besi berupa logam berwarna putih keperakan dengan titik lebur 535°C dan titik didih \pm 3000°C. Kelimpahan besi dalam kerak bumi berada pada urutan keempat. Unsur ini memiliki bilangan oksidasi +2 dan +3 (Svehla, 1985). Besi sangat bermanfaat untuk kehidupan sehari-hari dan sangat reaktif. Dalam dunia perindustrian dan dunia kedokteran, senyawa besi digunakan sebagai bahan pewarna dan pigmen. Sedangkan dalam proses biologis, besi terdapat dalam jaringan hidup terutama dalam darah. Besi di dalam darah berbentuk kompleks yang berupa senyawa organometalik yang disebut hemoglobin yang berfungsi untuk mengangkut oksigen ke dalam sel-sel dan mengeluarkan karbondioksida dari sel. Dalam keadaan murni, besi tidak terlalu keras tetapi apabila dijadikan paduan dengan penambahan karbon dan logam lainnya maka akan terbentuk *alloy* baja yang kuat (Brady, 2002). Besi merupakan logam penghantar panas dan listrik yang baik. Besi murni dapat diperoleh dari proses elektroforesis dari larutan FeSO_4 . Besi di alam umumnya membentuk senyawa, antara lain sebagai hematit (Fe_2O_3), magnetit (Fe_2O_4), pirit (FeS), siderite (FeCO_3), dan mineral lain yang merupakan sumber besi, yaitu limonit ($\text{FeO}(\text{OH})_n \cdot \text{H}_2\text{O}$) dan takonit (Lukita, 2014).

Besi dapat membentuk dua macam ion, yaitu ion $\text{Fe}(\text{II})$ dan ion $\text{Fe}(\text{III})$. Ion $\text{Fe}(\text{II})$ berwarna sedikit hijau dalam larutan, sedangkan ion $\text{Fe}(\text{III})$ berwarna kuning muda. Ion $\text{Fe}(\text{II})$ merupakan reduktor kuat dan mudah dioksidasi menjadi $\text{Fe}(\text{III})$ pada suasana netral atau basa. Ion $\text{Fe}(\text{III})$ lebih stabil dibandingkan dengan ion $\text{Fe}(\text{II})$ (Svehla, 1985). Logam besi sangat mudah terkorosi karena sifatnya yang mudah untuk teroksidasi. Dalam suasana asam atau di udara, $\text{Fe}(\text{II})$ akan bertindak sebagai donor elektron sehingga akan teroksidasi

menjadi Fe(III). Apabila dalam suasana basa, Fe(III) menerima elektron sehingga akan tereduksi kembali menjadi Fe(II). Besi dapat larut dalam pelarut asam, misalnya asam klorida (HCl) encer maupun pekat dan asam sulfat (H₂SO₄) encer seperti reaksi berikut :



(Svehla, 1985)

Penentuan kadar besi sangat penting untuk perlindungan lingkungan, hidrogeologi, proses kimia, dan studi kesehatan masyarakat.

2.2. Zat Besi

Zat besi merupakan mineral makromineral yang sangat dibutuhkan oleh tubuh karena menjadi bahan baku dalam proses pembentukan darah (hemoglobin) yang disebut hematopoiesis (Moehji, 1992). Kebutuhan zat besi pada tubuh pria dewasa adalah 40–50 mg/kg berat badan, sedangkan bagi tubuh wanita dewasa adalah 35–40 mg/kg berat badan. Zat besi memiliki peran penting dalam proses distribusi oksigen dalam darah tubuh manusia dan dalam fungsi kekebalan tubuh. Kekurangan zat besi dapat menimbulkan penyakit anemia atau kurang darah dan dapat menurunkan kekebalan tubuh terhadap penyakit (Cahyono, 2012).

Zat besi terdapat dalam bahan makanan hewani, kacang-kacangan, dan sayuran berwarna hijau tua. Penyerapan zat besi di dalam tubuh dari bahan makanan nabati hanya diserap sekitar 1-2%, sedangkan penyerapan zat besi dari bahan makanan hewani dapat mencapai 10-20%. Zat besi dari bahan makanan hewani (heme) lebih mudah diserap daripada zat besi dari bahan makanan nabati (non heme). Sumber terbaik zat besi yang berasal dari makanan adalah hati, tiram, kerang, daging tanpa lemak, ayam atau itik, telur, dan ikan. Keanekaragaman konsumsi makanan sangat penting dalam membantu meningkatkan penyerapan zat besi di dalam tubuh. Kehadiran protein hewani, vitamin C, vitamin A, zink (Zn), asam folat, dan zat gizi mikro lain dapat

meningkatkan penyerapan zat besi dalam tubuh (Cahyono, 2012). Sumber zat besi lain yang dapat digunakan sebagai pengganti makanan ketika dalam keadaan darurat adalah suplemen atau tablet zat besi(II), seperti tablet multivitamin penambah darah. Pilihan tersebut diperuntukkan bagi tubuh yang kebutuhan zat besinya cukup besar. Tubuh yang memerlukan kebutuhan zat besi lebih banyak antara lain balita, ibu hamil, penderita anemia, wanita usia subur, dan anak sekolah (Harisman, 2013).

2.3. Senyawa Kompleks

Senyawa kompleks merupakan senyawa yang terbentuk karena pengabungan dari dua atau lebih senyawa sederhana yang masing-masing dapat berdiri sendiri. Kompleks yang paling banyak berperan dalam pemeriksaan kimia adalah senyawa kompleks koordinasi, karena kompleks koordinasi ini terjadi akibat pembentukan ikatan koordinasi dari ligan ke ion logam. Proses pembentukan senyawa kompleks koordinasi adalah dengan adanya perpindahan satu atau lebih pasangan elektron dari ligan ke ion logam, jadi ligan bertindak sebagai pemberi elektron dan ion logam sebagai penerima elektron (Rivai, 1995).

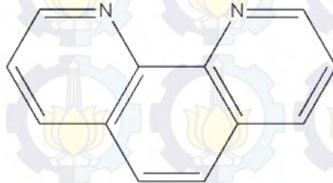
Umumnya semua ion logam dapat membentuk kompleks yang berwarna (kecuali ion logam alkali) yang dapat larut dalam air dan beberapa pelarut organik. Warna tersebut disebabkan oleh ion logam yang mempunyai orbital d kosong atau berisi elektron tunggal, dimana elektron tersebut dapat berpindah-pindah dari satu orbital ke orbital yang lain, dan dalam perpindahan tersebut elektron menyerap energi pada panjang gelombang tertentu. Beberapa reaksi-reaksi tersebut sangat peka sehingga hanya dalam jumlah mikrogram atau nanogram ion logam telah dapat ditentukan dengan ketelitian yang tinggi (Rivai, 1995).

2.4. Orto-fenantrolin (1,10-fenantrolin)

Orto-fenantrolin memiliki rumus molekul $C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$ yang berbentuk padatan kristal berwarna putih. Orto-fenantrolin memiliki berat molekul 180,22 g ram/mol. Orto-fenantrolin

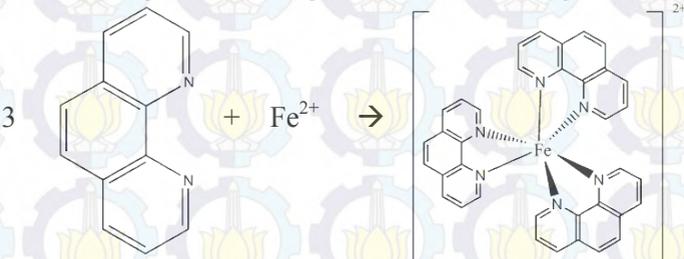
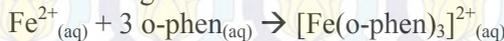
mempunyai titik leleh monohidratnya 93-94°C dan titik leleh anhidratnya 117°C (Svehla, 1985).

Orto-fenantrolin merupakan molekul fenantrolin yang mempunyai dua kelompok CH yang tergantung dengan 2 atom nitrogen. Pasangan elektron bebas yang terdapat dalam atom nitrogen dikombinasikan dengan kerapatan siklik dalam cincin aromatik sehingga orto-fenantrolin dapat bertindak sebagai ligan (Basset, 1991). Struktur orto-fenantrolin adalah sebagai berikut.

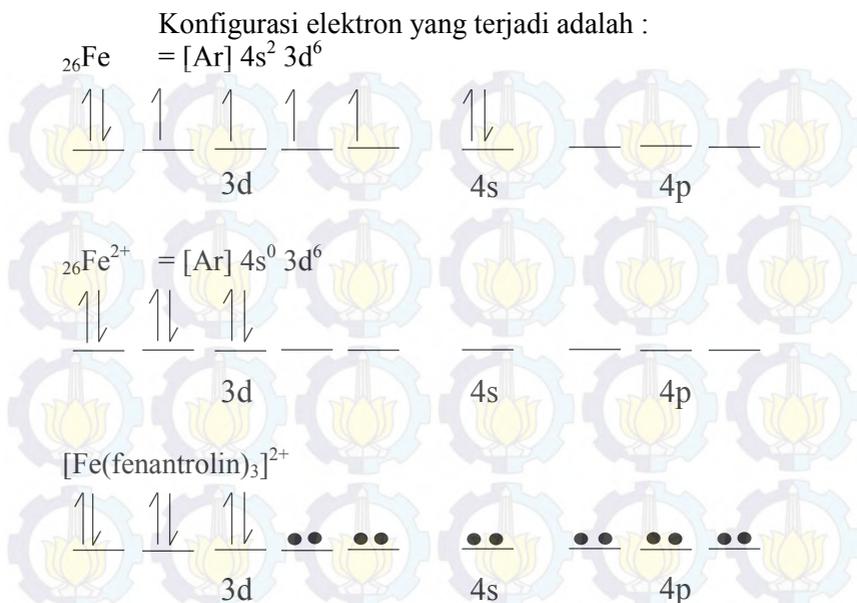


Gambar 2.1 Struktur orto-fenantrolin (Svehla, 1985)

Orto-fenantrolin merupakan pengompleks besi yang sangat stabil. Orto-fenantrolin dapat membentuk kompleks yang stabil dengan besi(II) dan membentuk warna merah jingga. Namun orto-fenantrolin juga dapat membentuk kompleks dengan besi(III) tetapi kurang stabil sehingga besi(III) harus direduksi dahulu menjadi besi(II) dengan agen pereduksi hidrosilamin hidroklorida (Svehla, 1985). Reaksi Fe(II) dengan orto-fenantrolin adalah sebagai berikut.



Gambar 2.2 Reaksi Fe^{2+} dengan orto-fenantrolin



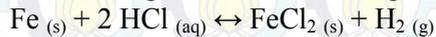
Gambar 2.3 Hibridisasi kompleks Fe(II)-orto-fenantrolin

Dari konfigurasi elektron di atas, dapat disimpulkan bahwa hibridisasi kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ adalah d^2sp^3 yang bentuk geometrinya adalah oktahedral (Sukardjo, 1992).

Kompleks Fe(II)-orto-fenantrolin dapat diekstrak dengan nitrobenzene dan diukur pada 515 nm. Kompleks Fe(II)-orto-fenantrolin dan Fe(III)-orto-fenantrolin memiliki nilai absorptansi yang identik pada 396 nm. Oleh karena itu, pengukuran serapan pada 396 nm akan didapatkan kadar besi total. Untuk larutan Fe(III) diperlakukan dalam suasana asam dengan penambahan asam sulfat encer, dikomplekskan dengan orto-fenantrolin dan diberi penambahan buffer (kalium hidrogen ftalat untuk pH 3,9; buffer asetat untuk pH 4,5; atau buffer fosfat untuk pH 8,00). Absorptivitas molar (ϵ) dari kompleks $[\text{Fe}(\text{o-phen})_3]^{2+}$ adalah 11.100 L/mol.cm pada panjang gelombang 508 nm. Nilai yang dihasilkan sangat besar yang menunjukkan penyerapan yang

sangat kuat. Intensitas warna kompleks ini stabil pada pH 2 sampai 9.

Fe(II) dapat mudah teroksidasi menghasilkan Fe(III) yang mana Fe(III) juga dapat membentuk kompleks dengan orto-fenantrolin yang menghasilkan warna ungu gelap. Cara mencegah Fe(II) teroksidasi menjadi Fe(III) adalah dengan mengalirkan HCl kering pada besi panas, karena H₂ yang dihasilkan bersifat reduktor. Reaksi antara Fe dengan HCl adalah sebagai berikut.



(Rifki, 2013)

2.5. Metode Destruksi

Destruksi merupakan suatu perlakuan pemecahan senyawa menjadi unsur-unsurnya sehingga dapat dianalisa. Istilah destruksi dapat disebut juga perombakan, yaitu dari bentuk organik logam menjadi bentuk logam-logam anorganik (Kristianingrum, 2012).

Destruksi merupakan suatu tahapan yang dilakukan untuk menganalisa kandungan suatu sampel. Destruksi mempunyai peranan yang sangat penting di dalam menganalisa suatu sampel karena apabila destruksi yang dilakukan baik maka kandungan-kandungan yang ingin diketahui akan terukur sesuai atau mendekati kandungan yang sebenarnya (Ianni, 2001).

Untuk menentukan kandungan mineral, bahan harus dihancurkan atau didestruksi dulu. Cara yang biasa dilakukan yaitu pengabuan kering (*dry ashing*) dan pengabuan basah (*wet digestion*). Pemilihan cara tersebut tergantung pada sifat zat organik dalam bahan, sifat zat antara yang ada dalam bahan, mineral yang akan di analisa serta sensitivitas yang digunakan. Destruksi basah dan destruksi kering memiliki teknik pengerjaan dan lama pemanasan atau pendestruksian yang berbeda. (Apriyantono, 1989).

1.5.1. Destruksi Basah

Destruksi basah adalah perombakan sampel dengan asam-asam kuat baik tunggal maupun campuran, kemudian dioksidasi dengan menggunakan zat oksidator. Teknik destruksi basah dilakukan dengan memanaskan sampel organik dengan penambahan asam mineral pengoksidasi atau campuran dari asam-asam mineral tersebut. Penambahan asam mineral pengoksidasi dan pemanasan dapat mengoksidasi sampel secara sempurna, sehingga menghasilkan ion logam dalam larutan asam sebagai sampel anorganik untuk dianalisa selanjutnya. Destruksi basah biasanya menggunakan H_2SO_4 , HNO_3 , $HClO_4$ atau campuran dari ketiga asam tersebut, atau bisa juga dengan basa (seperti $NaOH$) tergantung dari jenis sampel yang akan diukur (Anderson, 1987). Destruksi basah dengan menggunakan asam biasanya digunakan untuk mengetahui unsur dari elemen di dalam bahan (sampel) padat, dengan tahapan-tahapan mulai dari sampling dan preparasi sampel agar dapat merubah analit menjadi bahan yang dapat diukur dalam bentuk larutan (Ianni, 2001).

Kesempurnaan destruksi ditandai dengan terbentuknya larutan jernih pada larutan destruksi, yang menunjukkan bahwa semua konstituen yang ada telah larut sempurna atau perombakan senyawa-senyawa organik telah berjalan dengan baik. Senyawa-senyawa garam yang terbentuk setelah destruksi merupakan senyawa garam yang stabil dan disimpan selama beberapa hari. Pada umumnya pelaksanaan kerja destruksi basah dilakukan dengan metode Kjeldhal. Dalam usaha pengembangan metode telah dilakukan modifikasi dari peralatan yang digunakan (Raimon, 1993).

Pengabuan basah memberikan beberapa keuntungan. Suhu yang digunakan tidak dapat melebihi titik didih larutan dan pada umumnya karbon lebih cepat hancur daripada menggunakan metode pengabuan kering (Apriyantono, 1989).

1.5.2. Destruksi Kering

Destruksi kering merupakan perombakan logam organik di dalam sampel menjadi logam-logam anorganik dengan jalan pengabuan sampel dalam *muffle furnace* dan memerlukan suhu pemanasan tertentu. Pada umumnya dalam destruksi kering ini dibutuhkan suhu pemanasan antara 400 – 800°C, tetapi suhu ini sangat bergantung pada jenis sampel yang akan dianalisa. Untuk menentukan suhu pengabuan dengan sistem ini terlebih dulu harus ditinjau jenis logam yang akan dianalisa. Bila oksida-oksida logam yang terbentuk bersifat kurang stabil, maka perlakuan ini tidak memberikan hasil yang baik. Untuk logam Fe, Cu, dan Zn oksidanya yang terbentuk adalah Fe_2O_3 , FeO, CuO, dan ZnO. Oksida-oksida ini kemudian dilarutkan ke dalam pelarut asam encer baik tunggal maupun campuran, setelah itu dianalisa menurut metode yang digunakan. Contoh yang telah didestruksi baik destruksi basah maupun destruksi kering dianalisa kandungan logamnya. Metode yang digunakan untuk penentuan logam-logam tersebut yaitu metode Spektrometer Serapan Atom. Metode ini digunakan secara luas untuk penentuan kadar unsur logam dalam jumlah kecil atau *trace level* (Kristianingrum, 2012).

Destruksi kering merupakan sebuah prosedur dimana sampel yang telah diketahui beratnya diletakkan pada sebuah krus, lalu dimasukkan ke dalam tanur yang dipanaskan pada suhu tertentu. Krus umumnya terbuat dari platinum dan juga tersedia krus yang terbuat dari porselen, silika, besi, dan nikel (Maria, 2009).

Pengabuan kering dapat diterapkan pada hampir semua analisa kecuali merkuri dan arsen. Cara ini membutuhkan sedikit ketelitian tetapi mampu menganalisa bahan lebih banyak daripada pengabuan basah (Apriyantono, 1989).

Hal yang harus diperhatikan ketika melakukan destruksi kering adalah kemungkinan hilangnya unsur tertentu dari sumbernya, seperti sebagai berikut.

- ❖ Kehilangan mekanis pada saat pengeringan sampel, misalnya jika sampel dikeringkan dengan sangat cepat maka akan

terjadi kehilangan zat dari krus. Karena itu, untuk mencegah hal ini terjadi diperlukan proses pengeringan yang relatif lambat.

- ❖ Kehilangan zat pada saat penguapan sampel dalam tanur. Logam yang memiliki titik uap yang rendah seperti Sb, Cr, Mo, Fe, Mg, Al, dan lain-lain, yang mana akan mudah lepas saat pengabuan pada suhu 550°C.
- ❖ Penyerapan zat ke dalam krus dapat saja terjadi, kecuali pada wadah platinum.

(Maria, 2009)

Terdapat beberapa faktor yang harus diperhatikan dalam hal menggunakan metode destruksi terhadap sampel, apakah dengan destruksi basah ataukah dengan destruksi kering, antara lain sebagai berikut.

- a. Sifat matriks dan konstituen yang terkandung di dalamnya
- b. Jenis logam yang akan dianalisa
- c. Metode yang akan digunakan untuk penentuan kadarnya

Selain itu, untuk memiliki prosedur yang tepat perlu diperhatikan beberapa faktor antara lain waktu yang diperlukan untuk analisa, biaya yang diperlukan, ketersediaan bahan kimia, dan sensitivitas metode yang digunakan (Kristianingrum, 2012).

Metode destruksi basah lebih baik daripada cara kering karena tidak banyak bahan yang hilang dengan suhu pengabuan yang sangat tinggi. Hal ini merupakan salah satu faktor mengapa cara basah lebih sering digunakan oleh para peneliti. Di samping itu destruksi dengan cara basah biasanya dilakukan untuk memperbaiki cara kering yang biasanya memerlukan waktu yang lama. Sifat dan karakteristik asam pendestruksi yang sering digunakan antara lain sebagai berikut :

1. Asam sulfat pekat sering ditambahkan ke dalam sampel untuk mempercepat terjadinya oksidasi. Asam sulfat pekat merupakan bahan pengoksidasi yang kuat. Meskipun

demikian waktu yang diperlukan untuk mendestruksi masih cukup lama.

2. Campuran asam sulfat pekat dengan kalium sulfat pekat dapat dipergunakan untuk mempercepat dekomposisi sampel. Kalium sulfat pekat akan menaikkan titik didih asam sulfat pekat sehingga dapat mempertinggi suhu destruksi sehingga proses destruksi lebih cepat.
3. Campuran asam sulfat pekat dan asam nitrat pekat banyak digunakan untuk mempercepat proses destruksi. Kedua asam ini merupakan oksidator yang kuat. Dengan penambahan oksidator ini akan menurunkan suhu destruksi sampel yaitu pada suhu 350°C, dengan demikian komponen yang dapat menguap atau terdekomposisi pada suhu tinggi dapat dipertahankan dalam abu yang berarti penentuan kadar abu lebih baik.
4. Asam perklorat pekat dapat digunakan untuk bahan yang sulit mengalami oksidasi, karena perklorat pekat merupakan oksidator yang sangat pekat. Kelemahan dari perklorat pekat adalah sifat mudah meledak (*explosive*) sehingga cukup berbahaya, dalam penggunaan harus sangat hati-hati.
5. Aqua regia yaitu campuran asam klorida dan asam nitrat pekat dengan perbandingan volume 3:1 mampu melarutkan logam-logam mulia seperti emas dan platina yang tidak larut dalam HCl pekat dan HNO₃ pekat. Reaksi yang terjadi jika 3 volume HCl pekat dicampur dengan 1 volume HNO₃ pekat :



Gal klor (Cl₂) dan gas nitrosil klorida (NOCl) inilah yang mengubah logam menjadi senyawa logam klorida dan selanjutnya diubah menjadi kompleks anion yang stabil yang selanjutnya bereaksi lebih lanjut dengan Cl⁻ (Sumardi, 1981).

2.6. Spektrofotometri UV-Vis

Spektrofotometri adalah ilmu yang mempelajari tentang teknik pengukuran interaksi materi dengan energi atau sinar. Spektrofotometri UV-Vis merupakan salah satu instrumen yang digunakan dalam menganalisa suatu larutan untuk menentukan konsentrasi dengan menggunakan sumber radiasi elektromagnetik, dimana UV jauh dengan rentang panjang gelombang antara 190–380 nm, UV dekat dengan rentang antara 380–780 nm, dan sinar tampak (Khopkar, 1990).

Salah satu hal yang perlu diperhatikan dalam penggunaan analisa spektrofotometri UV-Vis adalah pemilihan pelarut. Pelarut yang digunakan tidak hanya harus melarutkan suatu sampel tetapi juga tidak boleh menyerap cukup banyak absorbansi, tidak terjadi interaksi dengan senyawa yang akan dianalisa, dan kemurniannya harus tinggi (Underwood, 1999). Pelarut yang umum digunakan untuk daerah UV-Vis pada Tabel 2.1.

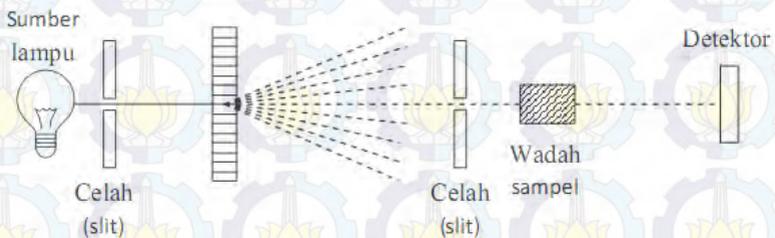
Tabel 2.1 Jenis pelarut untuk daerah UV-Vis

Pelarut	Perkiraan Transparasi Minimum (nm)	Pelarut	Perkiraan Transparasi Minimum (nm)
Air	190	Klorofom	250
Metanol	210	Karbon tetraklorida	265
Sikloheksana	210	Benzena	280
Heksana	210	Toluena	285
Dietil eter	220	Piridina	305
<i>p</i> -dioksana	220	Aseton	330
Etanol	220	Karbon disulfida	380

Komponen-komponen pokok yang ada dalam spektrofotometer UV-Vis yaitu meliputi :

1. Sumber energi radiasi yang stabil
2. Monokromator untuk mengubah radiasi polikromatik menjadi panjang gelombang tunggal yang terdiri dari sistem slit (pintu masuk sinar), pendispersi (cermin atau prisma segitiga), dan slit (pintu keluar sinar)
3. Sel absorpsi, biasanya dikenal dengan kuvet yaitu tempat untuk meletakkan sampel dan blanko yang akan diuji
4. Detektor fotolistrik untuk menyerap energi foton dan mengubah energi tersebut. Syarat pentingnya adalah mempunyai sensitifitas yang tinggi, waktu respon singkat, dan stabil.

(Underwood, 1999)



Gambar 2.4 Diagram skematis spektrofotometer UV-Vis

Cara kerja spektrofotometer UV-Vis adalah mengukur banyaknya energi yang dihasilkan oleh elektron saat kembali ke keadaan semula setelah tereksitasi. Sumber cahaya memancarkan cahaya polikromatik. Cahaya polikromatik adalah kumpulan dari beberapa spektrum warna dengan panjang gelombang yang berbeda-beda. Cahaya polikromatik ini kemudian diubah menjadi cahaya monokromatik oleh monokromator. Warna yang memiliki energi yang setara dengan energi minimum elektron untuk tereksitasi akan diserap (adsorpsi) oleh sampel. Elektron yang

tereksitasi semakin lama semakin kehilangan energi hingga pada akhirnya kembali ke keadaan dasar yang lebih stabil dari keadaan tereksitasi. Energi yang dilepas elektron memiliki jumlah yang sama dengan energi yang diterimanya. Energi ini kemudian dikonversi oleh detektor menjadi panjang gelombang warna komplementernya (Harisman, 2014).

Cahaya yang diserap diukur sebagai absorbansi (A), sedangkan cahaya yang dihamburkan diukur sebagai transmiteman (T). Penjelasan tersebut mengacu pada hukum Lambert-Berr, yaitu sebagai berikut :

$$\%T = \frac{I_t}{I_0} \times 100\% \quad (2.1)$$

Dan absorbansi dinyatakan dengan persamaan sebagai berikut :

$$A = -\log \frac{I_t}{I_0} \quad (2.2)$$

Kemudian penurunan rumus dari hukum Lambert-Beer dapat ditulis sebagai berikut :

$$A = \epsilon bc \quad (2.3)$$

Keterangan :

I_t = intensitas cahaya yang datang

I_0 = intensitas cahaya setelah melewati sampel

A = absorbansi

b = tebal kuvet

c = konsentrasi larutan yang diukur

ϵ = absorptivitas molar

(Skoog, 1998)

2.7. Tablet Penambah Darah

Tablet penambah darah adalah suplemen yang mengandung zat besi. Tablet penambah darah dikonsumsi untuk mencukupi kebutuhan sel darah merah dan hemoglobin pada tubuh yang mengalami anemia. Suplemen atau pil tambah darah banyak tersedia di apotek atau di toko-toko, seperti Sangobion, Emineton, Ferofort, dan Livron B Plex. Tablet penambah darah umumnya mengandung 3 komponen utama yaitu zat besi, asam folat, dan vitamin B12. Ketiga zat tersebut merupakan unsur

nutrisi utama dalam pembentukan sel darah merah dan hemoglobin (Soebroto, 2009).

2.8. Metode Validasi

Metode analisa merupakan suatu metode penilaian terhadap parameter tertentu berdasarkan percobaan laboratorium untuk membuktikan metode analisa yang digunakan telah memenuhi syarat sesuai dengan tujuan pelaksanannya. Namun, untuk beberapa tujuan, metode validasi terbatas untuk menunjukkan demonstrasi lainnya dimana penetapan metode hasil kriteria bergantung pada pengembangan kondisi laboratorium atau metode ekivalensi (Atmajadiningrum, 2014).

2.8.1. Akurasi

Akurasi adalah suatu tindakan persetujuan berdasarkan hasil analitik tunggal dengan hasil yang sebenarnya. Biasanya menunjukkan derajat kedekatan hasil dan umumnya dinyatakan dengan % *recovery*. Faktor-faktor yang dapat mempengaruhi tingkat akurasi yang baik, antara lain peralatan yang dikalibrasi, pereaksi dan pelarut yang baik, pengontrolan suhu, dan pengontrolan yang cermat sesuai prosedur (Atmajadiningrum, 2014).

2.8.2. Presisi

Presisi adalah suatu tindakan persetujuan antara hasil perhitungan dengan hasil penentuan pengulangan pada metode analitik yang sama. Umumnya, presisi dari metode analitik dinyatakan dalam standar deviasi (*s*), standar deviasi standar (RSD), dan koefisien variasi (CV). Berikut ini adalah persamaan dari masing-masing presisi :

$$s = \sqrt{S^2} \quad (2.4)$$

$$S^2 = \frac{\sum(x-x)^2}{n-1} \quad (2.5)$$

$$\text{RSD} = \frac{s}{x} \times 1000 \text{ ppt} \quad (2.6)$$

$$\text{CV} = \frac{s}{x} \times 100\% \quad (2.7)$$

Keterangan :

S = simpangan baku

x = hasil perhitungan masing-masing

x = hasil perhitungan rata-rata

n = jumlah pengulangan

Metode analitik dapat dikatakan mempunyai presisi yang bagus apabila mempunyai harga $\text{RSD} < 20 \text{ ppt}$ atau $\text{CV} < 2 \%$ (Atmajadiningrum, 2014).

BAB III METODOLOGI

3.1. Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain gelas beker, erlenmeyer, gelas ukur, labu ukur, neraca analitik, mortar dan alu, *hot plate*, pipet tetes, pipet volume, pipet ukur, pro pipet, kertas saring, corong, oven, kaca arloji, spatula, pH meter digital, botol semprot, kuvet, dan spektrofotometer UV-Vis.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain tablet penambah darah, besi(III) klorida heksahidrat ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), 1,10-fenantrolin ($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2$), natrium asetat (CH_3COONa), asam asetat (CH_3COOH), natrium tiosulfat pentahidrat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), aqua DM, asam klorida (HCl) 37%, HNO_3 p.a dan aseton.

3.2. Prosedur Kerja

3.2.1. Pembuatan Larutan Standar Fe(III) 100 ppm

Sebanyak 0,0483 gram kristal $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dimasukkan ke dalam gelas beker dan ditambahkan sedikit aqua DM hingga larut. Selanjutnya dimasukkan dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan dengan aqua DM hingga tanda batas.

3.2.2. Pembuatan Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm

Sebanyak 0,0157 gram $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dimasukkan ke dalam gelas beker dan ditambahkan sedikit aqua DM hingga larut. Selanjutnya dimasukkan dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan dengan aqua DM hingga tanda batas.

3.2.3. Pembuatan Larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm

Sebanyak 0,1000 gram padatan 1,10-fenantrolin dimasukkan ke dalam gelas beker 100 mL dan ditambahkan aqua DM sebanyak 50 mL. Campuran tersebut kemudian dipanaskan di atas *hotplate* dengan suhu 60°C hingga seluruh padatan larut. Larutan dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL. kemudian ditambahkan aqua DM hingga tanda batas.

3.2.4. Pembuatan Larutan Buffer Asetat pH 4,5

Sebanyak 3,8554 gram natrium asetat dimasukkan ke dalam gelas beker dan ditambahkan sedikit aqua DM hingga larut. Selanjutnya dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, ditambahkan 5 mL asam asetat dan diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas. Larutan diukur menggunakan pH meter digital.

3.2.5. Pembuatan Larutan Blanko

Larutan natrium tiosulfat 100 ppm diambil sebanyak 1,1 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL. Kemudian ditambahkan 1,5 mL 1,10-Fenantrolin 1000 ppm, ditambahkan 1,5 mL buffer asetat pH 4,5, dan ditambahkan 5 mL aseton. Selanjutnya ditambahkan aqua DM hingga tanda batas.

3.2.6. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Larutan standar Fe(III) 100 ppm dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL sebanyak 0,5 mL, kemudian ditambahkan 1,1 mL larutan natrium tiosulfat 100 ppm. Selanjutnya ditambahkan 1,5 mL larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm dan 1,5 mL buffer asetat pH 4,5. Setelah itu, ke dalam campuran ditambahkan aseton sebanyak 5 mL dan diencerkan menggunakan aqua DM hingga tanda batas. Larutan tersebut dikocok dan didiamkan selama 120 menit, kemudian diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 450–560 nm.

3.2.7. Pembuatan Kurva Kalibrasi

Larutan standar Fe(III) 100 ppm dimasukkan ke labu ukur 10 mL sebanyak 0,1 mL, kemudian ditambahkan 1,1 mL larutan natrium tiosulfat 100 ppm. Selanjutnya ditambahkan 1,5 mL larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm dan 1,5 mL buffer asetat pH 4,5. Setelah itu, ke dalam campuran ditambahkan aseton sebanyak 5 mL dan diencerkan menggunakan aqua DM hingga tanda batas. Larutan tersebut dikocok dan didiamkan selama 120 menit, kemudian diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum. Prosedur ini

diulangi sebanyak 4 kali dengan jumlah larutan standar Fe(III) 100 ppm masing-masing sebanyak 0,2 mL; 0,3 mL; 0,4 mL; dan 0,5 mL. Hasil absorbansi yang didapatkan kemudian dibuat kurva kalibrasi antara absorbansi dengan konsentrasi Fe(III).

3.2.8. Preparasi Sampel

3.2.8.1. Destruksi Kering

Tablet penambah darah digerus menggunakan mortar hingga halus. Sampel ditimbang sebanyak 0,4 gram dan dimasukkan dalam gelas beker. Selanjutnya sampel dipanaskan dalam oven dengan suhu 110°C selama 120 menit. Selanjutnya ke dalam gelas beker ditambahkan HCl 6M sebanyak 10 mL, kemudian dipanaskan di atas *hot plate* selama 1 jam hingga abu larut. Larutan tersebut kemudian disaring dan filtrat dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL. Ditambahkan aqua DM hingga tanda batas dan dihomogenkan.

3.2.8.2. Destruksi Basah

Tablet penambah darah digerus menggunakan mortar hingga halus. Sampel ditimbang sebanyak 0,4 gram dan dimasukkan dalam gelas beker. Kemudian ditambahkan dengan HNO₃ 5% sebanyak 10 mL. Campuran kemudian dipanaskan di atas *hot plate* selama 1 jam hingga tersisa beberapa milliliter dan larutan menjadi jernih. Selanjutnya larutan disaring dan filtrat dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL. Ditambahkan aqua DM hingga tanda batas dan dihomogenkan.

3.2.9. Penentuan Kadar Fe(II)

3.2.9.1 Destruksi Kering

Larutan hasil preparasi diambil 0,1 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL. Kemudian ditambahkan 1,1 mL natrium tiosulfat 100 ppm dan 1,5 mL larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm. Untuk menjaga pH tetap asam, ditambahkan 1,5 mL buffer asetat pH 4,5, kemudian ditambahkan aseton sebanyak 5 mL dan diencerkan menggunakan aqua DM hingga tanda batas. Larutan tersebut dikocok dan didiamkan selama 120 menit,

kemudian diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum. Pengukuran dilakukan sebanyak 3 kali.

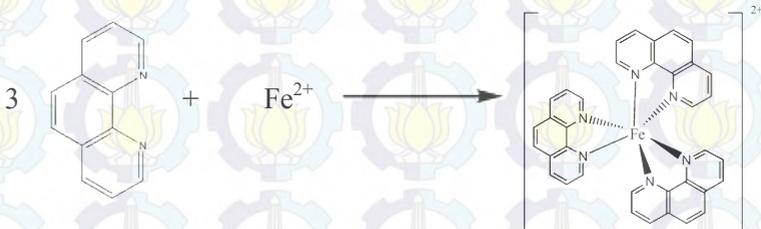
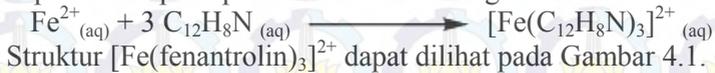
3.2.9.2 Destruksi Basah

Larutan hasil preparasi diambil 0,1 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL. Kemudian ditambahkan 1.1 mL natrium tiosulfat 100 ppm dan 1,5 mL larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm. Untuk menjaga pH tetap asam, ditambahkan 1,5 mL buffer asetat pH 4,5, kemudian ditambahkan aseton sebanyak 5 mL dan diencerkan menggunakan aqua DM hingga tanda batas. Larutan tersebut dikocok dan didiamkan selama 120 menit, kemudian diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum. Pengukuran dilakukan sebanyak 3 kali.

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Penentuan panjang gelombang maksimum merupakan langkah awal yang harus dilakukan dalam pengukuran Fe(II). Hal ini sangat penting untuk mengetahui tingkat kepekaan suatu pengukuran. Penentuan panjang gelombang dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Panjang gelombang maksimum ditunjukkan oleh panjang gelombang yang memiliki absorbansi terbesar. Panjang gelombang pada penelitian ini ditentukan dari kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ yang dihasilkan dari reaksi ion besi dengan ligan 1,10-fenantrolin. Reaksi tersebut dapat dilihat pada persamaan reaksi sebagai berikut.

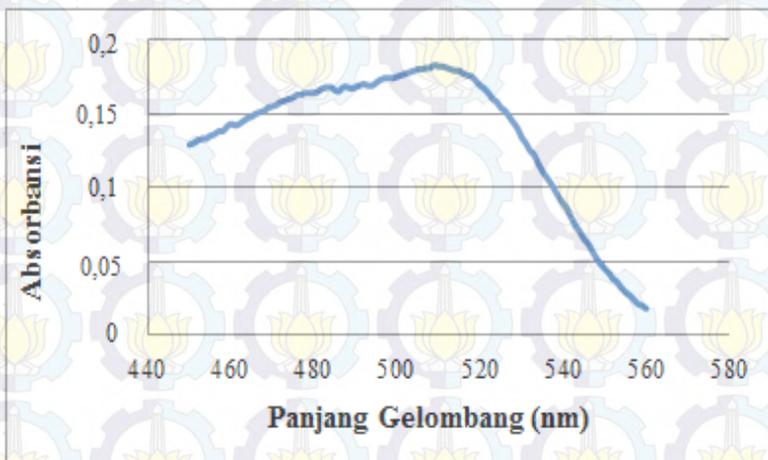


Gambar 4.1 Struktur pembentukan kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$

Ion besi yang bereaksi membentuk kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ didapatkan dari larutan baku Fe(III) yang direduksi menjadi Fe(II) menggunakan natrium tiosulfat. Setiap 11 ppm larutan natrium tiosulfat mampu mereduksi larutan Fe(III) 5 ppm menjadi Fe(II) dengan persen *recovery* sebesar 99,25% pada pH 4,5 (Amelia, 2004). Reaksi yang terjadi antara Fe(III) dengan natrium tiosulfat dapat dilihat pada persamaan reaksi berikut.



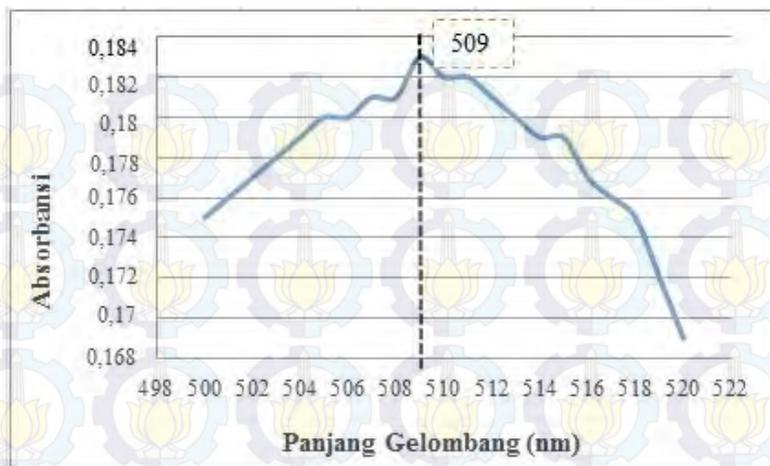
Penentuan panjang gelombang maksimum $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ dilakukan pada rentang panjang gelombang 450–560 nm. Hal ini karena kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ membentuk warna merah jingga yang menyerap pada panjang gelombang tersebut. Kurva penentuan panjang gelombang maksimum dapat dilihat pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Kurva penentuan panjang gelombang maksimum kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ pada rentang 450–560 nm

Berdasarkan kurva di atas, dapat diketahui bahwa absorbansi terbesar didapatkan pada panjang gelombang dengan rentang 500–520 nm. Untuk mengetahui panjang gelombang maksimum yang lebih jelas, maka dibuat kurva penentuan panjang gelombang maksimum pada rentang tersebut, yang dapat dilihat pada Gambar 4.3.

Gambar 4.3 menunjukkan bahwa panjang gelombang maksimum kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ terdapat pada panjang gelombang 509 nm dengan absorbansi 0,183. Oleh karena itu, panjang gelombang 509 digunakan sebagai patokan untuk pengukuran selanjutnya.



Gambar 4.3 Kurva penentuan panjang gelombang maksimum kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ pada rentang 500–520 nm

4.2. Pembuatan Kurva Kalibrasi

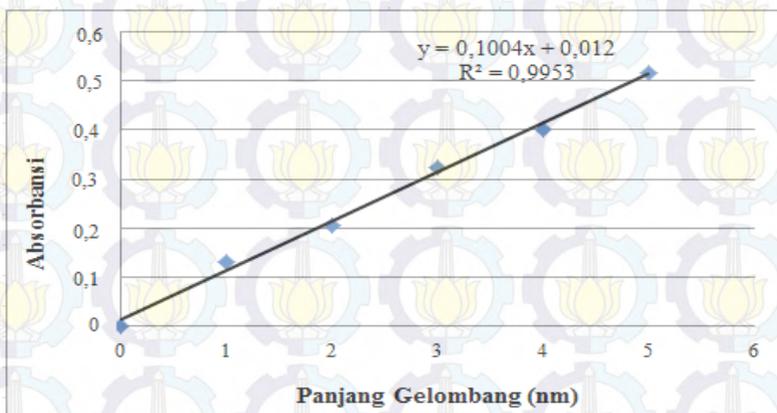
Kurva kalibrasi dibuat dari pengukuran kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ pada panjang gelombang maksimum dengan variasi konsentrasi larutan baku Fe(III) 0 ppm, 1 ppm, 2 ppm, 3 ppm, 4 ppm, dan 5 ppm. Kurva kalibrasi perlu dilakukan untuk menentukan besarnya konsentrasi Fe yang tereduksi berdasarkan besar absorbansi dan membuktikan hukum Lambert-Beer. Variasi konsentrasi larutan baku Fe(III) menyebabkan warna kompleks yang dihasilkan juga berbeda, semakin besar konsentrasi larutan Fe(III) semakin pekat warna kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$. Kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ dibuat dari larutan baku Fe(III) yang direduksi menjadi Fe(II) dengan menggunakan larutan natrium tiosulfat. Pada pembentukan kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ juga ditambahkan buffer asetat pH 4,5 untuk membuat reaksi tetap pada pH tersebut sehingga proses reaksi pembentukan kompleks berjalan optimum dan stabil. Proses reaksi dibiarkan selama 2 jam agar reaksi pembentukan kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ sempurna. Selanjutnya, kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ yang telah terbentuk tersebut diukur

menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Hasil pengukuran kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ dapat dilihat pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Data pengukuran kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
0	0
1	0,130
2	0,206
3	0,325
4	0,400
5	0,517

Data dari Tabel 4.1 tersebut kemudian digunakan untuk membuat kurva kalibrasi dengan sumbu x berupa konsentrasi dan sumbu y adalah absorbansi. Kurva kalibrasi dapat dilihat pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Kurva kalibrasi larutan standar Fe(II)

Kurva kalibrasi yang terbentuk memiliki persamaan regresi $y = 0,1004x + 0,012$ dengan r^2 sebesar 0,9953 dan r sebesar 0,9976. Nilai r^2 sebesar 0,9953 menunjukkan bahwa terdapat korelasi yang linier antara konsentrasi dan absorbansi. Nilai r^2 yang baik terletak pada kisaran $0,9 \leq r^2 \leq 1$. Nilai r

sebesar 0,9976 menunjukkan bahwa semua titik terletak pada garis lurus yang gradiennya positif karena nilai tersebut berada dalam range $-1 \leq r \leq 1$ (Dianawati, 2013).

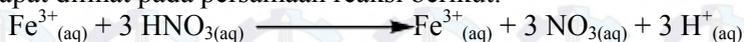
Suatu kurva kalibrasi dapat dinyatakan layak atau tidak dengan cara diuji menggunakan uji-t. Uji-t dilakukan terhadap nilai-nilai koefisien regresi dengan n sebanyak 6 dan selang kepercayaan 95%. Berdasarkan hasil perhitungan, didapatkan nilai t_{hitung} sebesar 28,8157. Nilai t_{hitung} dibandingkan dengan nilai t_{tabel} dengan derajat kebebasan 5, nilai t_{tabel} yang didapatkan adalah 2,57. Berdasarkan data tersebut, maka nilai t_{hitung} lebih besar daripada t_{tabel} . Nilai $t_{hitung} > t_{tabel}$ menunjukkan bahwa terdapat hubungan antara konsentrasi larutan Fe(II) dengan absorbansi sehingga persamaan regresi pada kurva kalibrasi dapat digunakan untuk menentukan konsentrasi Fe(II) dalam penelitian selanjutnya.

4.3. Penentuan Kadar Fe(II)

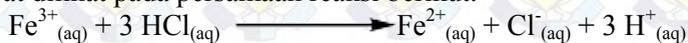
Sampel yang digunakan pada penelitian ini adalah tablet sangobion atau yang dalam penelitian ini diinisialkan dengan tablet S. Pemilihan tablet S ini karena tablet tersebut merupakan tablet penambah darah yang komersial di masyarakat. Penentuan kadar Fe(II) dalam tablet S dilakukan menggunakan metode spektrofotometer UV-Vis yang diawali dengan preparasi sampel yaitu destruksi basah dan destruksi kering. Kedua metode destruksi ini dibandingkan untuk mengetahui metode yang paling efektif dalam penentuan kadar Fe dalam sampel S.

Preparasi sampel dilakukan dengan menghaluskan tablet S menggunakan mortar. Penggerusan dilakukan untuk meningkatkan luas permukaan sampel sehingga sampel akan lebih mudah larut. Pada metode destruksi basah, sampel yang telah dihaluskan ditambahkan HNO_3 5% sebanyak 10 mL. HNO_3 digunakan sebagai pelarut karena HNO_3 merupakan oksidator kuat yang dapat melarutkan hampir semua logam dan dapat mencegah pengendapan unsur. Pemilihan pelarut ini mengacu pada penelitian yang telah dilakukan oleh Kurnianingsih (2013)

dan Dewi (2012) yang melakukan destruksi basah menggunakan HNO_3 . Pada awal penambahan HNO_3 5%, larutan berwarna kuning keruh tetapi setelah dipanaskan selama 1 jam larutan berubah menjadi kuning jernih. Hal ini menunjukkan bahwa ion Fe telah keluar dari matriks sampel. Persamaan reaksi yang terjadi dapat dilihat pada persamaan reaksi berikut.



Filtrat yang dihasilkan pada destruksi basah berwarna kuning cerah. Sedangkan pada metode destruksi kering, sampel yang telah dihaluskan dioven pada suhu 110°C selama 120 menit untuk mempercepat perombakan besi dan unsur-unsur lain yang terkandung dalam sampel. Suhu yang digunakan adalah 110°C karena komposisi utama dari tablet S adalah besi glukonat yang memiliki titik didih 188°C sehingga ion besi yang terdapat dalam sampel tidak akan ikut menguap apabila dipanaskan pada suhu tersebut. Larutan yang digunakan sebagai pendestruksi pada destruksi kering adalah HCl 6M. HCl digunakan sebagai pelarut pada destruksi kering karena HCl mudah diuapkan dan berfungsi untuk mempercepat pemutusan ikatan antara senyawa organik dengan logam besi dalam sampel. Pemilihan pelarut HCl 6M ini mengacu pada penelitian yang telah dilakukan oleh Budiman (2010), Bazzi (2004), dan Sa'adah (2014) yang menggunakan HCl 6M sebagai pelarut pada destruksi kering. Pada awal penambahan HCl 6 M, larutan berwarna kuning keruh tetapi setelah dipanaskan selama 1 jam larutan berubah menjadi jernih. Hal ini menunjukkan bahwa ion Fe dalam matriks sampel telah terlepas. Filtrat yang dihasilkan pada destruksi kering berwarna kuning pekat. Persamaan reaksi yang terjadi pada destruksi kering dapat dilihat pada persamaan reaksi berikut.



Filtrat yang dihasilkan pada proses destruksi selanjutnya ditambah dengan 1,10-fenantrolin sebagai agen pengompleks. Larutan kemudian diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Pengukuran dilakukan secara triplo

agar mendapatkan hasil yang presisi. Hasil pengukuran sampel yang didapatkan dapat dilihat pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Hasil pengukuran sampel

Sampel	Absorbansi			Rata-rata
	1	2	3	
Destruksi Basah	0,097	0,112	0,122	0,112
Destruksi Kering	0,275	0,281	0,283	0,280

Berdasarkan hasil pengukuran absorbansi di atas, maka dapat diketahui konsentrasi sampel yang selanjutnya dapat dihitung kadar besi (Fe) dan persentase Fe(II) terukur dari sampel. Konsentrasi sampel, kadar dan persentase Fe(II) terukur sampel dapat dilihat pada Tabel 4.3.

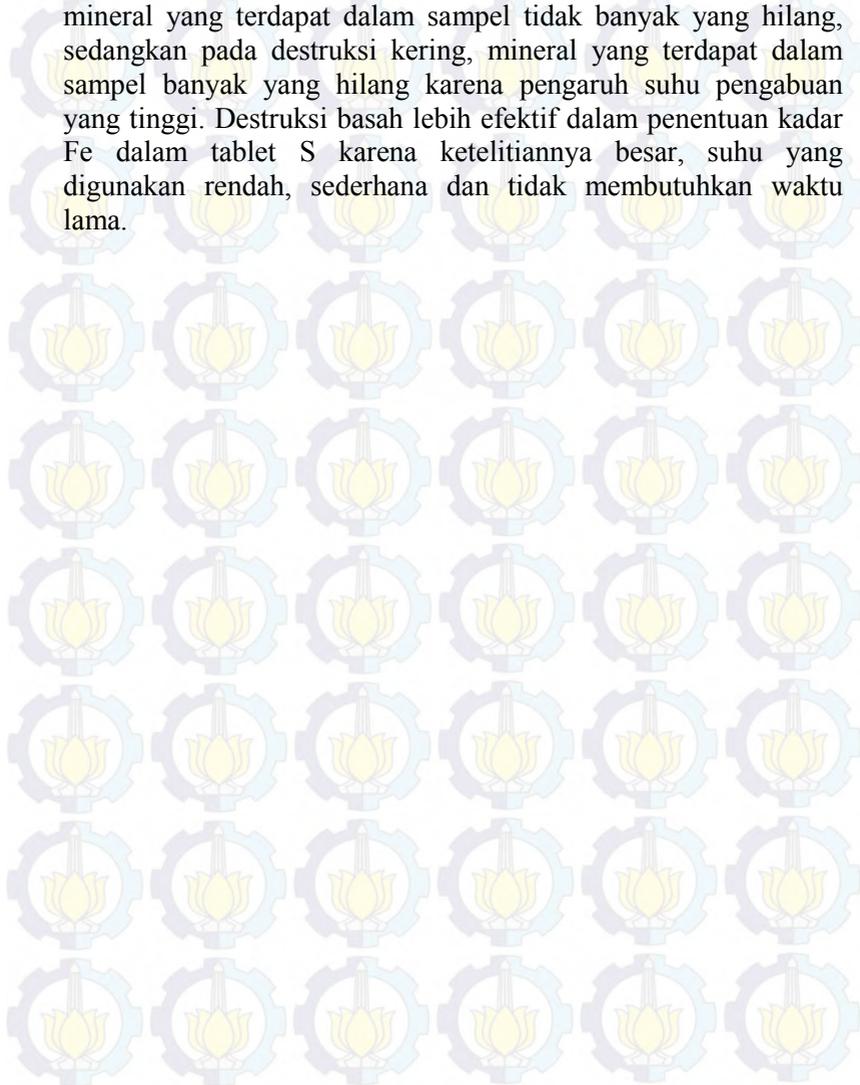
Tabel 4.3 Kadar dan persentase Fe(II) terukur

Sampel	Absorbansi	Konsentrasi (ppm)	Kadar Fe (mg)	% Fe Terukur
Destruksi Basah	0,112	9,960	99,6	23,7
Destruksi Kering	0,280	2,669	26,69	6,36

Konsentrasi pada destruksi basah memiliki hasil yang besar yaitu 9,960 ppm. Hal tersebut karena konsentrasi yang didapatkan telah dikalikan dengan faktor pengenceran (FP) sebesar 10 kali. Konsentrasi pada destruksi kering memiliki konsentrasi yang lebih kecil daripada destruksi basah yaitu 2,669 ppm.

Tabel 4.3 di atas menunjukkan bahwa kadar besi (Fe) pada destruksi basah lebih besar dibandingkan kadar besi pada destruksi kering. Kadar besi pada destruksi basah adalah 99,6 mg dengan persentase Fe(II) terukur sebesar 23,7%, sedangkan kadar

besi pada destruksi kering adalah 26,69 mg dengan persentase Fe terukur sebesar 6,36%. Hal ini dikarenakan pada destruksi basah, mineral yang terdapat dalam sampel tidak banyak yang hilang, sedangkan pada destruksi kering, mineral yang terdapat dalam sampel banyak yang hilang karena pengaruh suhu pengabuan yang tinggi. Destruksi basah lebih efektif dalam penentuan kadar Fe dalam tablet S karena ketelitiannya besar, suhu yang digunakan rendah, sederhana dan tidak membutuhkan waktu lama.



BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, dapat diketahui bahwa kadar Fe(II) dalam tablet penambah darah merk Sangobion dengan metode destruksi basah adalah sebesar 99,6 mg dengan persentase besi terukur sebesar 23,7% (237142,86 ppm), sedangkan kadar Fe(II) dengan metode destruksi kering adalah sebesar 26,69 mg dengan persentase besi terukur sebesar 6,36% (63547,62 ppm). Dari hasil penentuan kadar Fe(II) tersebut maka dapat disimpulkan bahwa metode destruksi yang lebih efektif pada analisa Fe(II) adalah metode destruksi basah.

5.2. Saran

Penelitian ini dapat dikembangkan dengan menggunakan tablet penambah darah dengan merk yang berbeda dan volume terukur hasil destruksi yang sama. Selain itu, penelitian ini juga dapat dikembangkan dengan menggunakan instrumentasi yang lain.

DAFTAR PUSTAKA

- Anderson. 1987. *Samples Pretreatment and Separation*. New York : John Wiley and Sons Inc.
- Apriyantono, Anton., Fardiaz D., Puspitasari N.L., Yasni S., Budijanto S. 1989. *Petunjuk Laboratorium Analisa Pangan*. Bogor : Departemen Pendidikan dan Kebudayaan Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi Pusat antar Universitas Pangan dan Gizi Institut Pertanian Bogor.
- Amelia. 2004. *Optimasi pH Buffer Asetat dan Konsentrasi Larutan Pereduksi Natrium Tiosulfat dalam Penentuan Kadar Besi secara Spektrofotometri UV-Vis*. Surabaya : Skripsi Kimia FMIPA ITS.
- Atmajadiningrum, Irma. 2014. *Pengaruh Penambahan Ion K^+ dalam Analisa Besi(II) dengan Pengompleks 1,10-Fenantrolin pada pH 4,5 menggunakan Spektrofotometer UV-Vis*. Surabaya : Skripsi Kimia FMIPA ITS.
- Basset, J., Denny, R.C., Jeffery, G.H., Mendham, J.. 1991. *Buku Ajar Vogel : Kimia Analisa Kuantitatif Anorganik*. Jakarta : Penerbit Buku Kedokteran EGC.
- Bazzi, Ali., Kreuz, Bette., and Jeffrey Fischer. *Determination of Calcium in Cereal with Flame Atomic Absorption Spectroscopy*. Dearborn : University of Michigan-Dearborn.
- Brady, James. 2002. *Kimia Universitas : Asas dan Struktur Jilid II*. Jakarta : Binarupa Aksara.
- Budiman, Harry., Krismatuti, Fransiska S.H., dan Nuryatini. 2010. *Penentuan Kandungan Besi dalam Contoh Makanan Menggunakan Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrophotometry dalam Uji Profisiensi*

FNRI-DOST. Banten : Pusat Penelitian Kimia Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia.

Cahyono, Prima Hendri. 2012. *Makalah Gizi "Zat Besi"*. Yogyakarta : Skripsi Fakultas Ilmu Keolahragaan Universitas Negeri Yogyakarta.

Dewi, Diana Candra. 2012. Determinasi Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Makanan Kaleng Menggunakan Destruksi Basah dan Destruksi Kering. *Alchemy, Vol 2 No. 1 Oktober 2012, hal 12-25*.

Dianawati, Sisca. 2013. "Studi Gangguan Ag(I) dalam Analisa Besi dengan Pengompleks 1,10-Fenantrolin pada pH 4,5 secara Spektrofotometri UV-Vis". Surabaya : Institut Teknologi Sepuluh Nopember. *Jurnal Sains dan Seni POMITS Vol.2, No.2,(2013) 2337-3520 (2301-928X Print)*.

Harisman, Ferry Riyanto. 2013. *Analisa Kadar Total Besi dalam Tablet Multivitamin Penambah Darah menggunakan Spektrofotometri UV-Vis*. Surabaya : Rancangan Tugas Akhir Kimia FMIPA ITS.

Harisman, Ferry Riyanto. 2014. *Pengaruh Waktu Penggilingan terhadap Kadar Zat Besi dalam Ampas Sari Kedelai Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis*. Surabaya : Skripsi Kimia FMIPA ITS.

Hartono, Elina., Susilowati, Dyah., Sarastriningsih. 2010. "Analisa Besi (Fe) dalam Air Sumur di Daerah Kergan, Sukoharjo secara Spektrofotometri Serapan Atom". Surakarta : Universitas Setia Budi. *Jurnal Farmasi Indonesia, Vol 7 (1) : 12-17*.

Ianni, C., Ruggieri N., Rivaro P., Frache R.. 2001. "Evaluation and Comparison of Two Selective Extraction Procedures

for Heavy Metals Speciation in Sediments”. *Journal Analytical Sciences*, 17.

Khopkar. 1990. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta : UI Press.

Kristianingrum, Susila. 2012. “Kajian Berbagai Proses Destruksi Sampel dan Efeknya”. *Prosiding Seminar Nasional Penelitian, Pendidikan dan Penerapan MIPA Universitas Negeri Yogyakarta*.

Kurnianingsih, Dini., Nadia, Nurdiniyati., Nuha, Nurfitriia Ulin., Andarini, Ritonga Anggi., Imam, Safii. 2013. *Preparasi Sampel untuk Analisis Mineral*. Bogor : Institut Pertanian Bogor.

Lestari, Listiana Cahya., dkk. 2013. *Penentuan Kadar Besi dalam Tablet S dengan Metode Penambah Standar dan Metode Spektrofotometri Serapan Atom*. Bogor : Institut Pertanian Bogor.

Lukita, Ricma Dewi Lila. 2014. *Penentuan Kondisi Optimum pada Pembentukan Kompleks Fe(III)-1,10-Fenantrolin dengan Spektrofotometri UV-Vis*. Surabaya : Skripsi Kimia FMIPA ITS.

Maria, Sanni. 2009. *Penentuan Kadar Logam Besi dalam Tepung Gandum dengan Cara Destruksi Basah dan Kering dengan Spektrofotometri Serapan Atom*. Medan : Skripsi FMIPA USU.

Marzuki, Asnah., Yushinta Fujaya., Muhammad Rusyidi., Haslina. 2013. “Analisa Kandungan Kalsium (Ca) dan Besi pada Kepiting Bakau (*Scylla olivaceae*) Cangkang Keras dan Cangkang Lunak dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom”. Makassar : Universitas Hasanuddin. *Majalah Farmasi dan Farmakologi*, Vol 17 (2) : 31–34.

Moehji, Sjahmien. 1992. *Penyelenggaraan Makanan Institusi dan Jasa Boga*. Jakarta : Bhratara.

Raimon. 1993. "Perbandingan Metode Destruksi Basah dan Kering secara Spektrofotometri Serapan Atom". *Lokakarya Nasional Jaringan Kerjasama Kimia Analitik Indonesia*.

Rifki, Andreana. 2013. *Pengaruh Penambahan Al(III) dalam Penentuan Analisa Fe(II) pada pH 4,5 dengan Pengompleks 1,10-Fenantrolin secara Spektrofotometri Sinar Tampak*. Surabaya : Skripsi Kimia FMIPA ITS.

Rivai, Harrizul. 1995. *Asas Pemeriksaan Kimia*. Jakarta : UI Press.

Sa'adah, Zumrotus., Alauhdin, Mohammad., Susilaningsih, Endang. 2014. "Perbandingan Metode Destruksi Kering dan Basah untuk Analisa Zn dalam Susu Bubuk". *Indo J. Chem. Sci.* 3 (3).

Setiyawati, Evi Tugas. 2009. *Studi Pengaruh Agen Penopeng antara EDTA dan Tartrat pada Analisa Besi menggunakan Pengompleks 1,10-Fenantrolin secara Spektrofotometri UV-Vis pada pH 8,0*. Surabaya : Skripsi Kimia FMIPA ITS.

Setiyowati. 2009. *Validasi dan Pengembangan Penetapan Kadar Tablet Besi (II) Sulfat dengan Spektrofotometri Visibel dan Serimetri sebagai Pembanding*. Surakarta : Skripsi Universitas Muhammadiyah Surakarta.

Skoog, D.A., D.M. West and F.J. Holler. 1998. *Fundamentals of Analytical Chemistry 8th Edition*. Inggris : Brooks/Cole-Thomson Learning.

Soebroto, Ikhsan. 2009. *Cara Mudah Mengatasi Problem Anemia*. Yogyakarta : Bangkit.

Sukardjo, P.D. 1992. *Kimia Koordinasi*. Jakarta : PT. Rineka Cipta.

Sumardi. 1981. "Metode Destruksi Contoh Secara Kering dalam Analisa Unsur-unsur Fe, Cu, Mn, dan Zn dalam Contoh-contoh Biologis". *Proseding Seminar Nasional Metode Analisa, Lembaga Kimia Nasional LIPI*.

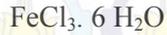
Svehla, G. 1985. *Vogel : Buku Teks Analisa Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro*. Jakarta : PT. Kalman Media Pustaka.

Underwood, A.L., R.A. Day. 1999. *Analisa Kimia Kuantitatif Edisi Kelima*. Jakarta : Erlangga.

LAMPIRAN

A. Skema Penelitian



B. Skema Kerja**B.1. Pembuatan Larutan Standar Fe(III) 100 ppm**

- Ditimbang sebanyak 0,0483 gram
- Dimasukkan dalam gelas beker
- Dilarutkan dengan sedikit aqua DM
- Dimasukkan dalam labu ukur 100 mL
- Ditambahkan aqua DM hingga tanda batas

Larutan Fe(III) 100 ppm

B.2. Pembuatan Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm

- Ditimbang sebanyak 0,0157 gram
- Dimasukkan dalam gelas beker
- Dilarutkan dengan sedikit aqua DM
- Dimasukkan dalam labu ukur 100 mL
- Ditambahkan aqua DM hingga tanda batas

Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm

B.3. Pembuatan Larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm

1,10-fenantrolin

- Ditimbang sebanyak 0,1000 gram
- Dimasukkan dalam gelas beker 100 mL
- Dilarutkan dengan 50 mL aqua DM
- Dipanaskan dengan suhu 60°C hingga larut
- Dimasukkan dalam labu ukur 100 mL
- Ditambahkan aqua DM hingga tanda batas

Larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm

B.4. Pembuatan Larutan Buffer Asetat pH 4,5

CH_3COONa

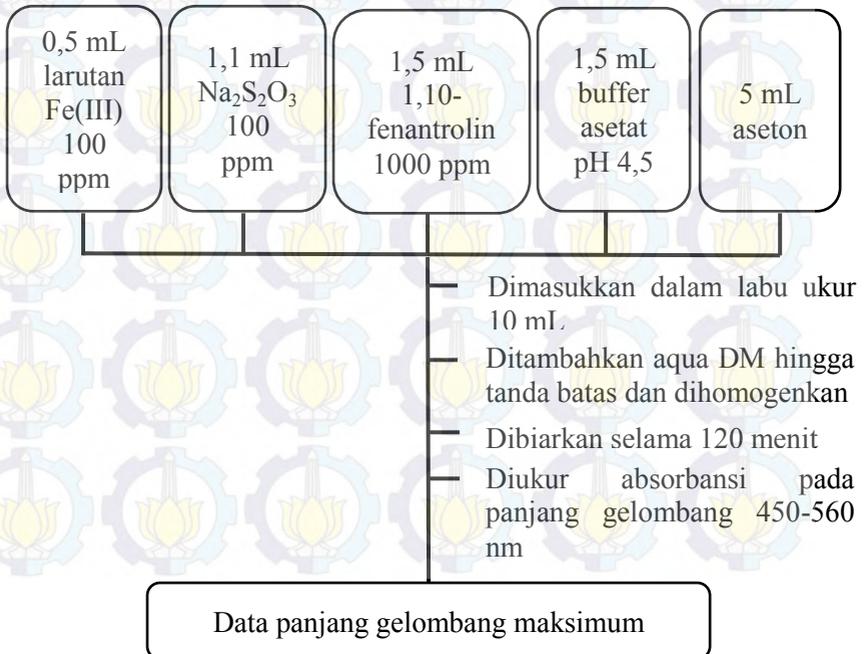
- Ditimbang sebanyak 3,8554 gram
- Dimasukkan dalam gelas beker 100 mL
- Dilarutkan dengan sedikit aqua DM
- Dimasukkan dalam labu ukur 100 mL
- Ditambahkan 5 mL CH_3COOH
- Ditambahkan aqua DM hingga tanda batas
- Diukur menggunakan pH meter digital

Larutan buffer pH 4,5

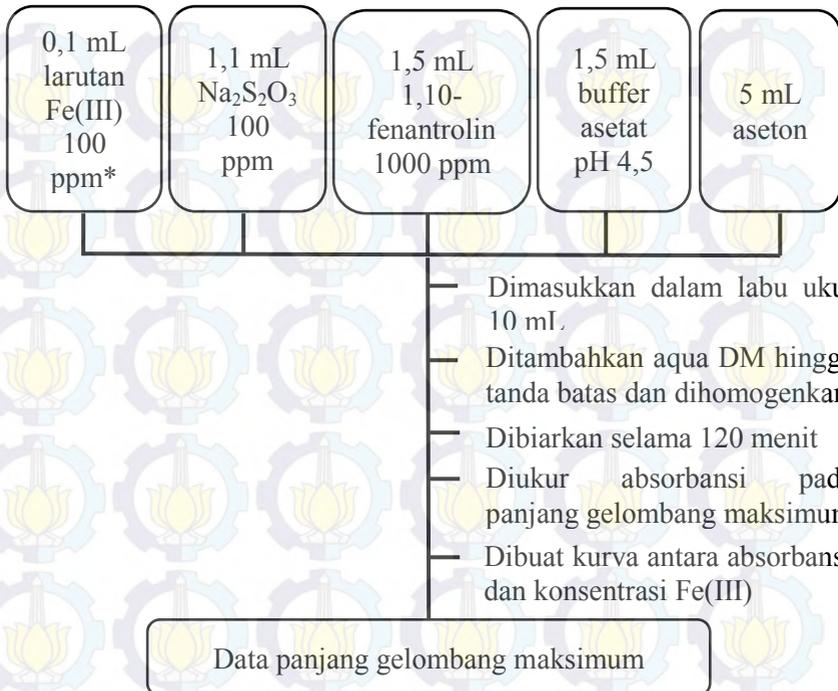
B.5. Pembuatan Larutan Blanko



B.6. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum



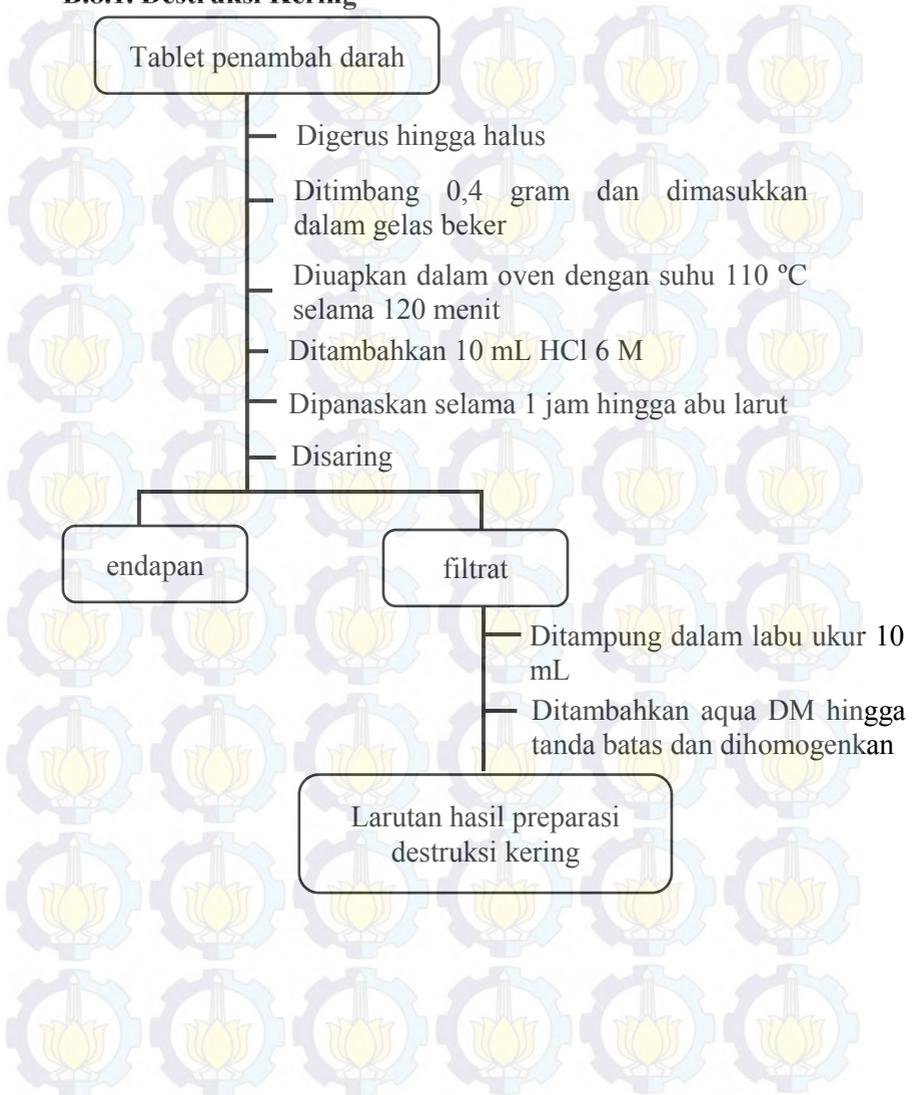
B.7. Pembuatan Kurva Kalibrasi



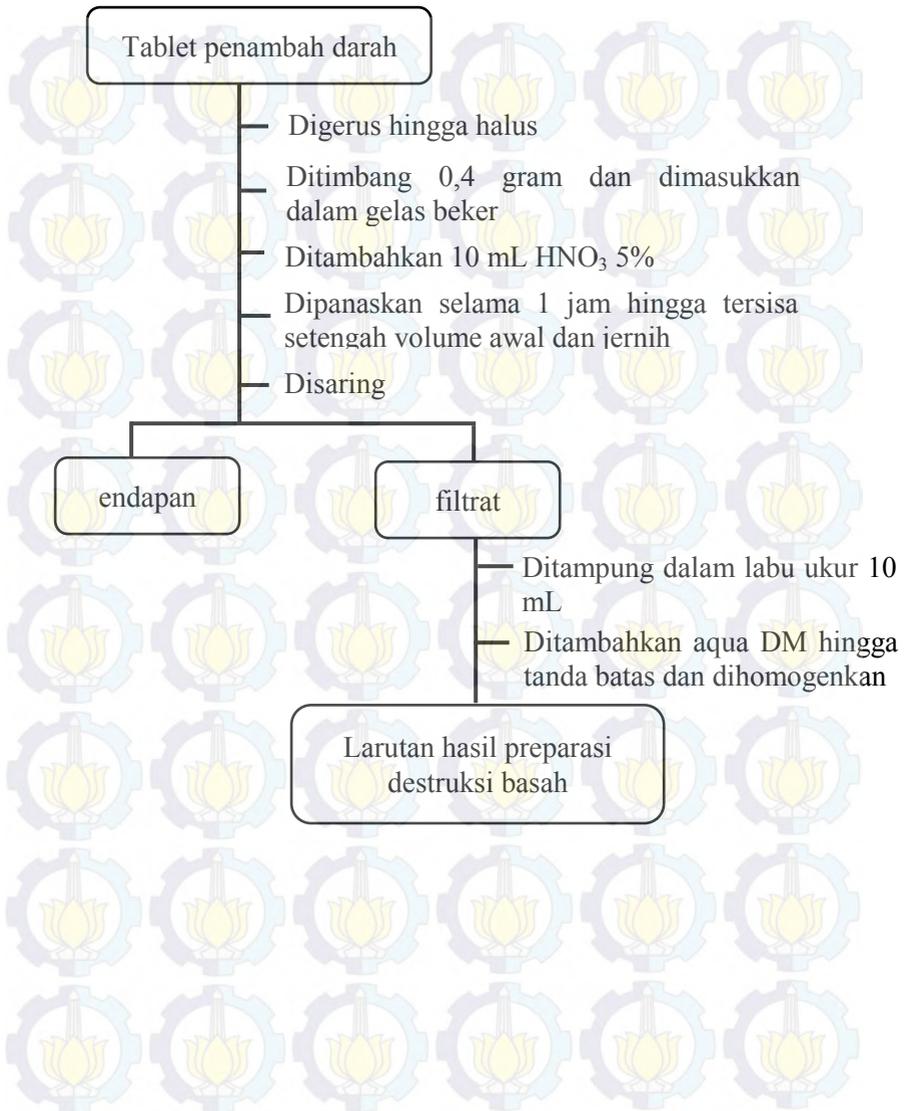
*Variasi volume yang digunakan 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; dan 0,5 mL

B.8. Preparasi Sampel

B.8.1. Destruksi Kering

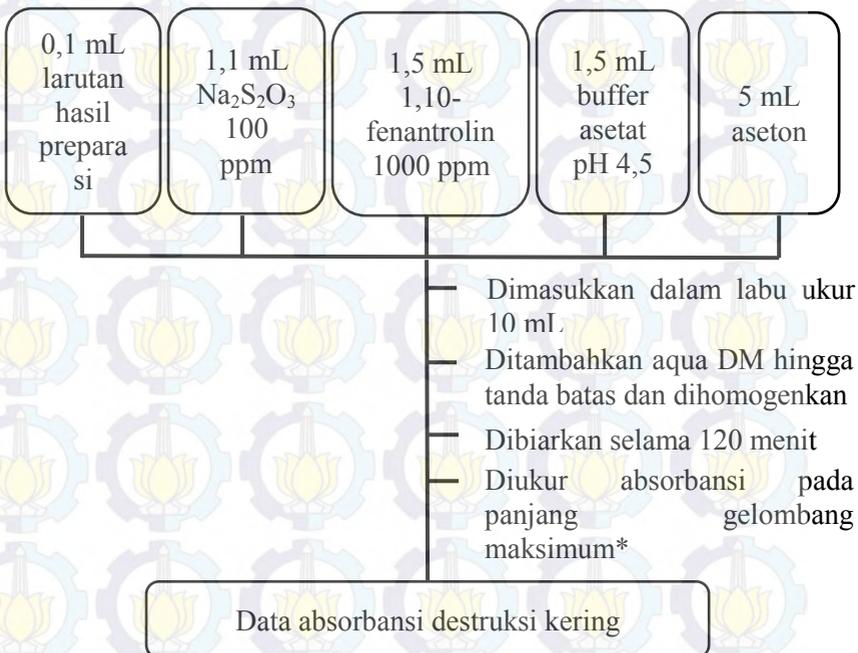


B.8.2. Destruksi Basah

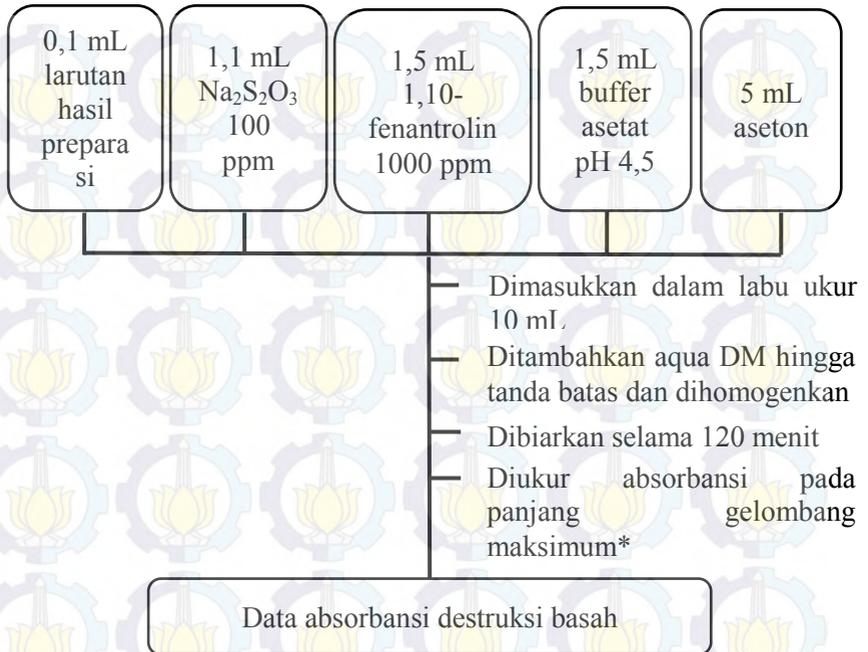


B.9. Penentuan Kadar Fe

B.9.1. Destruksi Kering



*pengukuran dilakukan sebanyak 3 kali

B.9.2. Destruksi Basah

*pengukuran dilakukan sebanyak 3 kali

C. Perhitungan Pembuatan Larutan

C.1. Pembuatan Larutan Standar Fe(III) 100 ppm

Larutan standar Fe(III) 100 ppm dibuat dari padatan kristal $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang dilarutkan dalam 100 mL aqua DM. Perhitungan berat $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dapat dilihat sebagai berikut.

$$\frac{\text{ppm Fe}}{\text{ppm FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} = \frac{\text{Ar Fe}}{\text{Mr FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}$$

$$\text{ppm} = \frac{\text{ppm Fe} \times \text{Mr FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{\text{Ar Fe}}$$

$$\text{ppm} = \frac{100 \text{ ppm} \times 270,5 \text{ gr/mol}}{56 \text{ gr/mol}}$$

$$\text{ppm} = 483,035 \text{ ppm} = 483,035 \text{ mg/L}$$

$$\text{ppm} = \frac{\text{massa FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{\text{volume aqua DM}}$$

$$483,035 \text{ mg/L} = \frac{\text{massa FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{100 \text{ mL}}$$

$$\text{massa FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 483,035 \text{ mg/L} \times 0,1 \text{ L}$$

$$\text{massa FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 48,3035 \text{ mg}$$

$$\text{massa FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 0,0483 \text{ gram}$$

C.2. Pembuatan Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm

Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm dibuat dari padatan kristal $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ yang dilarutkan dalam 100 mL aqua DM. Perhitungan berat $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dapat dilihat sebagai berikut.

$$\text{ppm} = \frac{\text{massa}}{\text{volume aqua DM}}$$

$$156,92 \text{ mg/L} = \frac{\text{massa FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{100 \text{ mL}}$$

$$\text{massa} = 156,92 \text{ mg/L} \times 0,1 \text{ L}$$

$$\text{massa} = 15,692 \text{ mg}$$

$$\text{massa} = 0,0157 \text{ gram}$$

C.3. Pembuatan Larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm

Larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm dibuat dari padatan 1,10-fenantrolin anhidrat yang dilarutkan dalam 100 mL aqua DM. Perhitungan berat 1,10-fenantrolin dapat dilihat sebagai berikut.

$$\text{ppm} = \frac{\text{massa 1,10-fenantrolin}}{\text{volume aqua DM}}$$

$$1000 \text{ mg/L} = \frac{\text{massa}}{100 \text{ mL}}$$

$$\text{massa} = 1000 \text{ mg/L} \times 0,1 \text{ L}$$

$$\text{massa} = 100 \text{ mg}$$

$$\text{massa} = 0,1 \text{ gram}$$

C.4. Pembuatan Larutan Buffer Asetat pH 4,5

Larutan buffer asetat pH 4,5 dibuat dari padatan natrium asetat (CH_3COONa) yang dilarutkan dalam 5 mL asam asetat glasial (CH_3COOH) dan sejumlah aqua DM. Perhitungannya dapat dilihat berikut ini.

$$- \times \rho \text{ CH}_3\text{COOH}$$

$$1 \times 1,049 \text{ kg/L}$$

$$1,049 \text{ kg/L}$$

$$1049 \text{ gram/L}$$

Konsentrasi tersebut selanjutnya diubah dalam bentuk molaritas (M),

$$M = \frac{1049 \text{ gram/L}}{Mr}$$

$$M = \frac{1049 \text{ gram/L}}{60,05 \text{ gram/mol}}$$

$$M = 0,017 \text{ mol/mL}$$

$$M = 17 \text{ mol/L}$$

Dari CH_3COOH diambil sebanyak 5 mL dan diencerkan dalam 100 mL larutan sehingga dapat diketahui mol CH_3COOH , dengan perhitungan sebagai berikut.

$$M1 \cdot V1 = M2 \cdot V2$$

$$M1 \cdot 100 \text{ mL} = 17 \text{ mol/L} \cdot 5 \text{ mL}$$

$$M1 = 0,85 \text{ M}$$

$$\text{mol} = M \cdot V$$

$$\text{mol} = 0,85 \text{ M} \cdot 100 \text{ mL}$$

$$\text{mol} = 0,085 \text{ mol}$$

Selanjutnya dapat dihitung mol CH_3COONa dan massanya yang dibutuhkan untuk membuat buffer pH 4,5.

$$[\text{H}^+] = K_a \times \left(\frac{\text{mol CH}_3\text{COOH}}{\text{mol CH}_3\text{COONa}} \right)$$

$$10^{-4,5} = 1,75 \times 10^{-5} \cdot \left(\frac{0,085 \text{ mol}}{\text{mol CH}_3\text{COONa}} \right)$$

$$\text{mol CH}_3\text{COONa} = 0,047 \text{ mol}$$

$$\text{mol CH}_3\text{COONa} = \frac{\text{massa CH}_3\text{COONa}}{\text{Mr CH}_3\text{COONa}}$$

$$0,047 \text{ mol} = \frac{\text{massa CH}_3\text{COONa}}{82,03 \text{ gram/mol}}$$

$$\text{massa CH}_3\text{COONa} = 3,8554 \text{ gram}$$

D. Hasil Pengukuran Panjang Gelombang Maksimum

Tabel D.1 Data absorbansi pada panjang gelombang 450 – 600 nm

λ (nm)	Absorbansi	λ (nm)	Absorbansi
450	0,129	480	0,164
451	0,130	481	0,165
452	0,132	482	0,167
453	0,133	483	0,168
454	0,133	484	0,168
455	0,135	485	0,166
456	0,136	486	0,165
457	0,138	487	0,168
458	0,138	488	0,168
459	0,141	489	0,167
460	0,143	490	0,168
461	0,142	491	0,169
462	0,143	492	0,170
463	0,145	493	0,169
464	0,147	494	0,169
465	0,148	495	0,171
466	0,150	496	0,173
467	0,151	497	0,174
468	0,152	498	0,174
469	0,154	499	0,174
470	0,155	500	0,175
471	0,156	501	0,176
472	0,158	502	0,177
473	0,159	503	0,178
474	0,160	504	0,179
475	0,161	505	0,180
476	0,163	506	0,180
477	0,163	507	0,181
478	0,164	508	0,181
479	0,164	509	0,183

Tabel D.2 Data absorbansi pada panjang gelombang 450 – 600 nm (lanjutan)

λ (nm)	Absorbansi	λ (nm)	Absorbansi
510	0,182	536	0,107
511	0,182	537	0,103
512	0,181	538	0,098
513	0,180	539	0,093
514	0,179	540	0,089
515	0,179	541	0,085
516	0,177	542	0,079
517	0,176	543	0,074
518	0,175	544	0,070
519	0,172	545	0,065
520	0,169	546	0,062
521	0,167	547	0,057
522	0,164	548	0,052
523	0,160	549	0,048
524	0,158	550	0,045
525	0,154	551	0,042
526	0,152	552	0,038
527	0,148	553	0,036
528	0,144	554	0,032
529	0,140	555	0,029
530	0,134	556	0,027
531	0,130	557	0,024
532	0,125	558	0,021
533	0,122	559	0,020
534	0,116	560	0,018
535	0,111		

E. Perhitungan Kurva Kalibrasi dan Analisa Regresi

Hasil pengukuran larutan standar Fe(II) menggunakan spektrofotometer UV-Vis dapat dilihat pada Tabel berikut ini.

Tabel E.1 Data absorbansi larutan standar Fe(II)

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
0	0
1	0,130
2	0,206
3	0,325
4	0,400
5	0,517

Dari data absorbansi ai atas, maka dapat dilakukan analisa regresi untuk menilai apakah data yang didapat memiliki regresi yang linier. Perhitungan analisa regresi dapat dilihat pada tabel E.2 sebagai berikut.

Tabel E.2 Perhitungan analisa regresi larutan standar

No.	X	Y	XY	X ²	Y ²
1.	0	0	0	0	0
2.	1	0,130	0,130	1	0,016900
3.	2	0,206	0,412	4	0,042436
4.	3	0,325	0,975	9	0,105625
5.	4	0,400	1,600	16	0,160000
6.	5	0,517	2,585	25	0,267289
Jumlah	15	1,578	5,702	55	0,59225

$$\begin{aligned}
 a &= \frac{n(\sum XY) - (\sum X)(\sum Y)}{n(\sum X^2) - (\sum X)^2} \\
 &= \frac{6(5,702) - (15)(1,578)}{6(55) - (15)^2} \\
 &= \frac{10,542}{105} \\
 &= 0,1004
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 b &= \frac{(\sum Y)(\sum X^2) - (\sum X)(\sum XY)}{n(\sum X^2) - (\sum X)^2} \\
 &= \frac{(1,578)(55) - (15)(5,702)}{6(55) - (15)^2} \\
 &= \frac{1,26}{105} \\
 &= 0,012
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 r &= \frac{n(\sum XY) - (\sum X)(\sum Y)}{\{[(n(\sum X^2) - (\sum X)^2)][n(\sum Y^2) - (\sum Y)^2]\}^{1/2}} \\
 &= \frac{6(5,702) - (15)(1,578)}{\{[(6(55) - (15)^2)][6(0,59225) - (1,578)^2]\}^{1/2}} \\
 &= \frac{10,542}{10,5669} \\
 &= 0,9976
 \end{aligned}$$

Persamaan regresi adalah $y = ax + b$, sehingga $y = 0,1004x + 0,012$ dengan nilai $r = 0,9976$

Perhitungan selanjutnya adalah perhitungan t_{hitung} dan derajat kebebasan, yang dapat dilihat dibawah ini.

$$\begin{aligned}t_{hitung} &= \frac{|r|\sqrt{(n-2)}}{\sqrt{(1-r^2)}} \\ &= \frac{|0,9976|\sqrt{(6-2)}}{\sqrt{(1-0,9976^2)}} \\ &= \frac{1,9952}{0,06924} \\ &= 28,8157\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Derajat kebebasan (df)} &= n - 1 \\ &= 6 - 1 \\ &= 5\end{aligned}$$

Pernyataan :

H_0 = tidak terdapat korelasi antara sumbu x (konsentrasi) dengan sumbu y (absorbansi)

H_1 = terdapat korelasi antara sumbu x (konsentrasi) dengan sumbu y (absorbansi)

Tabel E.3 Tabel uji t

Nilai t untuk selang	90 %	95 %	98 %	99 %
Nilai kritis t pada harga P	0,10	0,05	0,02	0,01
Derajat				
1	6,31	1,17	3,86	63,66
2	2,92	4,30	6,96	9,92
3	2,35	3,18	4,54	5,84
4	2,13	2,78	3,75	4,60
5	2,02	2,57	3,36	4,03
6	1,94	2,45	3,14	3,71
7	1,89	2,36	3,00	3,50
8	1,86	2,31	2,90	3,36
9	1,83	2,26	2,82	3,25
10	1,81	2,23	2,76	3,17
12	1,78	2,18	2,68	3,05
14	1,76	2,14	2,62	2,98
16	1,75	2,12	2,58	2,92
18	1,73	2,10	2,55	2,88
20	1,72	2,09	2,53	2,85
30	1,70	2,04	2,46	2,75
50	1,68	2,01	2,40	2,68
∞	1,64	1,94	2,33	2,58

F. Perhitungan Konsentrasi Sampel

Hasil pengukuran sampel dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis dapat dilihat pada Tabel F.1.

Tabel F.1 Absorbansi sampel

Sampel	Absorbansi			Rata-rata
	1	2	3	
Destruksi Basah	0,097	0,112	0,122	0,112
Destruksi Kering	0,275	0,281	0,283	0,280

Dari absorbansi yang didapatkan tersebut, kemudian dapat dihitung konsentrasi dari sampel untuk masing-masing destruksi, yang dapat dilihat pada Tabel F.2. Pada perhitungan konsentrasi destruksi basah, konsentrasi yang didapatkan dikalikan 10 karena adanya pengaruh faktor pengenceran ketika pengukuran absorbansi sampel.

Tabel F.2 Perhitungan konsentrasi sampel

Destruksi Basah	Destruksi Kering
$y = 0,1004x + 0,012$ $0,112 = 0,1004x + 0,012$ $0,100 = 0,1004x$ $x = 0,996 \text{ ppm} \times 10$ $= 9,960 \text{ ppm}$	$y = 0,1004x + 0,012$ $0,280 = 0,1004x + 0,012$ $0,268 = 0,1004x$ $x = 2,669 \text{ ppm}$

G. Perhitungan Kadar Fe dalam Sampel dan Persentase Besi Terukur

Dari perhitungan di atas, maka dapat dihitung kadar Fe dalam sampel dan % Fe terukur, yang dapat dilihat pada perhitungan berikut.

G.1. Destruksi Basah

$$\begin{aligned} \text{Konsentrasi terukur} &= 9,960 \text{ mg/L} \\ \text{Volume terukur} &= 10 \text{ mL} = 0,01 \text{ L} \\ \text{Faktor Pengenceran (FP)} &= 1000 \\ \text{Massa sampel} &= 0,42 \text{ gram} = 420 \text{ mg} \end{aligned}$$

Sehingga dapat dihitung kadar besi dalam sampel dan % besi terukur dengan rumus berikut.

$$\begin{aligned} \text{Kadar Fe (mg)} &= \text{konsentrasi terukur} \times \text{volume terukur} \times \text{FP} \\ &= 9,960 \text{ mg/L} \times 0,01 \text{ L} \times 1000 \\ &= 99,6 \text{ mg} \end{aligned}$$

$$\frac{\text{konsentrasi terukur} \times \text{volume terukur} \times \text{FP}}{\text{Massa sampel}}$$

$$= \frac{99,6 \text{ mg}}{420 \text{ mg}}$$

=

%

$$= \frac{99,6}{420} \times 100\%$$

$$= 23,7 \%$$

G.2. Destruksi Kering

$$\begin{aligned} \text{Konsentrasi terukur} &= 2,669 \text{ mg/L} \\ \text{Volume terukur} &= 10 \text{ mL} = 0,01 \text{ L} \\ \text{Faktor Pengenceran (FP)} &= 1000 \\ \text{Massa sampel} &= 0,42 \text{ gram} = 420 \text{ mg} \end{aligned}$$

Sehingga dapat dihitung kadar besi dalam sampel dan % besi terukur dengan rumus berikut.

$$\begin{aligned} \text{Kadar Fe} &= \text{konsentrasi terukur} \times \text{volume terukur} \times \text{FP} \\ &= 2,669 \text{ mg/L} \times 0,01 \text{ L} \times 1000 \\ &= 26,69 \text{ mg} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} & \frac{\text{konsentrasi terukur} \times \text{volume terukur} \times \text{FP}}{\text{...}} \\ &= \text{---} \\ &= \text{---} \\ \% & \text{---} \\ &= \text{---} \\ &= 6,36 \% \end{aligned}$$

Data lengkap dan hasil perhitungan dapat dilihat pada Tabel G.1.

Tabel G.1 Data hasil perhitungan sampel

Sampel	Absorbansi	Konsentrasi (ppm)	Volume Terukur (mL)	Massa Sampel (gram)	Kadar Fe (mg)	Kadar Fe (ppm)	% Fe Terukur
Destruksi Basah	0,112	9,960	10	0,42	99,6	237142,86	23,7
Destruksi Kering	0,280	2,669	10	0,42	26,69	63547,62	6,36

BIODATA PENULIS



Penulis bernama Suerni Kurniawati yang dilahirkan di Jombang pada tanggal 23 April 1994. Penulis merupakan anak kedua dari dua bersaudara. Penulis pernah menempuh pendidikan di SDN Darurejo I Plandaan, SMPN 2 Plandaan, dan SMAN Ploso. Penulis melanjutkan pendidikan tinggi di Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (MIPA) Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)

melalui jalur SNMPTN pada tahun 2012 dan terdaftar sebagai mahasiswa Kimia ITS dengan NRP 1412100082. Penulis pernah melakukan kerja praktik di Pusat Penelitian Kimia Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) Bandung. Selama menempuh pendidikan di ITS, penulis aktif berorganisasi. Penulis pernah menjabat sebagai staff Departemen Sosial Himpunan Mahasiswa Kimia (HIMKA) ITS periode 2013/2014 dan sekretaris Departemen Sosial Himpunan Mahasiswa Kimia (HIMKA) periode 2014/2015. Penulis menyelesaikan pendidikannya di Jurusan Kimia FMIPA ITS dengan mengambil tugas akhir yang berjudul “Perbandingan Kadar Fe(II) dalam Tablet Penambah Darah secara Spektrofotometri UV-Vis yang Dipreparasi Menggunakan Metode Destruksi Basah dan Destruksi Kering” yang dibimbing oleh Bapak Djarot Sugiarto. Penulis dapat diajak berdiskusi mengenai tugas akhir maupun topik lainnya dan dapat dihubungi melalui email suernikurniawati@ymail.com.