



SKRIPSI

**PERBANDINGAN METODE ANALISIS
PERMANGANOMETRI DAN SERIMETRI
DALAM PENETAPAN KADAR BESI (II)**

**FRISCHA ANDHIKA PUTRA
NRP. 1412 100 097**

**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

**COMPARATIVE ANALYSIS METHOD OF
PERMANGANOMETRY AND SERIMETRY
TO DETERMINATION CONCENTRATION
OF IRON (II)**

**FRISCHA ANDHIKA PUTRA
NRP. 1412 100 097**

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

**CHEMISTRY DEPARTMENT
FACULTY OF MATHEMATICS AND NATURAL SCIENCES
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2016**

HALAMAN PENGESAHAN


**PERBANDINGAN METODE ANALISIS
PERMANGANOMETRI DAN SERIMETRI DALAM
PENETAPAN KADAR BESI (II)**

SKRIPSI

**FRISCHA ANDHIKA PUTRA
NRP. 1412 100 097**

Surabaya, 27 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 METODE ANALISIS PERMANGANOMETRI DAN SERIMETRI DALAM PENETAPAN KADAR BESI (II)

Nama : Frischa Andhika Putra
NRP : 1412100097
Jurusan : Chemistry
Pembimbing : Drs. R. Djarot Sugiarso K.S., M.S.

Abstrak

Telah dilakukan penelitian mengenai perbandingan metode permanganometri dan serimetri dalam menentukan kadar besi(II). Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui metode titrasi yang lebih efektif dalam menentukan kadar besi(II). Penetapan kadar besi dilakukan pada larutan Fe (II) yang telah diketahui konsentrasinya. Larutan Fe (II) yang digunakan adalah larutan dengan konsentrasi Fe (II) sebesar 5 ppm. Pengukuran dilakukan dengan mentitrasi larutan Fe (II) 5 ppm dengan menggunakan dua metode berbeda yakni permanganometri dan serimetri. Pada metode permanganometri larutan Fe (II) 5 ppm dititrasi menggunakan larutan permanganat, sedangkan pada metode serimetri larutan Fe (II) 5 ppm dititrasi menggunakan Larutan Ce (IV). Kadar besi yang terukur dengan metode permanganometri sebesar 4,8561 ppm dengan % recovery sebesar 97,122%, sedangkan kadar besi yang terukur dengan metode serimetri sebesar 4,8649 ppm dengan % recovery sebesar 97,298%. Hal ini menunjukkan bahwa keduanya merupakan metode yang sama baik dalam menentukan kadar Fe (II).

Kata kunci : Serimetri; permanganometri; titrasi; Fe(II); permanganat; Ce(IV)

COMPARATIVE ANALYSIS METHOD OF PERMANGANOMETRY AND SERIMETRY TO DETERMINATION CONCENTRATION OF IRON (II)

Name : Frischa Andhika Putra
NRP : 1412100097
Department : Chemistry
Advisor : Drs. R. Djarot Sugiarso K.S., M.S.

Abstract

Observation about comparison methods of permanganometry and serimetry to determine the concentration of iron (II) has been done. This study was conducted to obtain the titration method which is more effective to determine concentration of iron (II). The concentration of iron (II) is observed on the solution of Fe (II) with a known concentration. The iron (II) concentration of solution is 5 ppm. Measurements were made by titrating a solution of Fe (II) 5 ppm by using two different methods that's named permanganometry and serimetry. In the permanganometry method, the solution of 5 ppm Fe (II) is titrated using the solution of permanganate, while the serimetry method, solution of Fe (II) is titrated using the solution of Ce (IV). The Iron Concentration which is measured by the permanganometry method is 4.8561 ppm and % recovery as 97.122%, while the iron concentration which is measured by the serimetry method is 4.8649 ppm and % recovery as 97.298%. This shows that both methods are equally good in determining the content of Fe (II).

Keywords : Serimetry; permanganometry; titration; Fe (II); permanganate; Ce (IV)

KATA PENGANTAR

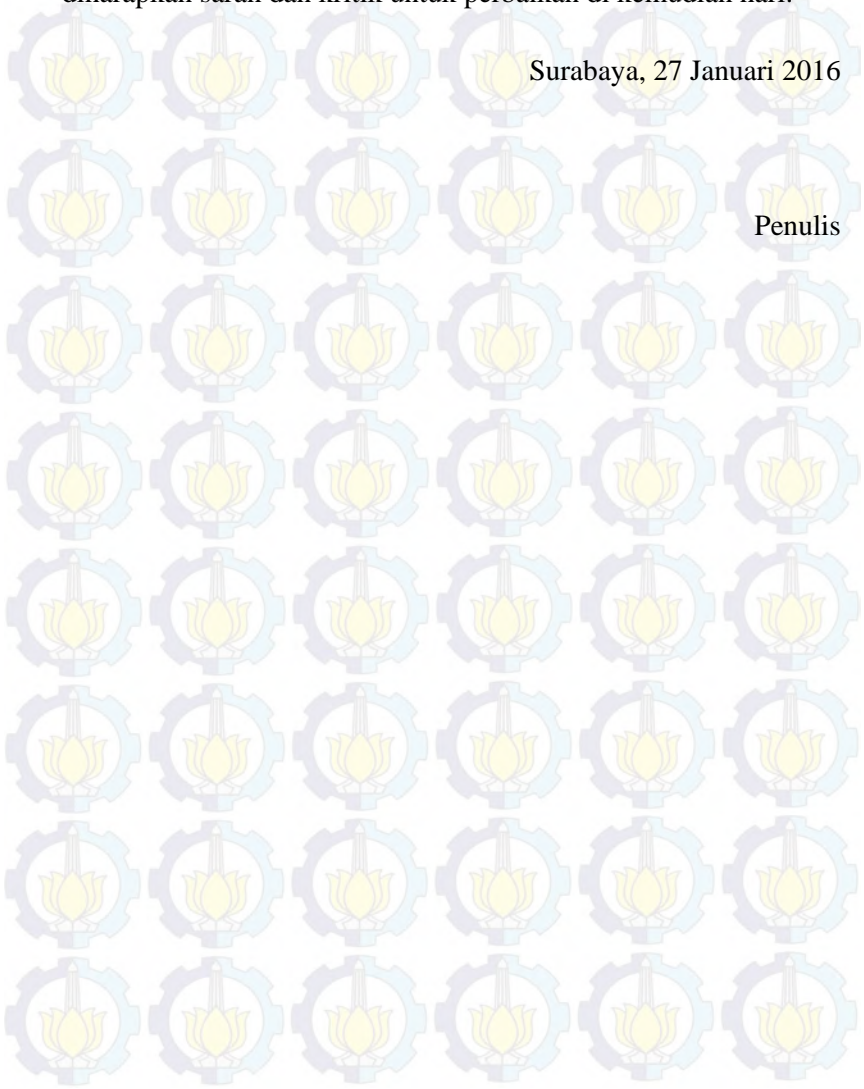
Puji syukur ke hadirat Allah SWT yang telah memberikan rahmat, taufik, dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan rancangan tugas akhir yang berjudul **“PERBANDINGAN METODE ANALISIS PERMANGANOMETRI DAN SERIMETRI DALAM PENETAPAN KADAR BESI (II)”** dapat diselesaikan dengan baik. Tulisan 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 Sugiarto K.S, M.S, selaku dosen pembimbing dan dosen wali 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. Orang tua dan keluarga yang selalu memberikan motivasi dan semangat.
5. Rahayu Alfarizky yang setia menyemangati dan memberikan motivasi selama proses pengerjaan.
6. Partner kerja di laboratorium, Suerni dan Tetha yang telah menemani dan membantu dalam banyak hal.
7. Sahabat terbaik saya, Rere, Erib, Aan, Gilang dan Masrul yang sudah banyak menghibur dan memberi motivasi.
8. Teman-teman SPECTRA, dan warga laboratorium Instrumen dan Sains analitik yang telah memberikan motivasi.

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

Surabaya, 27 Januari 2016

Penulis



DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PENGESAHAN.....	iv
ABSTRAK.....	vi
KATA PENGANTAR.....	viii
DAFTAR ISI.....	x
DAFTAR GAMBAR.....	xii
DAFTAR TABEL.....	xiii
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1. Latar Belakang.....	1
1.2. Rumusan Masalah.....	2
1.3. Batasan Masalah.....	2
1.4. Tujuan Penelitian.....	3
1.5. Manfaat.....	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1. Besi.....	5
2.2. Ligan 1,10 Fenantrolin.....	6
2.3. Senyawa Kompleks.....	6
2.4. Senyawa Kompleks Fe(II)-O-Fenantrolin.....	7
2.5. Metode Titrimetri.....	9
2.5.1. Permanganometri.....	11
2.5.2. Serimetri.....	12
2.6. Metode Validasi.....	14
2.6.1. Akurasi.....	14
2.6.2. Presisi.....	15
BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....	17
3.1. Alat dan Bahan.....	17
3.2. Prosedur Kerja.....	17
3.2.1. Pembuatan Larutan Stdandar Fe ²⁺ 50 ppm.....	17
3.2.2. Pembuatan Larutan H ₂ SO ₄ 6N.....	17

3.2.3. Pembuatan Larutan MnO_4^- 20 ppm.....	17
3.2.4. Pembuatan Larutan Ce^{4+} 100 ppm.....	18
3.2.5. Pembuatan Larutan $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ 50 ppm.....	18
3.2.6. Pembuatan Larutan Fe^{2+} 50 ppm.....	18
3.2.7. Standarisasi Larutan	19
3.2.7.1. Standarisasi Larutan MnO_4^-	19
3.2.7.2. Standarisasi Larutan Ce^{4+}	19
3.2.8. Penentuan Kadar Fe dengan Metode Permanganometri dan Serimetri.....	19
3.2.8.1. Metode Permanganometri.....	19
3.2.8.2. Metode Serimetri	20
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	21
4.1. Standarisasi Larutan KMnO_4	21
4.2. Standarisasi Larutan $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$	23
4.3. Perbandingan Metode Permanganometri dan Serimetri	26
BAB V KESIMPULAN	29
DAFTAR PUSTAKA	31
LAMPIRAN	35
BIODATA PENULIS	55

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Striktur Ligan Orto Fenantrolin.....	6
Gambar 2.2 Hibridisasi Kompleks Fe (II)-O-fenantrolin.....	8
Gambar 2.3 Reaksi pembentukan kompleks besi(II) fenantrolin..	9
Gambar 4.1 Larutan kalium permanganat.....	21
Gambar 4.2. Larutan asam oksalat yang telah dititrasi	22
Gambar 4.3. Reaksi pembentukan feroin	23
Gambar 4.4. (A) warna larutan setelah penambahan indikator, (B) warna larutan saat mendekati titik akhir titrasi, (C) warna larutan setelah dititrasi	24
Gambar 4.5 Larutan ferrous amonium sulfat yang telah dititrasi dengan serium (IV) sulfat	25

DAFTAR TABEL

Gambar 2.1 Striktur Ligan Orto Fenantrolin.....	6
Tabel B.7.1 Volume Larutan MnO_4^- yang digunakan pada saat standarisasi.....	45
Tabel B.8.1 Volume larutan Ce^{4+} yang digunakan pada saat standarisasi.....	46
Tabel B.9.1 Volume larutan MnO_4^- yang diperlukan pada saat titrasi sampel.....	47
Tabel B.10.1 Volume larutan Ce^{4+} yang digunakan pada saat titrasi sampel.....	49
Tabel B.11.1 Data analisa perolehan ppm kedua metode	50
Tabel B.11.2 Pengolahan data uji t metode permanganometri.....	50
Tabel B.11.3 Pengolahan data uji t metode serimetri.....	51
Tabel B.11.3 Tabel uji t.....	53

BAB I PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Besi merupakan logam sering dijumpai dalam kehidupan sehari-hari. Hal ini karena besi mempunyai berbagai macam kegunaan. Selain itu, besi merupakan logam terbanyak di dalam perut bumi setelah aluminium. Hal ini menyebabkan industri produksi besi berkembang cukup pesat (Canham dan Overtone, 2003). Logam besi memiliki sifat antara lain, memiliki kemampuan yang baik sebagai penghantar listrik (konduktor), penghantar panas, dapat membentuk *alloy* dengan logam lain, dapat ditempa dan dibentuk (Palar, 1994). Karena sifat-sifatnya yang khas ini maka logam ini cukup populer di dalam bidang industri. Tidak hanya itu, di bidang kesehatan besi juga terkandung dalam obat penambah darah. Obat penambah darah mempunyai ukuran dosis tertentu untuk dapat dikonsumsi oleh penderita anemia (Harisman, 2013). Zat besi yang diperlukan tubuh sekitar 150-300 mg per hari (Marzuki, 2013). Untuk mengatasi anemia, tubuh memerlukan asupan zat besi yang cukup karena jika berlebihan maka akan menyebabkan permeabilitas dinding pembuluh pembuluh darah kapiler meningkat, sehingga plasma darah merembes keluar yang mengakibatkan volume darah menurun dan hipoksia jaringan menyebabkan asidosis (Hartono, 2010). Oleh karena itu, diperlukan sebuah metode untuk menentukan kadar besi dalam suatu sampel.

Penentuan kadar besi ada berbagai macam, salah satunya adalah dengan metode titrimetri. Menurut buku Farmakope Indonesia, penetapan kadar besi dapat dilakukan dengan menggunakan metode serimetri (Depkes RI, 2009). Metode serimetri merupakan metode titrasi yang menggunakan prinsip

reaksi redoks di dalamnya. Metode ini memiliki kelebihan diantaranya adalah larutannya (serium (IV)sulfat) lebih stabil dalam penyimpanan, merupakan oksidator yang baik, larutannya kurang berwarna sehingga jelas pembacaan titik akhir dengan indikator (Mursyidi dan Rohman, 2006). Metode ini merupakan metode yang baik, namun metode serimetri ini menjadi jarang disukai karena bahannya yang tergolong mahal (Roth dan Blascke, 1998).

Melihat dari kekurangan metode serimetri yang bahannya tergolong mahal maka dalam penelitian ini akan ditelaah kembali kemungkinan menggunakan metode titrasi lain yang juga menggunakan prinsip reaksi redoks yaitu permanganometri. Permanganometri merupakan salah satu metode titrasi yang menggunakan prinsip reaksi reduksi dan oksidasi. Metode ini merupakan suatu metode yang sering digunakan karena permanganometri memiliki kelebihan antara lain Permanganometri merupakan oksidator kuat, tidak memerlukan indikator, mudah diperoleh dan terjangkau (Khopkar, 2003) Adapun kekurangan dari metode ini adalah larutan ini tidak stabil dalam penyimpanan, jadi harus sering dilakukan pembakuan (Mursyidi dan Rohman, 2006).

1.2. Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, maka permasalahan yang dapat dirumuskan dalam penelitian ini adalah Bagaimana perbandingan efektifitas dari metode permanganometri dan serimetri dalam menentukan kadar besi?

1.3. Batasan Masalah

Penelitian ini menggunakan larutan Stok besi (II) tanpa pengganggu ion lain kemudian dilakukan penetapan kadar besi

(II) dengan menggunakan metode permanganometri dan serimetri.

1.4. Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui efektifitas metode permanganometri dan serimetri dalam penentuan kadar besi (II).

1.5. Manfaat

Penelitian ini bermanfaat untuk mengetahui metode titrasi yang lebih baik pada analisis kadar besi (II).



Halaman ini sengaja dikosongkan

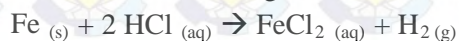
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Besi

Besi (Fe) dalam sistem periodik unsur termasuk logam transisi golongan VIII B dengan nomor atom 26, berat relatif 55,847 g/mol, konfigurasi elektron [Ar] 3d⁶ 4s² titik didih 2735 °C, densitas 7,783 g/cm³, elektronegatifitas 1,7, energi ionisasi 768 kJ/mol, berwarna keperakan dan dapat ditempa (Patnaik, 2003). Di alam, besi dapat berikatan dengan mineral lain yaitu oksigen dan sulfur. Sumber utama besi adalah hematit (Fe₂O₃) terdiri dari 69,94% Fe dan 30,06% O₂, magnetit (Fe₃O₄) terdiri dari 72,4% Fe dan 27,6% O₂, limonit (FeO(OH)) terdiri dari 62,9% Fe, 27% O₂, dan 10,1% H₂O, ilmenit (FeTiO₃) terdiri dari 36,8% Fe, 31,6% O₃ dan 31,6% Ti dan siderit (FeCO₃) terdiri dari 48,2% Fe dan 81,8% CO₂ (Agustina, 2007).

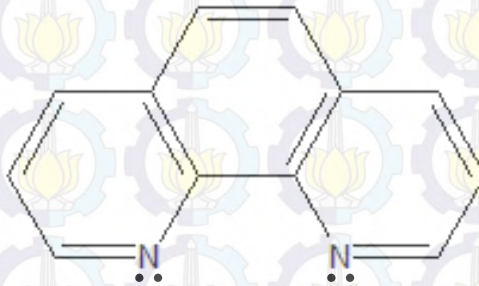
Besi merupakan logam berat yang secara alamiah berada di lingkungan akibat adanya pelapukan dari batuan. Besi sering dijumpai dalam bentuk bilangan oksidasi 2 dan 3 yaitu Fe(II) dan Fe(III), untuk Fe(II) disebut Ferro dan Fe(III) disebut Ferri (Vogel, 1990). Di alam Besi dalam bentuk Ferri lebih sering dijumpai daripada dalam bentuk Ferro, hal ini dikarenakan Besi dalam bentuk Ferri lebih stabil dibandingkan dalam bentuk ferro (Othmer, 1993). Garam Fe(II) memiliki warna yang sedikit agak kehijauan dalam bentuk larutannya, sedangkan garam Fe(III) menghasilkan warna kuning muda. Ion Fe(II) merupakan reduktor yang kuat sehingga mudah mengalami oksidasi menjadi Fe³⁺ pada suasana netral atau basa. (Svehla, 1985). Fe larut dalam HCl dengan membebaskan hidrogen dan membentuk FeCl₂.



Besi larut dalam asam nitrat menghasilkan ferronitrat, sedangkan bila dipanaskan akan menghasilkan ferrinitrat. Dengan adanya udara yang mengandung air maka besi mudah berkarat membentuk $\text{Fe}(\text{OH})_3$ (Agustina, 2007).

2.2. Ligan 1,10-fenantrolin

Ligan 1,10-Fenantrolin (phen) sering dijumpai dalam bentuk monohidratnya, dengan rumus molekul $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$. Phen merupakan bubuk kristal berwarna putih, mempunyai titik leleh antara $98\text{ }^\circ\text{C}$ – $100\text{ }^\circ\text{C}$, berat molekul 198,23 g/mol. Phen dapat membentuk molekul anhidratnya pada suhu $117\text{ }^\circ\text{C}$. Phen larut dalam air, benzena, alkohol, aseton, dan kloroform (Ueno *et.al*, 1992). Struktur dari ligan ini dapat dilihat pada gambar 2.1 berikut.



Gambar 2. 1 Struktur ligan orto-fenantrolin

2.3. Senyawa Kompleks

Senyawa kompleks merupakan senyawa yang terbentuk dari ikatan koordinasi antara ion pusat yang berupa ion logam dan ligan. Ligan merupakan molekul atau ion yang mendonorkan pasangan elektron pada ion logam tersebut (Effendy, 2007). Proses pembentukan senyawa kompleks koordinasi terjadi karena 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).

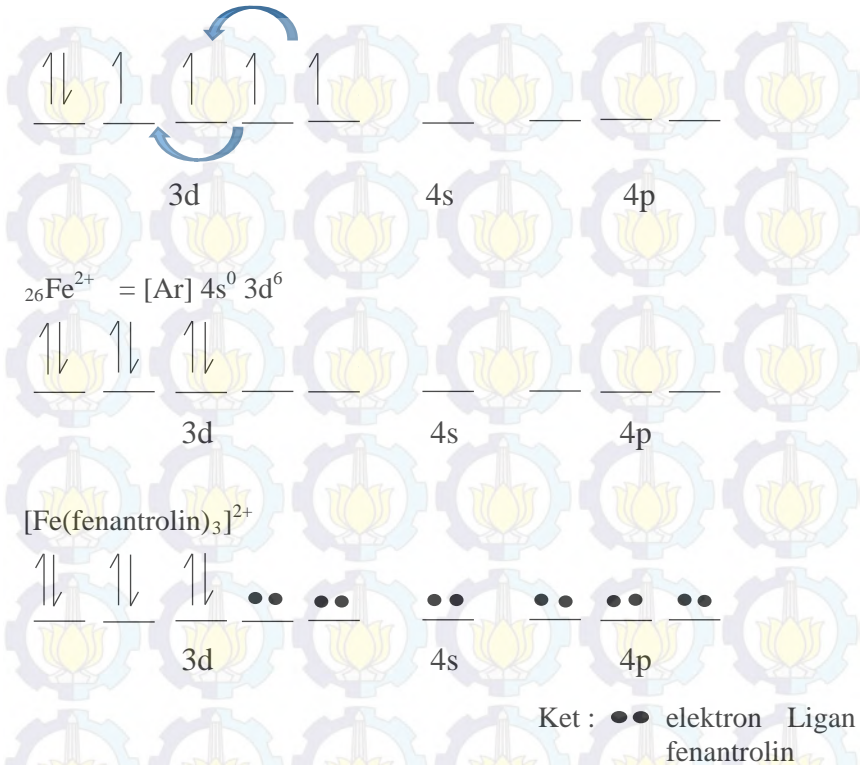
2.4. Senyawa Kompleks Fe(II)-O-Fenantrolin

O-fenantrolin merupakan ligan *chelate* karena dapat membentuk kompleks dengan struktur lingkaran (Considine and Considine, 1984). Phen membentuk kompleks yang stabil dengan logam Fe(II). Kompleks ini disebut kompleks feroin, yang berwarna kecoklatan, mempunyai harga konstanta pembentukan kompleks $3,99 \times 10^{38}$, mempunyai serapan maksimum pada panjang gelombang 510 nm, absorptivitas $1,10 \times 10^4 \text{ (M. cm)}^{-1}$, potensial reduksi 1,06 V, terbentuk pada daerah pH 2 sampai 9. Feroin merupakan kompleks kation, untuk membentuk kompleks yang netral, dapat berikatan dengan diklorida, diiodida dan dipherklorat (Othmer, 1993).

Ligan 1,10-fenantrolin merupakan ligan medan kuat yang memiliki atom N aromatik dengan orbital π^* yang kosong. Akibatnya elektron mengalami delokalisasi yang menyebabkan kompleks ligan menjadi stabil terutama dengan logam berbilangan oksidasi rendah seperti Fe^{2+} (Sari, 2015).

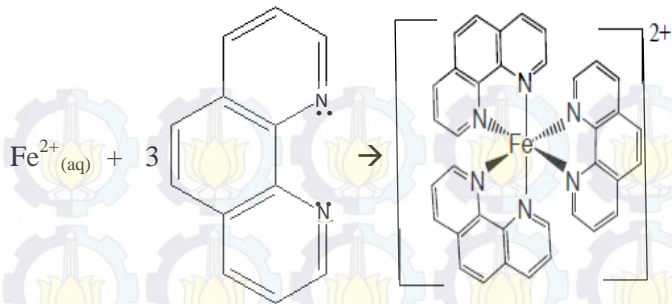
Ligan 1,10-fenantrolin jika membentuk kompleks dengan ion Fe^{2+} sebagai ion pusatnya, akan menyebabkan spin elektron dalam orbital molekul menjadi berpasangan. Hal tersebut dikarenakan energi stabilisasi medan kristal lebih besar daripada energi yang dimiliki ligan kuat tersebut (Dianawati, 2006).

Pada pembentukan kompleks besi(II) fenantrolin konfigurasi elektron yang terjadi adalah :



Gambar 2. 2 Hibridisasi Kompleks Fe (II)-O-phenantroline

Hibridisasi yang terjadi adalah d^2sp^3 sehingga kompleks yang terbentuk memiliki bentuk geometri oktahedral. Berikut adalah reaksi yang terjadi antara besi(II) dan 1,10-fenantroline:



Gambar 2. 3 Reaksi pembentukan kompleks besi(II) fenantrolin

2.5. Metode Titrimetrik

Dalam metode titrimetrik, larutan yang digunakan sebagai titran haruslah merupakan larutan standar. Larutan standar adalah larutan yang konsentrasinya sudah diketahui secara pasti. Berdasarkan kemurniannya larutan standar dibedakan menjadi larutan standar primer dan larutan standar sekunder. Larutan standar primer adalah larutan standar yang dipersiapkan dengan menimbang dan melarutkan suatu zat tertentu dengan kemurnian tinggi (konsentrasi diketahui dari massa-volum larutan). Larutan standar sekunder adalah larutan standar yang dipersiapkan dengan menimbang dan melarutkan suatu zat tertentu dengan kemurnian relatif rendah sehingga konsentrasi diketahui dari hasil standarisasi (Underwood, 1999).

Metode titrimetrik juga dikenal sebagai metode volumetri, merupakan metode di mana zat yang akan dianalisis (analit) dibiarkan bereaksi dengan larutan standar yang konsentrasinya diketahui kemudian dialirkan melalui buret dalam bentuk larutan. Konsentrasi dari analit yang tidak diketahui kemudian dihitung (Khopkar, 2003). Syarat suatu reaksi pada analisa titrimetri untuk mendapatkan hasil yang baik adalah sebagai berikut :

1. Reaksi berlangsung sesuai dengan persamaan reaksi tertentu, dan tidak boleh ada reaksi samping.
2. Reaksi harus berjalan dengan cepat dan reversibel.
3. Titik ekuivalennya harus jelas, dalam artian metode titrasi harus memiliki cara untuk menentukan titik akhir titrasi.
4. Reaksi harus berlangsung sempurna dan kuantitatif.

(Sugiarso dkk, 1999)

Pada umumnya penentuan titik ekuivalen dapat dilihat dengan melihat perubahan yang terjadi pada larutan akibat penambahan zat lain, misalnya indikator, namun bisa juga larutan standar itu sendiri yang berubah tanpa penambahan zat lain (Sugiarso dkk, 1999).

Metode titrimetri secara garis besar dapat diklasifikasikan menjadi 4 kategori. Berikut macam-macam dari metode titrimetri:

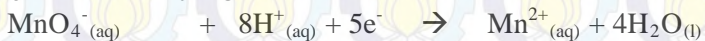
1. Titrasi asam-basa
Titrasi asam basa merupakan titrasi yang meliputi reaksi asam dan basa baik kuat maupun lemah
2. Titrasi redoks
Titrasi redoks merupakan titrasi yang melibatkan reaksi reduksi dan oksidasi
3. Titrasi pengendapan
Titrasi pengendapan merupakan titrasi yang meliputi pembentukan endapan.
4. Titrasi kompleksometri
Titrasi kompleksometri juga dikenal sebagai titrasi EDTA, titrasi ini digunakan untuk melihat perbedaan pH pada pengompleksan.

(Khopkar, 2003)

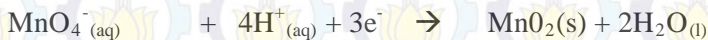
2.5.1 Permanganometri

Permanganometri merupakan salah satu metode titrasi yang menggunakan prinsip reaksi reduksi dan oksidasi. Permanganometri merupakan suatu metode yang sering digunakan karena permanganometri memiliki kelebihan antara lain Permanganometri merupakan oksidator kuat, tidak memerlukan indikator, mudah diperoleh dan terjangkau (Khopkar, 2003). Adapun kekurangan dari metode ini adalah larutan ini tidak stabil dalam penyimpanan, jadi harus sering dilakukan pembakuan (Mursyidi dan Rohman, 2006).

Permanganometri ini menggunakan larutan KMnO_4 sebagai titran. KMnO_4 merupakan oksidator kuat yang berwarna ungu. Pada suasana asam, zat ini akan mengalami reduksi menjadi ion Mn^{2+} yang tidak berwarna.



Pada pH netral atau larutan alkali, hasil reaksi merupakan MnO_2 yang berupa padatan berwarna coklat



Sedangkan pada larutan basa yang sangat kuat seperti 2M NaOH akan terbentuk ion manganat yang berwarna hijau.



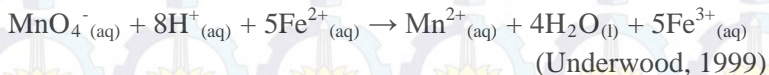
Reaksi yang paling umum diterapkan dalam laboratorium adalah reaksi yang terjadi di dalam larutan-larutan yang memiliki suasana amat asam dengan konsentrasi 0,1 N atau lebih. Permanganat bereaksi secara cepat dengan banyak agen pereduksi. (Harjadi, 1993). Pada suasana asam KMnO_4 selain bertindak sebagai oksidator, ia juga bertindak sebagai indikatornya sendiri (auto indikator) karena hasilnya merupakan ion Mn^{2+} yang tidak berwarna (Haris, 2010)

Kalium permanganat merupakan larutan standar sekunder. Oleh karena itu, sebelum digunakan kalium permanganat harus distandarisasi terlebih dahulu oleh larutan standar primernya (Harris, 2010). Larutan standar primer yang biasa digunakan untuk menstandarisasi larutan permanganat adalah natrium oksalat. (Underwood, 1999) reaksi yang terjadi saat pembakuan adalah :



Titik akhir titrasi saat pembakuan ditandai dengan munculnya warna merah muda akibat kelebihan ion permanganat (Rivai, 1995).

Permanganometri biasa digunakan untuk menentukan kadar dari besi (II). Ion permanganat akan mengalami reduksi menghasilkan Mn^{2+} sedangkan besi (II) akan mengalami oksidasi menghasilkan besi (III). Berikut adalah reaksi reduksi oksidasi saat dilakukan titrasi.



2.5.2. Serimetri

Serimetri merupakan salah satu metode titrimetri yang menggunakan prinsip reaksi redoks. Metode serimetri ini pada umumnya menggunakan larutan serium (IV) sulfat. Larutan serium (IV) sulfat ini mengandung ion Ce^{4+} sebagai oksidator. Ion Ce^{4+} akan mengalami reduksi menjadi Ce^{3+} (Purwanita, 2009). Berikut adalah reaksinya.



Ion Ce^{4+} berwarna kuning, sedangkan Ce^{3+} tidak berwarna, meskipun ada perbedaan antara keduanya namun perbedaan tersebut tidak terlalu jelas untuk digunakan sebagai indikator, sehingga perlu penambahan indikator. Indikator yang baik untuk digunakan pada metode ini adalah *ferroin* atau fenantrolin yang tersubstitusi (Harris, 2010)

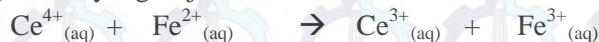
Serium (IV) sulfat ini sangat tidak stabil dalam medium asam klorida. Hal tersebut dikarenakan ion Ce^{4+} akan mengalami reduksi menjadi ion Ce^{3+} dan ion Cl^- dalam asam klorida akan teroksidasi menjadi klorin terutama pada suhu pendidihan. Berikut reaksi yang terjadi :



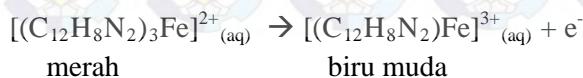
Selain itu, penggunaan asam fluorida pun tidak boleh dilakukan, karena hal tersebut menyebabkan pembentukan kompleks serium (IV) fluorida yang sangat stabil.

Penggunaan dari metode ini haruslah dilakukan pada medium yang memiliki pH rendah atau kondisi asam. Pada kondisi basa, serium (IV) sulfat akan bereaksi dengan ion OH^- dan akan membentuk endapan serium (IV) hidroksida. (Gandjar dan Rohman, 2007)

Serimetri dapat digunakan untuk menetapkan beberapa senyawa diantaranya adalah besi (II). Pada penetapan kadar dari besi (II) reaksi yang terjadi adalah :



Pada aplikasinya, indikator yang biasa digunakan dalam analisa besi (II) pada metode ini adalah 1,10-fenantrolin. Indikator tersebut membentuk kompleks dengan ion besi (II) dan menghasilkan perbedaan warna yang sangat tajam (Setiowati, 2009).



Metode serimetri merupakan metode titrimetri yang digemari karena mempunyai banyak kelebihan. Kelebihan serimetri dibanding metode titrasi redoks lainnya adalah antara lain :

1. Larutan garam serium (IV) merupakan garam yang stabil
2. Larutan garam serium (IV) sulfat memiliki warna yang sedikit bening sehingga tidak mengganggu penentuan titik akhir titrasi menggunakan indikator
3. Hanya ada 1 keadaan oksidasi Ce (III) dimana ion Ce (IV) mengalami reduksi.

Kekurangan dari metode ini adalah harganya yang mahal (Roth dan Blaschke, 1998).

2.6. Metode Validasi

Metode analisis merupakan suatu metode penilaian terhadap parameter tertentu berdasarkan percobaan laboratorium untuk membuktikan bahwa parameter tersebut telah memenuhi persyaratan untuk penggunaannya dalam suatu metode analisis (Hermita, 2004)

2.6.1. Akurasi

Akurasi atau kecermatan merupakan ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Kecermatan dinyatakan sebagai persen *recovery* analit yang ditambahkan. Kecermatan hasil analisis sangat tergantung kepada sebaran galat sistematik di dalam keseluruhan tahapan suatu metode analisis. Oleh karena itu, untuk mencapai kecermatan yang tinggi hanya dapat dilakukan dengan mengurangi galat sistematik tersebut seperti menggunakan peralatan yang telah dikalibrasi, menggunakan pereaksi dan pelarut yang baik, pengontrolan suhu, dan lain-lain (Hermita, 2004)

2.6.2. Presisi

Presisi atau keseksamaan merupakan suatu ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual, diukur melalui penyebaran hasil individual dari rata-rata jika prosedur diterapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogen. Keseksamaan biasa diukur sebagai simpangan baku atau simpangan baku relatif. Keseksamaan dapat dinyatakan sebagai keterulangan (*repeatability*). Keterulangan merupakan keseksamaan metode yang jika dilakukan berulang kali oleh analis yang sama pada kondisi sama dan dalam interval waktu yang pendek (Hermita, 2004). Berikut ini adalah persamaan dari masing-masing presisi :

$$s = \sqrt{S^2} \quad (2.1)$$

$$S^2 = \frac{\sum(x-x)^2}{n-1} \quad (2.2)$$

$$RSD = \frac{s}{x} \times 1000 \text{ ppt} \quad (2.3)$$

$$CV = \frac{s}{x} \times 100\% \quad (2.4)$$

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 $RSD < 20 \text{ ppt}$ atau $CV < 2 \%$ (Atmajadiningrum, 2014).



BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain gelas beker, erlenmeyer, gelas ukur, labu ukur, neraca analitik, *hot plate*, pipet tetes, pipet volume, pipet ukur, pro pipet, corong, kaca arloji, spatula, botol semprot, dan buret gelap.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain besi (II) Amonium Sulfat heksahidrat ($\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), indikator feroin, aqua DM, asam oksalat ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$), kalium permanganat (KMnO_4), serium (IV) sulfat tetrahidrat ($\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) dan asam sulfat (H_2SO_4) 98%.

3.2. Prosedur Kerja

3.2.1. Pembuatan Larutan Standar Fe^{2+} 50 ppm

Ditimbang sebanyak 0,0351 gram senyawa besi (II) Amonium Sulfat heksahidrat ($\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), kemudian dilarutkan dengan aqua DM secukupnya dalam gelas kimia 50 mL. Larutan lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambahkan aqua DM hingga tanda batas.

3.2.2. pembuatan larutan H_2SO_4 6N

Larutan asam sulfat (H_2SO_4) 98% diambil sebanyak 16,30 mL kemudian dimasukkan secara perlahan ke dalam labu ukur 100 mL yang telah berisi aqua DM., kemudian ditambahkan aqua DM hingga tanda batas.

3.2.3. Pembuatan Larutan MnO_4^- 20 ppm

Ditimbang sebanyak 0,0132 gram senyawa kalium permanganat (KMnO_4), kemudian dilarutkan dengan aqua DM

secukupnya dalam gelas kimia 50 mL. Larutan lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambahkan aqua DM hingga tanda batas. Larutan tersebut dimasukkan kedalam gelas beker yang telah dilapisi dengan aluminium foil lalu ditutup dengan kaca arloji dan dipanaskan menggunakan *hot plate* selama 30 menit. Kemudian dibiarkan hingga dingin. Larutan yang telah dingin diambil menggunakan pipet ukur sebanyak 20 mL dan dimasukkan dalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambahkan aqua DM hingga tanda batas.

3.2.4. Pembuatan Larutan Ce^{4+} 100 ppm

Ditimbang senyawa Serium (IV) sulfat tetrahidrat ($\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) sebanyak 0,0288 gram, kemudian dilarutkan dengan menggunakan 20 mL asam sulfat 6N. Setelah larut sempurna larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambahkan aqua DM hingga tanda batas.

3.2.5. Pembuatan Larutan $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ 50 ppm

Ditimbang padatan $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ sebanyak 0,0102 gram kemudian dilarutkan dalam sedikit aqua DM lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambahkan aqua DM hingga tanda batas. Selanjutnya, larutan yang telah jadi diambil sebanyak 25 mL dan dimasukkan dalam labu ukur 50 mL lalu tambahkan aqua DM hingga tanda batas

3.2.6. Pembuatan Larutan Fe^{2+} 5 ppm

Larutan Fe^{2+} 100 ppm diambil sebanyak 5 mL lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Larutan Kemudian ditambahkan aqua DM hingga tanda batas.

3.2.7. Standarisasi Larutan

3.2.7.1 Standarisasi Larutan MnO_4^-

Larutan MnO_4^- 20 ppm yang telah dibuat distandarisasi dengan larutan $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ 100 ppm 5 mL. Sebelumnya larutan $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ 100 ppm ditambahkan dengan H_2SO_4 6N sebanyak 5 tetes kemudian dipanaskan hingga temperatur 70-80°C. Titrasi dilakukan secara cepat dan suhu selama titrasi tidak boleh kurang dari 60°C. Prosedur tersebut diulangi sebanyak tiga kali dan digunakan larutan blanko (Campuran Aqua DM 5 mL dengan 5 tetes H_2SO_4 6N) sebagai pembanding.

3.2.7.2 Standarisasi Larutan Ce^{4+} 100 ppm

Larutan Ce^{4+} 100 ppm yang telah dibuat, distandarisasi dengan larutan Fe^{2+} 50 ppm 5 mL dan digunakan 1 tetes feroin sebagai indikator. Prosedur diulang sebanyak tiga kali dan digunakan larutan blanko (campuran aqua DM 5 mL dengan 1 tetes indikator feroin) sebagai pembanding

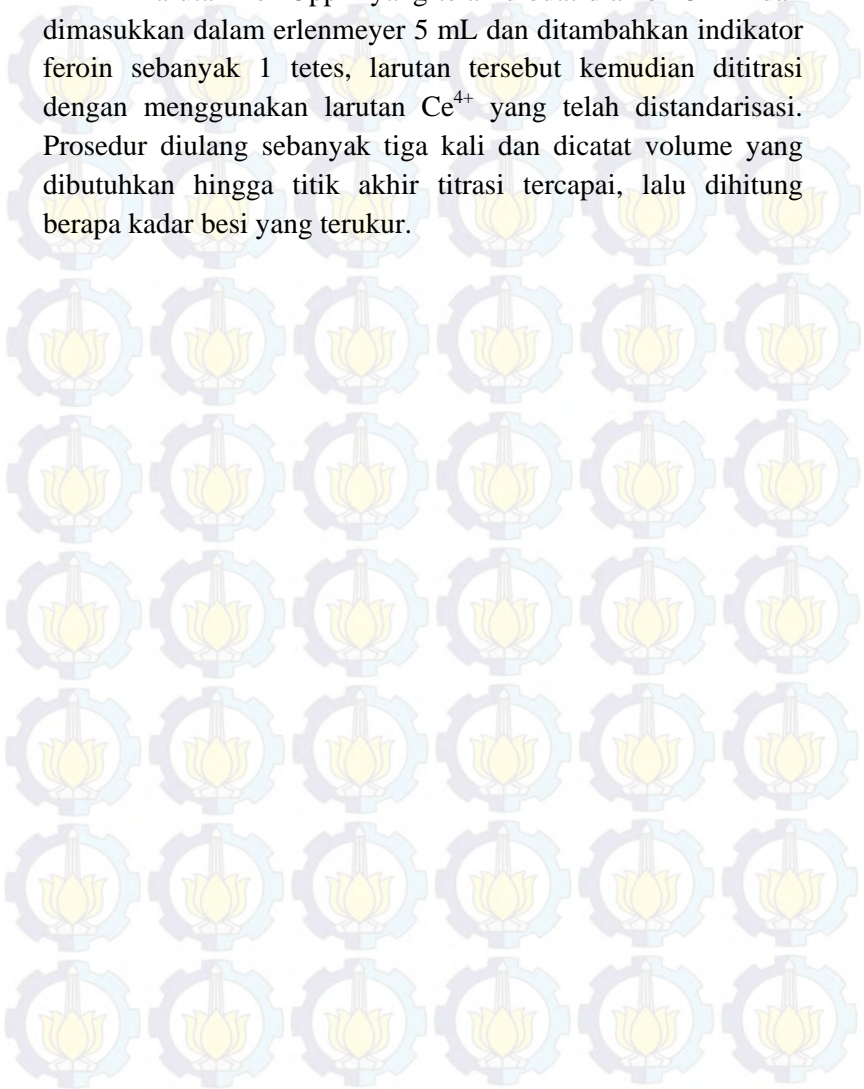
3.2.8. Penentuan Kadar Fe^{2+} dengan Metode Permanganometri dan Serimetri

3.2.8.1. Metode Permanganometri

Larutan Fe^{2+} 5 ppm yang telah dibuat diambil 5 mL dan dimasukkan dalam erlenmeyer 5 mL dan ditambahkan H_2SO_4 6N sebanyak 5 tetes, larutan tersebut kemudian dititrasi dengan menggunakan larutan MnO_4^- yang telah distandarisasi. Prosedur diulang sebanyak tiga kali dan dicatat volume yang dibutuhkan hingga titik akhir titrasi tercapai, lalu dihitung berapa kadar besi yang terukur.

3.2.8.2. Metode Serimetri

Larutan Fe^{2+} 5ppm yang telah dibuat diambil 5 mL dan dimasukkan dalam erlenmeyer 5 mL dan ditambahkan indikator ferroin sebanyak 1 tetes, larutan tersebut kemudian dititrasi dengan menggunakan larutan Ce^{4+} yang telah distandarisasi. Prosedur diulang sebanyak tiga kali dan dicatat volume yang dibutuhkan hingga titik akhir titrasi tercapai, lalu dihitung berapa kadar besi yang terukur.



BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Standarisasi Larutan KMnO_4

Larutan KMnO_4 dibuat dengan cara melarutkan padatannya dengan aqua DM kemudian dilakukan pemanasan hingga 30 menit. Pemanasan selama 30 menit bertujuan untuk mempercepat reaksi antara MnO_4^- dengan zat pengotor organik yang terdapat dalam pelarut. Di dalam air KMnO_4 mengalami reduksi menjadi padatan MnO_2 yang berwarna coklat. Kemudian dilakukan pendiaman agar MnO_2 mengendap setelah itu diambil 5 mL dan diencerkan dalam labu ukur 100 mL. Pemisahan padatan MnO_2 dari larutan dengan cara seperti itu dilakukan karena KMnO_4 tidak dapat disaring dengan kertas saring. Kertas saring merupakan zat organik sedangkan KMnO_4 tidak stabil jika berinteraksi dengan zat organik.

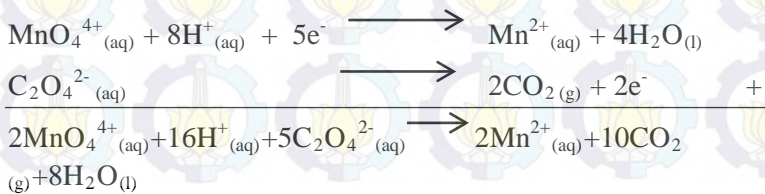


Gambar 4. 1 Larutan kalium permanganat

Larutan KMnO_4 selanjutnya distandarisasi dengan menggunakan asam oksalat ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$) sebagai standar primernya. KMnO_4 mula-mula dimasukkan ke dalam buret 50 mL. Selanjutnya asam oksalat ditambahkan dengan asam sulfat 6N

sebanyak 5 tetes. Fungsi penambahan asam sulfat adalah untuk memberikan suasana asam. hal ini dilakukan karena titik akhir titrasi lebih mudah diamati bila reaksi dilakukan dalam suasana asam dan reaksi H_2SO_4 tersebut tidak menghasilkan produk dan tidak bereaksi dengan titran. Pada suasana asam zat ini akan mengalami reduksi menghasilkan ion Mn^{2+} yang tidak berwarna sedangkan Apabila reaksi dilakukan dalam suasana pada pH netral atau sedikit basa maka akan terbentuk padatan MnO_2 yang berwarna coklat yang dapat mengganggu dalam penentuan titik akhir titrasi. Sebelum dilakukan standarisasi asam oksalat dipanaskan pada suhu $70\text{-}80^\circ\text{C}$ fungsi pemanasan adalah untuk mempercepat reaksi antara KMnO_4 dengan asam oksalat karena pada suhu kamar reaksi antara keduanya cenderung lambat sehingga akan sulit untuk menentukan titik akhir reaksi.

Standarisasi KMnO_4 menggunakan asam oksalat ini tidak menggunakan indikator eksternal untuk menentukan titik akhir reaksinya. Hal ini disebabkan KMnO_4 sendiri selain bertindak sebagai titran, ia juga bertindak sebagai indikator (*auto indicator*). Titik akhir titrasi ditunjukkan dengan perubahan warna dari bening menjadi merah muda sekali. Warna merah muda timbul akibat kelebihan ion permanganat. Satu tetes kelebihan ion permanganat akan menimbulkan warna merah muda yang cukup jelas terlihat. Berikut adalah reaksi dari standarisasi KMnO_4 dengan menggunakan asam oksalat.



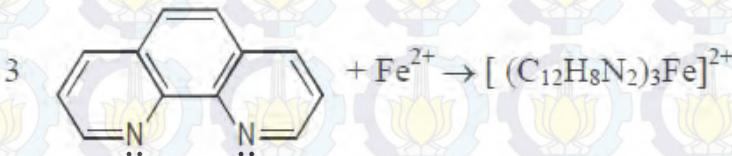


Gambar 4. 2 Larutan asam oksalat yang telah dititrasi

Dari percobaan yang dilakukan secara triplo (pengulangan 3 kali) didapat volume rata-rata yang digunakan untuk menstandarisasi kalium permanganat dengan menggunakan larutan $C_2O_4^{2-}$ 50 ppm adalah 7,003 mL dengan koreksi blanko sebesar 0,5 mL. Berdasarkan perhitungan (lampiran B.7) didapatkan konsentrasi MnO_4^- dalam larutan sebesar 20,6717 ppm dengan galat yang cukup bagus yaitu 3,40%.

4.2. Standarisasi larutan $Ce(SO_4)_2$

Standarisasi dilakukan untuk mengetahui secara pasti konsentrasi dari $Ce(SO_4)_2$. Sebelumnya larutan serium (IV) sulfat dibuat dari padatan $Ce(SO_4)_2 \cdot 4H_2O$ yang dilarutkan dalam 20 mL asam sulfat. Asam sulfat disini berfungsi sebagai pelarut padatan $Ce(SO_4)_2 \cdot 4H_2O$. Setelah larut barulah larutan diencerkan dengan aqua DM.



Gambar 4. 3 Reaksi pembentukan feroin

Larutan $\text{Ce}(\text{SO})_4$ merupakan larutan standar sekunder, sehingga dalam penggunaannya diperlukan standarisasi terlebih dahulu menggunakan larutan standar primernya untuk mengetahui konsentrasinya secara pasti. Larutan standar primer yang digunakan adalah Ferrous Amonium Sulfat (FAS). Standarisasi larutan serium (IV) sulfat dengan FAS menggunakan ferroin sebagai indikator. Ferroin merupakan kompleks merah terang yang terbentuk dari ortofenantrolin basa dan ion besi (II).



(A)

(B)

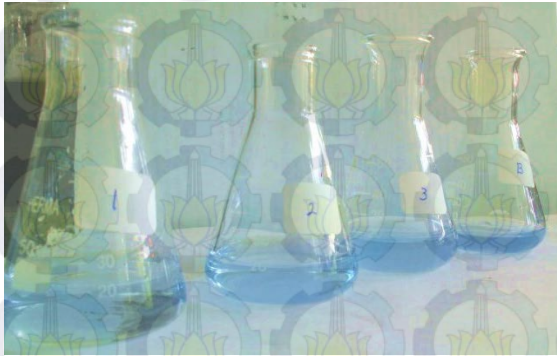


(C)

Gambar 4. 4 (A) warna larutan setelah penambahan indikator, (B) warna larutan saat mendekati titik akhir titrasi, (C) warna larutan setelah dititrasi`

Penentuan titik akhir titrasi menggunakan indikator ini cukup mudah karena perubahan warnanya cukup signifikan yakni dari

merah menjadi biru pucat. Berikut ini adalah reaksi dari indikator ferroin yang menyebabkan terjadinya perubahan warna.



Gambar 4. 5 Larutan ferrous amonium sulfat yang telah dititrasi dengan serium (IV) sulfat

menurut reaksi di atas indikator ferroin mengandung ion Fe^{2+} . Sehingga untuk mengurangi tingkat kesalahan dalam standarisasi maka perlu dilakukan koreksi blanko setelah standarisasi dilakukan. Pada standarisasi serium (IV) sulfat reaksi yang terjadi antara serium (IV) sulfat dengan menggunakan FAS adalah sebagai berikut.



Dari reaksi ini dapat diketahui bahwa berat ekuivalen (BE) dari besi (II) amonium sulfat sama dengan berat molekulnya karena tiap 1 molekul besi (II) sulfat setara dengan 1 mol serium (IV) yang berarti setara dengan 1 elektron sehingga ekuivalensinya 1

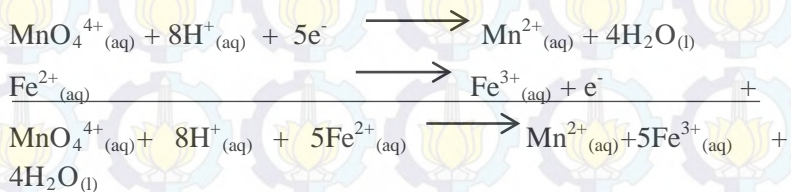
(Mursyidi dan Rohman, 2006). menurut reaksi di atas indikator ferroin mengandung ion Fe^{2+} . Sehingga untuk mengurangi tingkat kesalahan dalam standarisasi maka dilakukan koreksi blanko.

Dari percobaan yang dilakukan secara triplo (pengulangan 3 kali) didapat volume rata-rata yang digunakan untuk menstandarisasi serum (IV) sulfat dengan menggunakan larutan besi (II) 50 ppm adalah 9,733 mL dengan koreksi blanko sebesar 2,2 mL. Berdasarkan perhitungan (lampiran B.8) didapatkan konsentrasi serum (IV) dalam larutan sebesar 83,2453 ppm dengan galat sebesar 16,76%. Persen galat sebesar ini kemungkinan dikarenakan serum (IV) sulfat merupakan oksidator kuat sehingga ia akan dengan mudah mengalami reduksi bila terjadi interaksi dengan zat lain yang merupakan reduktor.

4.3. Perbandingan Metode permanganometri dan Serimetri

Tujuan dari percobaan ini adalah untuk membandingkan metode permanganometri dan serimetri. Tahap awal yang dilakukan dalam penentuan kadar besi baik pada metode serimetri dan permanganometri adalah pembuatan larutan Fe^{2+} 5 ppm. Larutan ini dibuat dari padatan $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ atau ferrous amonium sulfat hexahidrat. Mula-mula padatan tersebut digunakan untuk membuat larutan Fe^{2+} 100 ppm kemudian dilakukan pengenceran hingga konsentrasi menjadi 5 ppm. Selanjutnya larutan. Fe^{2+} 5 ppm barulah diuji menggunakan kedua metode tersebut. Parameter yang digunakan adalah persen recovery, semakin dekat persen recovery dengan konsentrasi sebenarnya maka semakin baik metode tersebut untuk digunakan.

Pada metode permanganometri, titrasi dilakukan tanpa menggunakan indikator, karena ion permanganat menghasilkan warna yang cukup jelas. Artinya, ion permanganat selain berperan sebagai oksidator, ion permanganat juga bertindak sebagai indikator yang dapat memberikan tanda kapan titrasi harus dihentikan. Reaksi yang terjadi saat titrasi adalah sebagai berikut.



Berdasarkan data yang diambil dari 3 kali pengulangan (triplo) didapatkan rata-rata volume kalium permanganat yang dibutuhkan untuk mentitrasi adalah 1 mL dengan koreksi blanko sebesar 0,5 mL. Dari data tersebut didapatkan konsentrasi Fe^{2+} pada sampel sebesar 4,8561 ppm dengan perolehan recovery sebesar 97,12% (lampiran B.9).

Pada metode serimetri, titrasi dilakukan dengan menggunakan indikator eksternal. Indikator eksternal yang digunakan adalah feroin, sama seperti yang digunakan saat standarisasi. reaksi yang terjadi saat titrasi adalah sebagai berikut.



Berdasarkan data yang diambil dari 3 kali pengulangan (triplo) didapatkan rata-rata volume serum sulfat yang dibutuhkan untuk

mentitrasi adalah 2,933 mL dengan koreksi blanko sebesar 2,2 mL. Dari data tersebut didapatkan konsentrasi Fe^{2+} pada sampel sebesar 4,8649 ppm dengan perolehan recovery sebesar 97,30% (lampiran B.10).

Berdasarkan hasil yang diperoleh kedua metode tersebut menghasilkan persen recovery yang cukup baik karena berada diatas 95% yakni 97,30% untuk metode serimetri dan 97,12% untuk metode permanganometri. Uji t juga telah dilakukan pada keduanya untuk mengetahui apakah ada perbedaan yang signifikan antara hasil pengukuran besi (II) yang ditunjukkan oleh metode permanganometri dan serimetri. Berdasarkan hasil perhitungan (lampiran B.11), didapat nilai t_{hitung} sebesar 0,018 sedangkan pada tabel uji t didapatkan nilai t_{tabel} sebesar 2,78. Hal tersebut menunjukkan bahwa nilai $t_{\text{hitung}} < t_{\text{tabel}}$ yang artinya H_0 diterima. Hal tersebut berarti bahwa tidak ada perbedaan rata-rata antara hasil pengukuran yang dilakukan menggunakan metode permanganometri dan serimetri.

BAB V KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, diketahui bahwa baik metode permanganometri maupun serimetri dapat digunakan sebagai metode pengukuran kadar besi (II). Hasil standarisasi yang telah dilakukan terhadap masing-masing titran diperoleh bahwa konsentrasi larutan permanganat sebesar 20,6717 ppm dan konsentrasi larutan serum (IV) sebesar 83,2453 ppm. Hasil titrasi yang diujikan terhadap sampel Fe^{2+} 5 ppm menunjukkan hasil yang baik dimana metode permanganometri dapat mengukur sampel besi sebesar 4,8561 ppm dengan persen recovery sebesar 97,12% sedangkan metode serimetri dapat mengukur sampel besi sebesar 4,8649 ppm dengan persen recovery sebesar 97,30%. Oleh karena itu, baik permanganometri maupun serimetri merupakan metode yang sama baik dalam menentukan kadar besi (II).



Halaman ini sengaja dikosongkan

DAFTAR PUSTAKA

Agustina, Ferri T. 2007, *Ekstraksi Fe(II)-1,10-Fenantrolin Menggunakan Metode Cloud Point dengan Surfaktan Tween 80*. Surakarta: Skripsi Kimia Universitas Sebelas Maret.

Atmajadiningrum, Irma. 2014. *Pengaruh Penambahan Ion K⁺ dalam Analisis Besi(II) dengan Pengompleks 1,10-Fenantrolin pada pH 4,5 menggunakan Spektrofotometer UV-Vis*. Surabaya : Tugas Akhir Kimia ITS.

Canham, G.R. & Overtone, T. 2003. *Descirptive Inorganic Chemistry, 3rd ed*. New York : WH. Freeman and Company.

Cotton, F.A., Wilkinson, G., 1988, *Advance Inorganic Chemistry*, Fifth Edition. New York : Willey Inter Science, John Wiley & Sons.

Depkes RI.2009.*Farmakope Indonesia edisi IV*. Jakarta : Direktorat Jenderal Pengawasan Obat dan Makanan.

Dianawati, novi. 2015. *Penentuan Kadar Besi Selama Fase Pematangan Padi dengan Pengompleks 1,10 - Fenantrolin Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis*. Surabaya : Tugas Akhir Kimia ITS

Effendy, P. 2007. *Perspektif Baru Kimia Koordinasi Jilid 1*. Malang: Bayumedia Publishing.

Gandjar IG & Rohman A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta : Penerbit Pustaka Pelajar.

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

Harjadi, W. 1993. *Ilmu Kimia Analitik Dasar*. Jakarta: Erlangga.

- Harmita. 2004. *Majalah Ilmu Kefarmasian Vol. 1*. Jakarta, Departemen Farmasi FMIPA UI.
- Harris, Daniel C. 2010. *Quantitative Chemical Analysis Eighth edition*. New York : WH. Freeman and Company.
- Hartono, Elina., dkk. 2010. *Analisis 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.
- Khopkar, SM. 2003. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta : Universitas Indonesia.
- Marzuki, Asnah., Yushinta Fujaya., dkk. 2013. *Analisis 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.
- Mursyidi, A., dan Rohman, Abdul, 2006, *Pengantar Kimia Farmasi Analisis Volumetri dan Gravimetri*, Yogyakarta : Pustaka Pelajar.
- Othmer, K. 1993. *Encyclopedia of Chemical Technology, Fourth Edition, Vol 10*. New York : John Wiley & Sons.
- Palar., 1994, *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*. Jakarta : Rineka Cipta.
- Patnaik, P. 2003, *Hand Book of Inorganic Chemicals*. New York : Mc Graw–Hill Companies.
- Purwanita, Wahyu. 2009. *Validasi dan Pengembangan Penetapan Kadar Tablet Besi (II) Sulfat dengan Metode Titrasi Permanganometri dan Serimetri Sebagai Pembanding*. Surakarta : Skripsi Universitas Muhammadiyah Surakarta.

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

Roth, H.J., dan Blaschke.G. 1998. *Analisis Farmasi*. Surabaya : Airlangga University Press

Sari, Novita. 2015. Studi Gangguan Mg(II) dalam Analisa Besi(II) dengan Pengompleks O-fenantrolin Menggunakan Spektrofotometri UV-Vis. Surabaya : Tugas Akhir Kimia ITS.

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

Sugiarso, Djarot, dkk. 1999. *Kimia Analitik I*. Surabaya : ITS Press.

Svehla G. 1985. *Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro. 5th ed*. Jakarta : PT. Kalman Media Pustaka.

Ueno, K., Imamura, T., Cheng, K.L., 1992, *Hand Book of Organic Analytical Reagents*, 2nd edition. Tokyo : CRC Press.

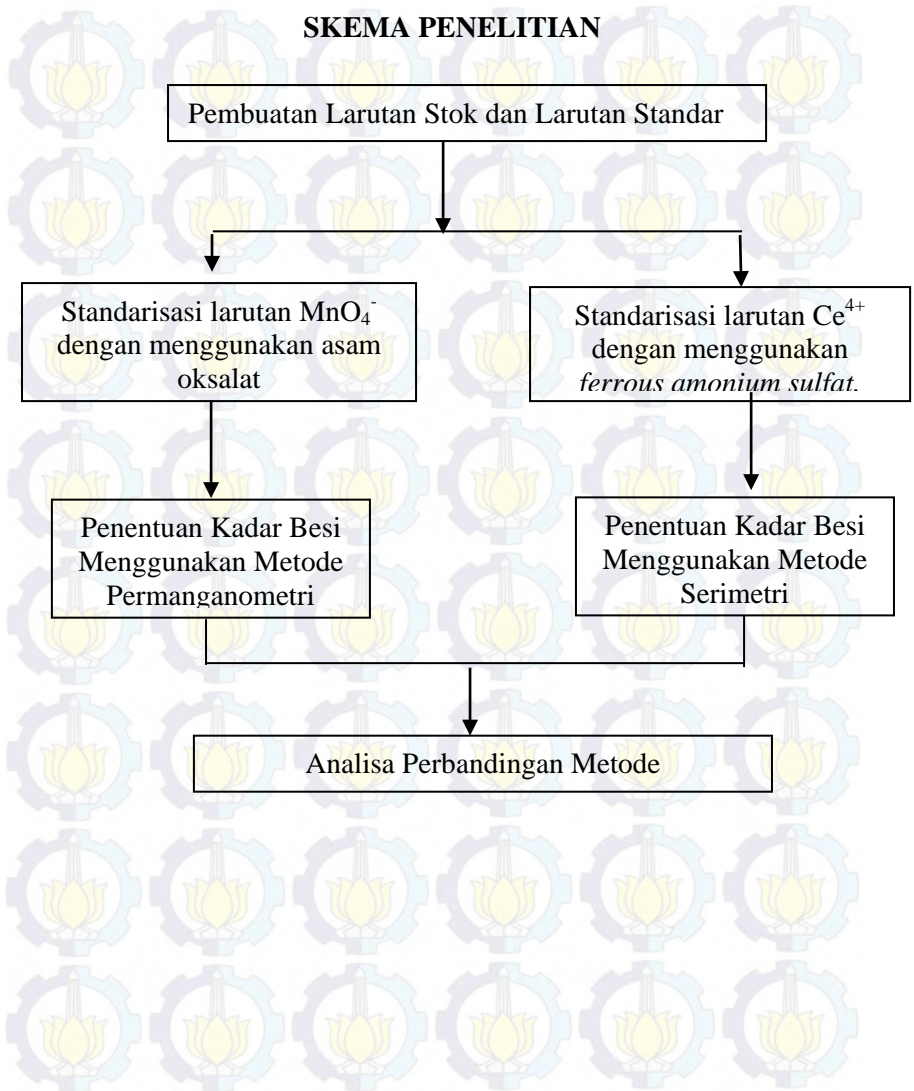
Underwood, A.L., R.A. Day. 1999. *Analisis Kimia Kuantitatif Edisi Kelima*. Jakarta : Erlangga.

Vogel. 1990. *Buku Teks Analisa Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro*. Jakarta : PT. Kalman Media Pustaka.



LAMPIRAN

SKEMA PENELITIAN



A. SKEMA KERJA

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

Padatan $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

- ditimbang senyawa besi (II) Amonium sulfat heksahidrat sebanyak 0,0351 gram
- dilarutkan dalam sedikit aqua DM
- dimasukkan ke dalam labu ukur 100 m
- ditambahkan aqua DM hingga tanda batas.

Larutan Standar Fe (II) 50 ppm

A.2 Pembuatan Larutan H_2SO_4 6N

Larutan H_2SO_4 98%

- Diambil sebanyak 16,30 mL asam sulfat pekat (H_2SO_4 98%)
- dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL yang telah berisi air
- ditambahkan aqua DM hingga tanda batas.

Larutan H_2SO_4

A.3 Pembuatan Larutan MnO_4^- 20 ppm

Padatan KMnO_4

- padatan kalium permanganat (KMnO_4) ditimbang sebanyak 0,0132 gram
- dilarutkan dalam sedikit aqua DM
- dimasukkan dalam gelas beker yang dilapisi aluminium foil dan ditutup kaca arloji
- dipanaskan selama ± 30 menit
- ↓
- dibiarkan hingga dingin

Larutan MnO_4^- 100 ppm

- Diambil sebanyak 20 mL
- dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL
- ditambahkan aqua DM hingga tanda batas.

Larutan MnO_4^- 20 ppm

A.4 Pembuatan Larutan Ce^{4+} 100 ppm

Padatan $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

- ditimbang 0,0288 gram serium (IV) sulfat tetrahidrat
- dilarutkan dalam 20 mL asam sulfat 6N
- dimasukkan dalam labu ukur 100 mL
- ↓
- diencerkan menggunakan aquades hingga tanda batas.

Larutan Ce^{4+} 100 ppm

A.5 Pembuatan Larutan $C_2O_4^{2-}$ 50 ppm

Padatan $H_2C_2O_4$

- Ditimbang senyawa asam oksalat $H_2C_2O_4$ sebanyak 0,0102 gram
- dilarutkan dalam sedikit aqua DM
- dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL
- ditambahkan aqua DM hingga tanda batas.

Larutan $C_2O_4^{2-}$ 100 ppm

- diambil 25 ml
- dimasukkan dalam labu ukur 50
- ditambahkan aqua DM hingga tanda batas

Larutan $C_2O_4^{2-}$ 50 ppm

A.6 Pembuatan Larutan Fe^{2+} 5 ppm

Larutan Fe^{2+} 50 ppm

- Diambil 10 mL
- dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL
- ditambahkan aqua DM hingga tanda batas.

Larutan Fe^{2+} 5 ppm

A.7 Standarisasi Larutan

❖ Standarisasi larutan MnO_4^-

Larutan $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$
50 ppm 5 mL *

5 tetes H_2SO_4 6N

- dimasukkan dalam erlenmeyer 50 mL
- dipanaskan hingga suhu $70-80^\circ\text{C}$
- dititrasikan dengan larutan MnO_4^- (triplo)
- diukur volume MnO_4^- yang digunakan
- dihitung konsentrasi MnO_4^-

Larutan MnO_4^- terstandarisasi

*percobaan diulang dengan mengganti larutan $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ 50 ppm dengan aqua DM sebagai koreksi blanko

❖ Standarisasi larutan Ce^{4+}

5 mL Larutan
 Fe^{2+} 100 ppm

1 tetes Indikator
ferroin

- dimasukkan dalam erlenmeyer 50 mL
- dititrasikan dengan larutan Ce^{4+} (triplo)
- diukur volume larutan Ce^{4+} yang dibutuhkan
- dihitung konsentrasi Ce^{4+}

Larutan Ce^{4+} terstandarisasi

*percobaan diulang dengan mengganti larutan Fe^{2+} 100 ppm dengan aqua DM sebagai koreksi blanko

A.8 Penentuan Kadar Fe^{2+} **❖ Penentuan Kadar Fe^{2+} dengan Metode Permanganometri**

Larutan
 Fe^{2+} 5 ppm 5 mL

5 tetes H_2SO_4 6N

- dimasukkan dalam erlenmeyer 50 mL
- dititrasikan dengan larutan MnO_4^- terstandarisasi (triplo)
- diukur volume MnO_4^- yang digunakan
- dihitung konsentrasi besi (II)

Kadar Fe^{2+}

❖ Penentuan Kadar Fe^{2+} Metode Serimetri

5 mL Larutan Fe^{2+}
5 ppm

1 tetes Indikator
ferroin

- dimasukkan dalam erlenmeyer 50 mL
- dititrasikan dengan larutan Ce^{4+} terstandarisasi (triplo)
- diukur volume larutan Ce^{4+} yang dibutuhkan
- dihitung konsentrasi besi (II)

Kadar Fe^{2+}

B. PERHITUNGAN

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

Larutan standar Fe (II) 50 ppm dibuat dengan melarutkan padatan kristal $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 0,0351 gram dalam 100 ml aqua DM. Berikut uraian perhitungannya :

$$\begin{aligned} \text{ppm Fe} &= \frac{\text{Ar Fe}}{\text{MrFe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} \\ \text{ppm Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} &= \frac{\text{ppm Fe} \times \text{Mr Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{\text{Ar Fe}} \\ \text{ppm Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} &= \frac{50 \text{ ppm} \times 392,17 \text{ gr/mol}}{55,85 \text{ gr/mol}} \end{aligned}$$

$$\text{ppm Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 484,01 \text{ ppm} = 351,09 \text{ mg/L}$$

$$\text{massa Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = \text{ppm Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \times \text{Volume}$$

$$\text{massa Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 351,09 \text{ mg/L} \times 0,1 \text{ L}$$

$$\text{massa Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 35,109 \text{ mg} = 0,0351 \text{ gram}$$

B.2. Pembuatan Larutan H_2SO_4 6N

Larutan H_2SO_4 6N dibuat dengan cara mengencerkan 16,30 mL H_2SO_4 pekat 98% dalam labu ukur 100 mL. Berikut uraian perhitungannya :

$$M \text{ H}_2\text{SO}_4 \text{ pekat} = \frac{\% \times \rho \times 10}{\text{Mr}}$$

$$M \text{ H}_2\text{SO}_4 \text{ pekat} = \frac{98 \times 1,84 \times 10}{98}$$

$$M \text{ H}_2\text{SO}_4 \text{ pekat} = 18,4$$

Sehingga normalitasnya adalah

$$N \text{ H}_2\text{SO}_4 = M \times \text{ekuivalen}$$

$$N \text{ H}_2\text{SO}_4 = 18,4 \times 2$$

$$N \text{ H}_2\text{SO}_4 = 36,8 \text{ N}$$

Sehingga pengenceran yang dilakukan dapat dilakukan dengan perhitungan

$$N_1 \times V_1 = N_2 \times V_2$$

$$36,8 \text{ N} \times V_1 = 6\text{N} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 16,30 \text{ mL}$$

B.3. Pembuatan Larutan MnO_4^- 20 ppm

Larutan Larutan MnO_4^- 20 ppm dibuat dengan membuat larutan MnO_4^- 100 ppm terlebih dahulu yang kemudian diencerkan. Larutan MnO_4^- 100 ppm dibuat dengan cara melarutkan padatan KMnO_4 sebanyak 0,0132 gram dalam 100 ml aqua DM. Berikut uraian perhitungannya :

$$\frac{\text{ppm MnO}_4^-}{\text{ppm KMnO}_4} = \frac{\text{Ar MnO}_4^-}{\text{Mr KMnO}_4}$$

$$\text{ppm KMnO}_4 = \frac{\text{ppm MnO}_4^- \times \text{Mr KMnO}_4}{\text{Ar MnO}_4^-}$$

$$\text{ppm KMnO}_4 = \frac{100 \text{ ppm} \times 158,04 \text{ gr/mol}}{118,94 \text{ gr/mol}}$$

$$\text{ppm KMnO}_4 = \text{ppm} = 132,87 \text{ mg/L}$$

$$\text{massa KMnO}_4 = \text{ppm MnO}_4^- \times \text{volume aqua DM}$$

$$\text{massa KMnO}_4 = 132,87 \text{ mg/L} \times 0,1\text{L}$$

$$\text{massa KMnO}_4 = 13,287 \text{ mg} = 0,0133 \text{ gram}$$

pengenceran larutan MnO_4^- 100 ppm menjadi MnO_4^- 20 ppm dilakukan dengan cara memasukkan 20 mL larutan MnO_4^- 100 ppm dan ditambah aqua DM hingga tanda batas. berikut adalah perhitungannya :

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 20 \text{ ppm} \cdot 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 20 \text{ mL}$$

B.4. Pembuatan Larutan Ce^{4+} 100 ppm

Larutan Ce^{4+} 100 ppm dibuat dengan melarutkan padatan kristal Serium (IV) sulfat tetrahidrat ($Ce(SO_4)_2 \cdot 4H_2O$) sebanyak 0,0288 gram dalam 100 ml aqua DM. Perhitungannya sebagai berikut :

$$\frac{\text{ppm Ce}}{\text{ppm } Ce(SO_4)_2 \cdot 4H_2O} = \frac{\text{Ar Ce}}{\text{Mr } Ce(SO_4)_2 \cdot 4H_2O}$$

$$\text{ppm } Ce(SO_4)_2 \cdot 4H_2O = \frac{\text{ppm Ce} \times \text{Mr } Ce(SO_4)_2 \cdot 4H_2O}{\text{Ar Ce}}$$

$$\text{ppm } Ce(SO_4)_2 \cdot 4H_2O = \frac{100 \text{ ppm} \times 404,3 \text{ gr/mol}}{140,1 \text{ gr/mol}}$$

$$\text{ppm } Ce(SO_4)_2 \cdot 4H_2O = \text{ppm} = 288,57 \text{ mg/L}$$

$$\text{massa } Ce(SO_4)_2 \cdot 4H_2O = \text{ppm Ce} \times \text{volume aqua DM}$$

$$\text{massa } Ce(SO_4)_2 \cdot 4H_2O = 288,57 \text{ mg/L} \times 0,1 \text{ L}$$

$$\text{massa } Ce(SO_4)_2 \cdot 4H_2O = 28,857 \text{ mg} = 0,0288 \text{ gram}$$

B.5. Pembuatan Larutan $C_2O_4^{2-}$ 50 ppm

Larutan $C_2O_4^{2-}$ 100 ppm dibuat dengan melarutkan padatan asam oksalat ($H_2C_2O_4$) sebanyak 0,0102 gram dalam 100 ml aqua DM. Perhitungannya sebagai berikut :

$$\frac{\text{ppm } C_2O_4^{2-}}{\text{ppm } H_2C_2O_4} = \frac{\text{Ar } C_2O_4^{2-}}{\text{Mr } Ce(SO_4)_2 \cdot 4H_2O}$$

$$\text{ppm } H_2C_2O_4 = \frac{\text{ppm } C_2O_4^{2-} \times \text{Mr } H_2C_2O_4}{\text{Ar } C_2O_4^{2-}}$$

$$\text{ppm } H_2C_2O_4 = \frac{100 \text{ ppm} \times 90,04 \text{ gr/mol}}{88,02 \text{ gr/mol}}$$

$$\text{ppm } H_2C_2O_4 = \text{ppm} = 102,29 \text{ mg/L}$$

$$\text{massa } H_2C_2O_4 = \text{ppm } C_2O_4^{2-} \times \text{volume aqua DM}$$

$$\text{massa } H_2C_2O_4 = 102,29 \text{ mg/L} \times 0,1 \text{ L}$$

$$\text{massa } H_2C_2O_4 = 10,229 \text{ mg} = 0,0102 \text{ gram}$$

pengenceran larutan $C_2O_4^{2-}$ 100 ppm menjadi $C_2O_4^{2-}$ 20 ppm dilakukan dengan cara memasukkan 25 mL larutan $C_2O_4^{2-}$

100 ppm kedalam labu ukur 50 mL kemudian ditambah aqua DM hingga tanda batas. berikut adalah perhitungannya :

$$\begin{aligned} M_1 \cdot V_1 &= M_2 \cdot V_2 \\ 100 \text{ ppm} \times V_1 &= 50 \text{ ppm} \cdot 50 \text{ mL} \\ V_1 &= 25 \text{ mL} \end{aligned}$$

B.6. Pembuatan Larutan Fe^{2+} 5 ppm

Larutan Fe^{2+} 5 ppm dibuat dengan menambahkan 5 mL larutan Fe^{2+} 100 ppm ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambahkan aqua DM hingga tanda batas. Berikut adalah uraian perhitungannya:

$$\begin{aligned} M_1 \cdot V_1 &= M_2 \cdot V_2 \\ 100 \text{ ppm} \times V_1 &= 5 \text{ ppm} \cdot 100 \text{ mL} \\ V_1 &= 5 \text{ mL} \end{aligned}$$

B.7. Hasil Standarisasi Larutan MnO_4^-

Larutan MnO_4^- 20 ppm distandarisasi dengan 5 mL larutan $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ 50 ppm, untuk mendapatkan konsentrasi MnO_4^- yang sebenarnya. Berikut perhitungannya :

➤ Karena $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ memiliki nilai ekuivalen = 2 maka

$$\frac{\text{ppm } \text{C}_2\text{O}_4^{2-}}{\text{Mr } \text{C}_2\text{O}_4^{2-}} = \frac{50 \text{ mg/L}}{88,02 \text{ g/mol}} = 0,000568 \text{ M} = 0,001136 \text{ N}$$

➤ Data analisis percobaan

Tabel B.7.1 Volume larutan MnO_4^- yang digunakan pada saat standarisasi

Standarisasi ke	Volume MnO_4^- yang digunakan (mL)
1	7,2
2	7,0
3	6,9
$V_{\text{rata-rata}}$	7,033
V_{blanko}	0,5

➤ Perhitungan konsentrasi MnO_4^- yang diperoleh

$$N_1 \cdot V_1 = N_2 \cdot V_2$$

$$N_1 \cdot (7,033 - 0,5) \text{ mL} = 0,001136 \text{ N} \cdot 5 \text{ mL}$$

$$N_1 = 0,0008695 \text{ N}$$

Karena nilai ekuivalen $\text{MnO}_4^- = 5$ maka molaritasnya adalah

$$\text{Molaritas} = \frac{\text{Normalitas}}{\text{ekuivalen}}$$

$$\text{Molaritas} = \frac{0,0008695 \text{ N}}{5}$$

$$\text{Molaritas} = 0,0001738 \text{ mol/L}$$

sehingga kadar dalam ppm adalah

$$\text{Ppm MnO}_4^- = \text{Molaritas} \times \text{Mr MnO}_4^- \times 10^3$$

$$\text{Ppm MnO}_4^- = 0,0001738 \text{ mol/L} \times 118,94 \text{ gram/mol} \times 10^3$$

$$\text{Ppm MnO}_4^- = 20,6717 \text{ mg/L}$$

- Perhitungan % galat

$$\% \text{ galat} = \frac{(C \text{ teori} - C \text{ percobaan})}{C \text{ teori}} \times 100\%$$

$$\% \text{ galat} = \frac{(20 - 20,6717)}{20} \times 100\%$$

$$\% \text{ galat} = 3,4\%$$

B.8. Hasil Standarisasi Larutan Ce^{4+}

Larutan Ce^{4+} 100 ppm distandarisasi dengan 5 mL larutan Fe^{2+} 50 ppm dengan bantuan 1 tetes indikator feroin, untuk mendapatkan konsentrasi Ce^{4+} yang sebenarnya. Berikut perhitungannya :

- Karena Fe^{2+} memiliki nilai ekuivalen = 1 maka

$$\frac{\text{ppm Fe}}{\text{Mr Fe}} = \frac{50 \text{ mg/L}}{55,85 \text{ g/mol}} = 0,000895 \text{ M} = 0,000895 \text{ N}$$

- Data Analisis percobaan

Tabel B.8.1 Volume larutan Ce^{4+} yang digunakan pada saat standarisasi

Standarisasi ke	Volume Ce^{4+} yang digunakan (mL)
1	9,9
2	9,6
3	9,7
$V_{\text{rata-rata}}$	9,733
V_{blanko}	2,2

- Perhitungan konsentrasi Ce^{4+} yang diperoleh

$$N_1 \cdot V_1 = N_2 \cdot V_2$$

$$N_1 \cdot (9,733 - 2,2) \text{ mL} = 0,000895 \text{ N} \cdot 5 \text{ mL}$$

$$N_1 = 0,000594185 \text{ N}$$

Karena nilai ekuivalen $Ce^{4+} = 1$ maka normalitasnya sama dengan molaritasnya sehingga kadar dalam ppm adalah

$$\text{Ppm } Ce^{4+} = \text{Molaritas} \times \text{Ar } Ce^{4+} \times 10^3$$

$$\text{Ppm } Ce^{4+} = 0,000594185 \text{ mol/L} \times 140,1 \text{ gram/mol} \times 10^3$$

$$\text{Ppm } Ce^{4+} = 83,2453 \text{ mg/L}$$

➤ Perhitungan % galat

$$\% \text{ galat} = \frac{(C \text{ teori} - C \text{ percobaan})}{C \text{ teori}} \times 100\%$$

$$\% \text{ galat} = \frac{(100 - 83,2453)}{100} \times 100\%$$

$$\% \text{ galat} = 16,76\%$$

B.9. Perhitungan Kadar Fe^{2+} dengan Metode Permanganometri

Larutan 5 mL sampel yang telah diketahui kadar Fe^{2+} nya dititrasi dengan menggunakan larutan Ce^{4+} yang telah distandarisasi, untuk menentukan persen recovery yang didapat dari metode Serimetri. Berikut perhitungannya :

➤ Data analisis percobaan

Tabel B.9.1 Volume larutan MnO_4^- yang diperlukan pada saat titrasi sampel

Titrasi ke	Konsentrasi awal	Volume Ce^{4+}
1	5 ppm	1,0 mL
2		1,1 mL
3		0,9 mL
$V_{\text{rata-rata}}$		1,0 mL

- Perhitungan konsentrasi Fe^{2+} yang diperoleh

$$\begin{aligned} N_1 \cdot V_1 &= N_2 \cdot V_2 \\ 0,0008695 \cdot (1-0,5) \text{ mL} &= N_2 \cdot 5 \text{ mL} \\ N_2 &= 0,00008695 \text{ N} \end{aligned}$$

Karena nilai ekuivalen $\text{Fe}^{2+} = 1$ maka molaritasnya adalah

$$\begin{aligned} \text{Molaritas} &= \frac{\text{Normalitas}}{\text{ekuivalen}} \\ \text{Molaritas} &= \frac{0,00008695 \text{ N}}{1} \end{aligned}$$

$$\text{Molaritas} = 0,00008695 \text{ mol/L}$$

sehingga kadar Fe^{2+} dalam ppm adalah

$$\begin{aligned} \text{Ppm Fe}^{2+} &= \text{Molaritas} \times \text{Ar Fe}^{2+} \times 10^3 \\ \text{Ppm Fe}^{2+} &= 0,00008695 \text{ mol/L} \times 55,85 \text{ gram/mol} \times 10^3 \\ \text{Ppm Fe}^{2+} &= 4,8561 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

- Perhitungan % Recovery

$$\% \text{ Recovery} = 100 - \left(\frac{(\text{C awal} - \text{C percobaan})}{\text{C awal}} \right) \times 100\%$$

$$\% \text{ Recovery} = 100 - \left(\frac{5 \text{ ppm} - 4,8561 \text{ ppm}}{5 \text{ ppm}} \right) \times 100\%$$

$$\% \text{ Recovery} = 97,12 \%$$

B.10. Perhitungan Kadar Fe^{2+} dengan Metode Serimetri

Larutan 5 mL sampel yang telah diketahui kadar Fe^{2+} nya dititrasi dengan menggunakan larutan MnO_4^- yang telah distandarisasi, untuk menentukan persen recovery yang didapat dari metode permanganometri. Berikut perhitungannya :

➤ Data analisis percobaan

Tabel B.10.1 Volume larutan Ce^{4+} yang digunakan pada saat titrasi sampel

Titration to	Initial Concentration	Volume Ce^{4+}
1	5 ppm	2,9 mL
2		2,9 mL
3		3,0 mL
$V_{\text{rata-rata}}$		2,933 mL

➤ Perhitungan konsentrasi Fe^{2+} yang diperoleh

$$N_1 \cdot V_1 = N_2 \cdot V_2$$

$$0,000594185 \cdot (2,933 - 2,2) \text{ mL} = N_2 \cdot 5 \text{ mL}$$

$$N_2 = 0,00008710 \text{ N}$$

Karena nilai ekuivalen $\text{Fe}^{2+} = 1$ maka molaritasnya adalah

$$\text{Molaritas} = \frac{\text{Normalitas}}{\text{ekuivalen}}$$

$$\text{Molaritas} = \frac{0,00008710 \text{ N}}{1}$$

$$\text{Molaritas} = 0,00008710 \text{ mol/L}$$

sehingga kadar Fe^{2+} dalam ppm adalah

$$\text{Ppm } \text{Fe}^{2+} = \text{Molaritas} \times \text{Ar } \text{Fe}^{2+} \times 10^3$$

$$\text{Ppm } \text{Fe}^{2+} = 0,00008710 \text{ mol/L} \times 55,85 \text{ gram/mol} \times 10^3$$

$$\text{Ppm } \text{Fe}^{2+} = 4,8649 \text{ mg/L}$$

➤ Perhitungan % Recovery

$$\% \text{ Recovery} = 100 - \left(\frac{(C \text{ awal} - C \text{ percobaan})}{C \text{ awal}} \right) \times 100\%$$

$$\% \text{ Recovery} = 100 - \left(\frac{5 \text{ ppm} - 4,8649 \text{ ppm}}{5 \text{ ppm}} \right) \times 100\%$$

$$\% \text{ Recovery} = 97,30 \%$$

B.11. Perhitungan Uji t Perbandingan Metode

Hasil yang didapat dilakukan uji t untuk mengetahui apakah ada perbedaan rata-rata yang signifikan dari kedua metode. Berikut adalah perhitungannya :

➤ data analisis kedua metode

Tabel B.11.1 data analisa perolehan ppm kedua metode

Metode	Pengulangan			Rata-rata
	1	2	3	
Permanganometri	4,8561	5,8273	3,8849	4,8561
Serimetri	4,6459	4,6459	5,3096	4,8671

Tabel B.11.2 Pengolahan data uji t metode permanganometri

No	x_i	\bar{x}	$x_i - \bar{x}$	$(x_i - \bar{x})^2$
1	4,8561	4,8561	0	0
2	5,8273		0,9712	0,9432
3	3,8849		-0,9712	0,9432
Jumlah				1,8865

Perhitungan standar deviasi permanganometri

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n_1 - 1}}$$

$$SD = \sqrt{\frac{1,8865}{3 - 1}} = 0,9712$$

Tabel B.11.3 Pengolahan data uji t metode serimetri

No	x_i	\bar{x}	$x_i - \bar{x}$	$(x_i - \bar{x})^2$
1	4,6459	4,8671	-0,2212	0,0489
2	4,6459		-0,2212	0,0489
3	5,3069		0,4424	0,1957
Jumlah				0,2936

Perhitungan standar deviasi serimetri

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n_1 - 1}}$$

$$SD = \sqrt{\frac{0,2936}{3 - 1}} = 0,3832$$

➤ Perhitungan simpangan baku gabungan

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

$$S = \sqrt{\frac{(3 - 1)0,9712^2 + (3 - 1)0,3832^2}{(3 + 3 - 2)}} = 0,7382$$

➤ Perhitungan t_{hitung} dan derajat kebebasan

$$t_{\text{hitung}} = \frac{\bar{x}_1 - \bar{x}_2}{S \sqrt{\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2}}}$$

$$t_{\text{hitung}} = \frac{4,8671 - 4,8561}{0,7382 \sqrt{\frac{1}{3} + \frac{1}{3}}}$$

$$t_{\text{hitung}} = 0,018$$

$$\begin{aligned} \text{Derajat kebebasan} &= n_1 + n_2 - 2 \\ &= 3 + 3 - 2 \\ &= 4 \end{aligned}$$

Pernyataan :

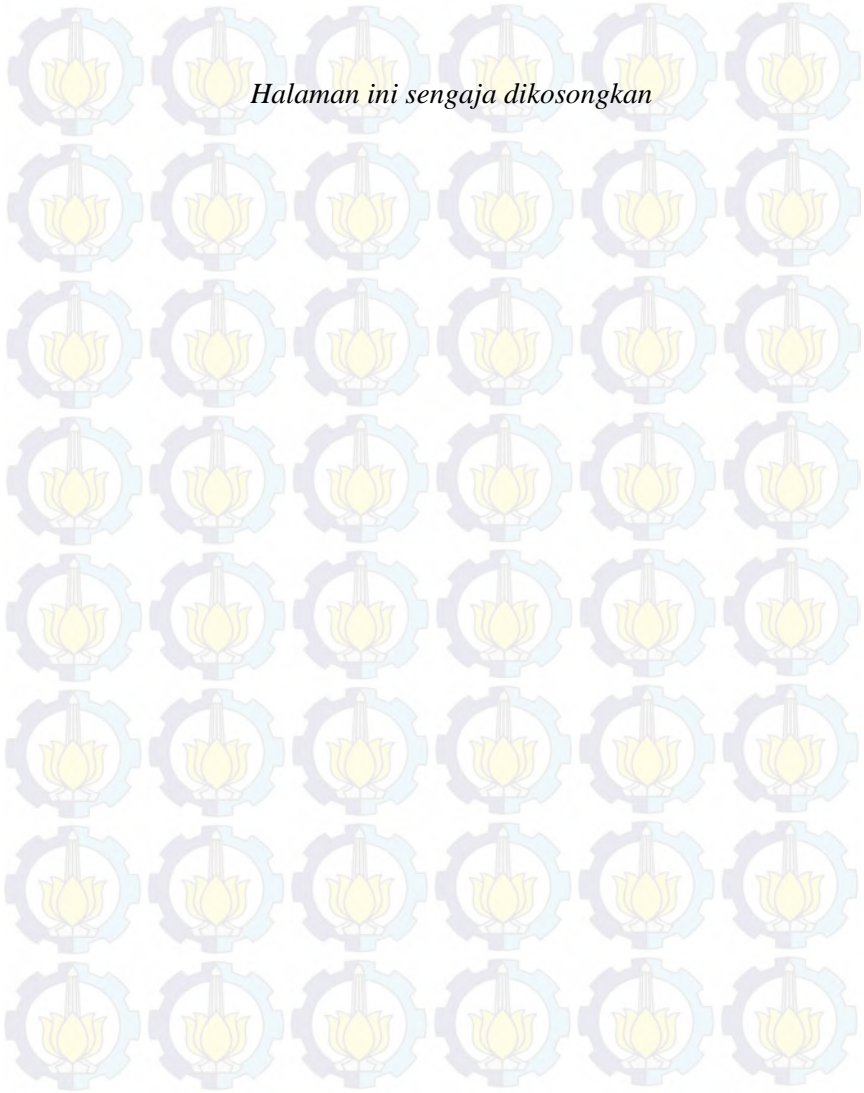
H_0 : tidak ada perbedaan rata-rata antara hasil pengukuran dengan metode permanganometri dan sermetri

H_1 : ada perbedaan rata-rata antara hasil pengukuran dengan metode permanganometri dan sermetri

Tabel B.11. 4 Tabel uji t

Nilai t untuk selang kepercayaan	90 %	95 %	98 %	99 %
Nilai kritis t pada harga P	0,10	0,05	0,02	0,01
Derajat Kebebasan				
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

Halaman ini sengaja dikosongkan



BIODATA PENULIS



Penulis lahir di kota Bangkalan, Jawa Timur 20 Juni 1994, anak sulung dari dua bersaudara dari pasangan Bapak Achmad Farid Alwajdi dan Ibu Lilik Ristiowati. Pendidikan Dasar ditempuh pada tahun 2000 di Madrasah Ibtidaiyah Negeri Model Kamal, Pendidikan Menengah pada tahun 2006 di Sekolah Menengah Pertama Negeri 1 Kamal, dan Sekolah Menengah Atas Negeri II Bangkalan pada tahun 2009. Penulis melanjutkan pendidikan tinggi di Jurusan Kimia Fakultas MIPA Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) Surabaya pada tahun 2012. Selama menempuh pendidikan di ITS, penulis aktif berorganisasi. Penulis pernah menjabat sebagai staff PSDM bidang Upgrading HIMKA-ITS periode 2013-2014 dan sebagai Ketua Divisi Internalisasi BEM FMIPA-ITS periode 2014-2015. Penulis menyelesaikan studi di Jurusan Kimia FMIPA ITS dengan mengambil Tugas Akhir berjudul “Perbandingan Metode Analisis Permanganometri dan Serimetri dalam Penentuan Kadar Besi(II)”. Penulis dapat diajak berdiskusi dan dihubungi melalui email andhikaputra221@gmail.com