



**SKRIPSI**

**STUDI PENGARUH ION  $Al^{3+}$  TERHADAP ANALISA BESI  
DENGAN PENGOMPLEKS 1,10-FENANTROLIN PADA pH  
4,5 DENGAN MENGGUNAKAN SPEKTRIFOTOMETRI  
UV-Vis**

**SITI KHOLILAH  
NRP. 1410 100 703**

**Dosen Pembimbing  
Drs. Djarot Sugiarto KS, MS**

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2015**



## **FINAL PROJECT**

**STUDY EFFECT OF ION  $Al^{3+}$  IN ANALYSIS OF IRON(II) WITH  
1,10-PHENANTHROLINE COMPLEXING AGENTS AT pH 4,5  
BY USING SPECTROPHOMETRY UV-Vis**

**SITI KHOLILAH  
NRP. 1410 100 703**

**Advisor Lecturer  
Drs. Djarot Sugiarso KS, MS**

**DEPARTEMENT OF CHEMISTRY  
FACULTY OF MATHEMATICS AND NATURAL SCIENCES  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2015**

# LEMBAR PENGESAHAN

## STUDI PENGARUH ION $Al^{3+}$ TERHADAP ANALISA BESI DENGAN PENGOMPLEKS 1,10- FENANTROLIN PADA pH 4,5 DENGAN MENGUNAKAN SPEKTROFOTOMETRI UV-Vis

### SKRIPSI

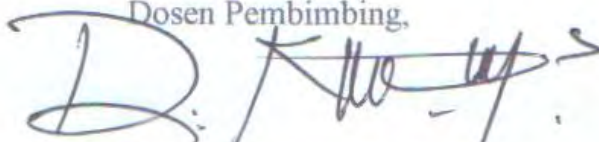
Oleh:

SITI KHOLILAH  
NRP. 1410 100 703

Surabaya, 30 Januari 2015

Menyetujui:

Dosen Pembimbing,



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

Mengetahui:

Ketua Jurusan Kimia,



Hamzah Fansuri, M.Si, Ph.D  
NIP. 19691017 199412 1 001

# STUDI PENGARUH ION $Al^{3+}$ TERHADAP ANALISA BESI DENGAN PENGOMPLEKS 1,10- FENANTROLIN PADA pH 4,5 DENGAN MENGUNAKAN SPEKTROFOTOMETRI UV-Vis

**Nama** : Siti Kholilah  
**NRP** : 1410 100 703  
**Jurusan** : Kimia  
**Dosen Pembimbing** : Drs. Djarot Sugiarso K.S., MS

## Abstrak

Analisa senyawa kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan penambahan ion  $Al^{3+}$  pada pH 4,5 menggunakan spektrofotometer UV-Vis telah dilakukan. Penelitian dilakukan dengan penentuan panjang gelombang maksimum dengan  $Fe^{3+}$  tereduksi dengan natrium tiosulfat, kemudian dikomplekskan dengan 1,10-Fenantrolin sehingga memberikan warna merah jingga dengan warna komplementer hijau pada spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 380-780 nm. Pada penelitian ini, menghasilkan panjang gelombang maksimum 510 nm. Penentuan kurva kalibrasi untuk mengetahui persamaan regresi dan kelinieritas. Linearitas penelitian ini menghasilkan koefisien korelasi  $r^2$  sebesar, yaitu 0,9912. Penambahan ion  $Al^{3+}$  dalam analisa ini terbukti mengganggu pada konsentrasi  $Al^{3+}$  0,09 ppm. Hal ini ditunjukkan dengan %Recovery sebesar 79,95%, RSD sebesar 1,672 ppt, dan CV sebesar 0,1672%

**Kata Kunci:** Fe(III), 1,10-Fenantrolin, Natrium Tiosulfat, Buffer Asetat,  $Al^{3+}$ , Spektrofotometer UV-Vis

**STUDY EFFECT OF ION  $Al^{3+}$  IN ANALYSIS OF IRON(II)  
WITH 1,10-PHENANTHROLINE COMPLEXING AGENTS  
AT pH 4,5 BY USING SPECTROPHOMETRY UV-Vis**

**Name** : Siti Kholilah  
**NRP** : 1410 100 703  
**Departement** : Chemistry  
**Advisor Lecturer** : Drs. Djarot Sugiarso K.S., MS

**Abstrack**

Analysis of complexes of iron(II)-phenantroline with reducing agent natrium thiosulfate at pH 4,5 with spectrophotometer UV-Vis by addition of  $Al^{3+}$  ions was invastigated. Research was carried out by the determination of the maximum waveleght with  $Fe^{3+}$  was reduced with sodium thiosulfate, and complexed with 1,10-phenanthroline, which give orange-red colors with a complementary color green in spectrophotometer UV-Vis of 380-780 nm. In this research, produced maximum wavelength of 510 nm. Furthermore, the determination of calibratin curve and linearity was determined. The linearity of this study resulted in a correlation coefficient of  $r^2$ , which was 0,9912. The addition of  $Al^{3+}$  that begin to interfere at a concentration of 0,09 ppm with %Recovery, RSD, and CV value which is 79,95%, 1,672 ppt, and 0,1672%.

**Keyword:**  $Fe^{3+}$  , 1,10-phenanthroline, Sodium Thiosulfate,  $Al^{3+}$   
Buffer, Spectrophotometer UV-Vis

## KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Allah SWT yang selalu melimpahkan rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan dengan baik rancangan tugas akhir yang berjudul “**STUDI PENGARUH ION  $Al^{3+}$  TERHADAP ANALISA BESI DENGAN PENGOMPLEKS 1,10-FENANTROLIN PADA pH 4,5 MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETRI UV-Vis**”. Tulisan ini tidak akan terwujud tanpa bantuan, dukungan, doa serta dorongan semangat dari semua pihak. Oleh karena itu, penulis berterima kasih kepada:

1. Bapak Drs. Djarot Sugiarso K. S., MS selaku dosen pembimbing sekaligus dosen wali atas bimbingan selama proses penyusunan Tugas Akhir
2. Bapak Hamzah Fansuri, M.Si, Ph.D. selaku Ketua Jurusan Kimia atas fasilitas yang telah diberikan hingga rancangan tugas akhir ini dapat terselesaikan.
3. Bapak Masyhuri Ayyatullah yang selalu memberikan motivasi spiritualnya. Teman-teman CSSMoRA ITS 2010, C-28 yang selalu membantu, memberikan semangat, doa dan dukungannya.

Penulis menyadari bahwa penelitian ini tidak lepas dari kekurangan, sehingga penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun dari pembaca. Semoga penelitian ini memberikan manfaat bagi penulis dan pembaca.

Surabaya, 30 Januari 2015

Penulis

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	<b>i</b>
<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	<b>ii</b>
<b>LEMBAR PENGESAHAN</b> .....	<b>iv</b>
<b>PERSEMBAHAN</b> .....	<b>v</b>
<b>ABSTRAK</b> .....	<b>vi</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>vii</b>
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	<b>viii</b>
<b>DAFTAR ISI</b> .....	<b>ix</b>
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	<b>xi</b>
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	<b>xii</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	<b>xiii</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN</b> .....	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Permasalahan.....	3
1.3 Tujuan.....	3
1.4 Manfaat.....	3
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	<b>5</b>
2.1 Besi.....	5
2.2 Senyawa Kompleks Besi.....	5
2.3 Senyawa 1,10-Fenantrolin.....	7
2.4 Senyawa Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .....	8
2.5 Aluminium.....	8
2.6 Larutan Buffer.....	10
2.7 Spektrofotometri UV-Vis.....	11
2.7.1 Sumber Cahaya.....	12
2.7.2 Monokromator.....	12
2.7.3 Cuplikan.....	13
2.7.4 Detektor.....	13
2.7.5 Penguat.....	13
2.8 Radiasi Elektromagnetik.....	14
2.9 Hukum Lambert-Beer.....	14

2.10 Metode Validasi .....	16
2.10.1 Linearitas .....	16
2.10.2 Akurasi.....	17
2.10.3 Presisi.....	17

### **BAB III METODOLOGI PERCOBAAN ..... 19**

3.1 Alat .....	19
3.2 Bahan.....	19
3.3 Prosedur.....	19
3.3.1 Pembuatan Larutan Standar Fe(III) 100 ppm .....	19
3.3.2 Pembuatan Larutan Kerja Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	19
3.3.3 Pembuatan Larutan 1,10-Fenantrolin.....	19
3.3.4 Pembuatan Larutan Buffer Asetat pH 4,5 .....	20
3.3.5 Pembuatan Larutan Al <sup>3+</sup> 100 ppm.....	20
3.3.6 Pembuatan Larutan Al <sup>3+</sup> 10 ppm.....	20
3.3.7 Pembuatan Blanko .....	20
3.3.8 Reaksi antara ion Al <sup>3+</sup> and 1,10-fenantrolin .....	20
3.3.9 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum .....	20
3.3.10 Penentuan Kurva kalibrasi .....	21
3.3.11 Penentuan Pengaruh ion Al <sup>3+</sup> pada Senyawa Kompleks Fe(II)-Fenantrolin.....	21

### **BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN..... 23**

4.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Fe(II)- Fenantrolin pada pH 4,5.....	23
4.2 Menentukan Kurva Kalibrasi Senyawa Kompleks Fe(II)- Fenantrolin Dengan Pereduksi Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	28
4.3 Penentuan Pengaruh ion Al <sup>3+</sup> pada Kompleks Fe(II)- Fenantrolin pada pH.....	30

### **BAB V KESIMPULAN..... 35**

### **DAFTAR PUSTAKA**



## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Daerah Spektrum Elektromagnetik .....	11
Tabel 2.2 Pereaksi Pengompleks Fe(II).....	13
Tabel 4.1 Data Absorbansi Kompleks Fe(II)-Fenantrolin.....	29
Tabel 4.2 Hasil Pengujian Penambahan Ion Al <sup>3+</sup> Terhadap Senyawa Kompleks Fe(II)-Fenantrolin .....	32
Tabel 4.3 Perhitungan %Recovery, RSD (ppt), dan CV (%) .....	33

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Reaksi $\text{Fe}^{2+}$ dengan 1,10-Fenantrolin .....	6
Gambar 2.2 Senyawa Pengompleks 1,10-Fenantrolin.....	7
Gambar 2.3 Logam Aluminium .....	9
Gambar 2.4 Bagian Spektrofotometer UV-Vis .....	12
Gambar 4.1 Kurva Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Fe(II)-Fenantrolin pada Panjang Gelombang 400-600 nm dengan range 5 nm.....	25
Gambar 4.2 Penyempitan Kurva Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Fe(II)-Fenantrolin antara panjang gelombang 490-520 nm.....	26
Gambar 4.3 Larutan Fe(II)-Fenantrolin dengan Panjang Gelombang Maksimum 510 nm.....	27
Gambar 4.4 Larutan Fe(II)-Fenantrolin yang telah diukur Absorbansinya dengan Konsentrasi 1, 2, 3, 4, dan 5 ppm .....	29
Gambar 4.5 Kurva Kalibrasi Senyawa Kompleks Fe(II)- Fenantrolin .....	30
Gambar 4.6 Larutan Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Penambahan Ion $\text{Al}^{3+}$ pada Konsentrasi 0,05; 0,06; 0,07; 0,08; 0,09; 0,1 ppm .....	32
Gambar 4.7 Kurva Hubungan %Recovery dengan Konsentrasi Ion $\text{Al}^{3+}$ dalam Analisa Besi .....	33
Gambar 4.8 Hasil reaksi Antara Ion $\text{Al}^{3+}$ dengan 1,10-Fenantrolin .....	34

# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **1.1 Latar Belakang**

Besi (Fe) merupakan salah satu logam dengan kelimpahan yang sangat besar kedua di bumi. Besi juga mempunyai peranan yang sangat besar pula bagi manusia dalam kehidupan sehari-hari. Di alam, besi berada dalam bentuk senyawanya sebagai bijih besi yang mengandung  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (hematit),  $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$  (limonit),  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (magnetit),  $\text{FeCO}_3$  (siderit), dan  $\text{FeS}_2$  (pirit). Dalam tubuh manusia, besi ditemukan dalam darah yang biasa disebut dengan hemoglobin (Firdausi, 2011).

Besi mempunyai bilangan oksidasi  $\text{Fe}^{3+}$  dan  $\text{Fe}^{2+}$  yang bisa mempengaruhi transport oksigen dari paru-paru ke seluruh tubuh (Firdausi, 2011). Ion  $\text{Fe}^{2+}$  (ferro) bersifat kurang stabil, sehingga untuk lebih menstabilkan dan bisa diamati dengan spektrofotometri UV-Vis perlu senyawa pengompleks, seperti senyawa pengompleks 1,10-Fenantrolin (Liyana, 2011).

Senyawa 1,10-Fenantrolin merupakan suatu ligan jenis feroid yang mengandung cincin piridin pada masing-masing cincin benzene yang akan memberikan serapan transisi elektronik pada daerah spektrofotometri UV-Vis. Ligan yang bertipe feroid merupakan ligan yang mempunyai kemampuan membentuk senyawa kompleks yang stabil. Ligan ini juga mempunyai kemampuan menstabilkan ion logam pada bilangan oksidasi rendah seperti Ion  $\text{Fe}^{2+}$ . Ion  $\text{Fe}^{2+}$  yang dikomplekskan terhadap senyawa 1,10-Fenantrolin akan menghasilkan puncak pada spektra transisi elektronik UV-Vis.

Kadar besi dapat ditentukan dengan menggunakan spektrofotometri UV-Vis dengan mereduksi  $\text{Fe}^{3+}$  menjadi  $\text{Fe}^{2+}$  dengan reagen pereduksi natrium tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) dan senyawa pengompleks 1,10-Fenantrolin. Penelitian ini menggunakan agen pereduksi natrium tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) karena senyawa ini merupakan senyawa pereduksi yang kuat (Pritasari, 2010), sedangkan agen pengompleks 1,10-Fenantrolin dari beberapa peneliti membuktikan bahwa senyawa pengompleks ini merupakan pengompleks yang sangat baik untuk besi. Besi

dikompleksan dengan 1,10-Fenantrolin akan menghasilkan warna merah jingga yang disebabkan oleh kation kompleks  $[\text{Fe}(\text{C}_{18}\text{H}_{18}\text{N}_2)_2]^{2+}$  dalam larutan asam dengan kisaran pH 2-9. Oleh karena itu, dapat dilakukan dalam larutan asam maupun basa (Vogel, 1990).

Metode analisis besi dengan menggunakan spektrofotometri UV-Vis karena metode ini sangat sederhana, praktis, murah dan teliti. Metode ini biasanya dilakukan dengan membandingkan nilai absorbansi larutan uji dengan absorbansi larutan baku (Liyana, 2011).

Pada penelitian sebelumnya, analisis besi dengan senyawa pengompleks 1,10-Fenantrolin digunakan untuk menentukan komposisi kompleks dan absorbtivitas molar pada panjang gelombang maksimum dengan menggunakan persamaan Lambert-Beer. Pada tahun 2000, Malik juga melakukan penelitian menggunakan senyawa 1,10-Fenantrolin. Senyawa tersebut diabsorb dengan mikrokristalin naftalena dalam media TPB (*tetraphenylborate*) yang mempunyai  $\lambda_{\text{max}}$  515 nm. Penentuan besi secara spektrofotometri UV-Vis dengan menggunakan pengompleks 1,10-Fenantrolin diperlukan zat pereduksi untuk mereduksi  $\text{Fe}^{3+}$  menjadi  $\text{Fe}^{2+}$ . Pereduksi yang sering digunakan antara lain adalah Natrium tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) (Malik, 2000).

Berdasarkan hasil dari penelitian sebelumnya, dilakukan penelitian mengenai Fe dengan menggunakan spektrofotometri UV-Vis dengan reduktor Natrium tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) dan senyawa pengompleks 1,10-Fenantrolin dalam suasana asam dengan ion yang berbeda. Pada tahun 2005, Anggraeny melakukan analisis besi dengan ion  $\text{Cu}^{2+}$  yang mulai mengganggu pada konsentrasi 0,9 ppm. Tahun 2005, Anwar melakukan analisis besi dengan ion  $\text{Co}^{2+}$  yang mulai mengganggu pada konsentrasi 0,2 ppm. Penelitian tersebut menggunakan ion logam transisi. Selain golongan logam transisi, logam non-transisi juga dapat mempengaruhi analisa besi dalam senyawa kompleks Fe(II)-Fenantrolin. Meskipun demikian, logam-logam tersebut dapat bertindak sebagai ion dalam analisis besi seperti logam Al (Basset dkk, 1991). Reaksi antara ion  $\text{Al}^{3+}$  dengan 1,10-

fenantrolin menghasilkan campuran tidak berwarna, sehingga hasil reaksi tersebut bukan merupakan senyawa kompleks. Hal ini disebabkan ion  $Al^{3+}$  merupakan bukan ion logam golongan transisi, melainkan ion logam golongan IIIA. Pada penelitian ini, ion  $Al^{3+}$  berfungsi sebagai ion yang mempengaruhi analisa Fe(II)-Fenantrolin. Logam yang bisa membentuk senyawa kompleks adalah logam yang berwarna dan termasuk logam golongan transisi, seperti logam Fe.

Ion  $Al^{3+}$  dapat mengganggu analisa Fe(II)-Fenantrolin dengan menurunkan absorbansi. Hal ini disebabkan semakin bertambahnya konsentrasi ion  $Al^{3+}$ , maka intensitas warna yang dihasilkan semakin berkurang, sehingga nilai absorbansi semakin menurun.

Oleh karena itu, akan dilakukan analisis besi dan pengompleks 1,10-Fenantrolin dengan ion  $Al^{3+}$  secara spektrofotometer UV-Vis.

## **1.2 Permasalahan**

Pada penelitian ini, apakah dengan adanya ion  $Al^{3+}$  dapat mengganggu analisa Fe dengan pengompleks 1,10-Fenantrolin dan pereduksi natrium tiosulfat ( $Na_2S_2O_3$ ) pada pH 4,5 dalam proses analisa besi dengan spektrofotometri UV-Vis.

## **1.3 Tujuan**

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui seberapa besar konsentrasi ion  $Al^{3+}$  mulai mengganggu analisa Fe dengan senyawa pengompleks 1,10-Fenantrolin dan pereduksi natrium tiosulfat ( $Na_2S_2O_3$ ) pada pH 4,5 secara spektrofotometri UV-Vis.

## **1.4 Manfaat**

Manfaat dari penelitian ini adalah memberikan informasi mengenai pengaruh ion  $Al^{3+}$  sebagai dalam proses analisa besi dengan senyawa pengompleks 1,10-Fenantrolin dan pereduksi natrium tiosulfat ( $Na_2S_2O_3$ ) pada pH 4,5 secara spektrofotometri UV-Vis.

## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1 Besi**

Besi juga merupakan logam dengan kelimpahan kedua di bumi sekitar 5% (Al Okab and Galil, 2012). Bijih utama dari besi adalah  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (hematit) sebanyak 69,94% Fe dan 30,06%  $\text{O}_2$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (magnetit) sebanyak 72,4% Fe dan 27,6%  $\text{O}_2$ ,  $\text{FeO}(\text{OH})$  (limonit) sebanyak 62,9% Fe dan 27%  $\text{O}_2$ , 10,1%  $\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{FeTiO}_3$  ilmenit sebanyak 36,8% Fe, 31,6% Ti dan 31,6% Ti, serta  $\text{FeCO}_3$  (siderit) sebanyak 48,2% Fe dan 81,8%  $\text{CO}_2$  (Considine dan Considine, 1984). Besi murni adalah logam besi berwarna putih keperakkan. Logam besi melebur pada temperatur  $1535^\circ\text{C}$ . Besi merupakan salah satu logam yang cukup reaktif. Besi murni komersial jarang ditemui. Besi mengandung karbida, fosfida dan sulfida. Kandungan tersebut mempunyai peranan penting dalam kekuatan struktur besi (Vogel, 1990).

Bilangan oksidasi besi (Fe) yang utama adalah (+2) dan (+3). Bilangan oksidasi yang paling stabil adalah (+II). Besi murni biasanya berwarna keperakkan, tidak keras, dan reaktif. Logam besi mudah mengalami oksidasi menghasilkan produk  $\text{Fe}(\text{III})$  oksidahidrat dalam lingkungan lembab. Senyawa yang dapat mereduksi  $\text{Fe}^{3+}$  menjadi  $\text{Fe}^{2+}$  yaitu Zn,  $\text{Sn}^{2+}$ ,  $\text{SO}_2$ ,  $\text{NH}_3\text{OHCl}$ , hidrasin,  $\text{H}_2\text{S}$ , natrium tiosulfat, vitamin C dan hidrokuinon. Memilih senyawa pereduksi tergantung pada keasaman dan tergantung pada ada tidaknya senyawa yang ada pada cuplikan (Othmer, 1979).

Logam besi juga bersifat sebagai penghantar listrik dan panas yang baik, dapat membentuk logam paduan dengan logam lainnya atau *alloy* (Pallar, 1994).

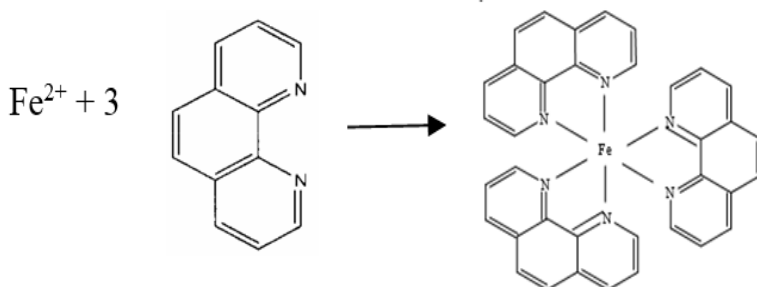
#### **2.2 Senyawa kompleks besi**

Senyawa kompleks adalah senyawa gabungan yang terdiri dari ion atom pusat dengan 2 atau lebih atom ligan. Senyawa kompleks membentuk ikatan koordinasi karena ligan-ligan terikat pada ion pusatnya.

Pembentukan senyawa kompleks koordinasi karena adanya perpindahan satu atau lebih pasangan elektron dari ligan ke ion logam. Ligan bertindak sebagai ion pemberi elektron dan ion logam sebagai penerima elektron. Adanya perpindahan elektron menyebabkan pasangan elektron menjadi milik ion pusat dan ligan.

Ion  $\text{Fe}^{2+}$  yang bereaksi dengan ligan 1,10-Fenantrolin membentuk senyawa kompleks yang stabil berwarna merah jingga pada pH sekitar 2-9 (Lazic et al, 2010). Warna yang dihasilkan tersebut disebabkan karena ion logam yang mempunyai orbital d kosong atau berisi sebagian. Sehingga, orbital dapat berpindah dari orbital satu ke orbital yang lain. Dalam perpindahan elektron tersebut, elektron menyerap panjang gelombang tertentu.

Pembentukan senyawa kompleks  $\text{Fe(II)}$ -Fenantrolin terjadi antara ion pusat  $\text{Fe}^{2+}$  dengan ligan 1,10-Fenantrolin yang mengandung gugus  $-\text{N}=\text{C}-\text{C}=\text{N}-$ . Hal ini disebabkan ligan 1,10-Fenantrolin mempunyai kemampuan membentuk senyawa kompleks berwarna yang cukup stabil yang diperoleh dari hasil koordinasinya dengan  $\text{Fe}^{2+}$ . Kedua atom nitrogen yang ada pada ligan 1,10-Fenantrolin membentuk ikatan kovalen dengan ion  $\text{Fe}^{2+}$  karena atom N mempunyai atom bebas (Hidayati, 2010). Tiga molekul 1,10-Fenantrolin bereaksi dengan ion  $\text{Fe}^{2+}$  membentuk senyawa kompleks disebut dengan feroin. Seperti yang ditunjukkan pada gambar 2.1 di bawah ini:

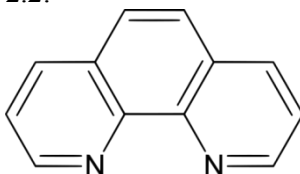


**Gambar 2.1** Reaksi  $\text{Fe}^{2+}$  dengan 1,10-Fenantrolin  
(Gurupadayya et al, 2013)

Feroin sebagai indikator redoks yang baik. Kelebihan feroin adalah warna yang sangat tajam, larutan mudah dibuat, bentuk teroksidasi dari feroin tahan terhadap zat pengoksidasi kuat (Rivai, 1995).

### 2.3 Senyawa Pengompleks 1,10-Fenantrolin

Senyawa 1,10-Fenantrolin sering digunakan sebagai ligan dalam kimia analitik dan kimia koordinasi (Chelucci et al, 2007). Senyawa kompleks yang dibentuk dengan ligan bidentat seperti 1,10-Fenantrolin atau bisa disebut orto-fenantrolin yang dapat dilihat pada gambar 2.2:



**Gambar 2.2 Senyawa kompleks 1,10-Fenantrolin (Shabaan et al, 2012)**

Misalnya, senyawa kompleks  $[\text{Fe}(\text{phen})_3]^{2+}$ . Senyawa kompleks  $[\text{Fe}(\text{phen})_3]^{2+}$  berwarna merah jingga yang dapat digunakan untuk analisa besi, serta indikator dalam titrasi oksidimetri karena absorptivitas molarnya yang tinggi dan stabilitas tinggi pada larutan asam, serta potensial oksidasinya yang reversibel (Schilt, 1969).

Ligan 1,10-Fenantrolin yang bisa dikenal dengan nama 4,5-diazophenantren monohidrat dengan rumus  $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{O}_2$  mengandung gugus  $\alpha$ -diimin (Hidayati, 2010), mempunyai titik leleh  $93,5^\circ\text{C}$ , titik didih  $94^\circ\text{C}$ , sangat larut di dalam air dingin (MSDS, 2013). Senyawa ini mudah mengalami oksidasi dari  $[\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$  membentuk  $[\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$ , apabila bereaksi dengan asam kuat. Kestabilan besar akibat adanya orbital ikatan  $\pi$  antara logam dan energi rendah orbital ikatan  $\pi^*$  terhadap ligan.  $\text{Fe}^{3+}$  tidak mempunyai efek, sehingga harus direduksi menjadi keadaan bivalen yaitu  $\text{Fe}^{2+}$  dengan hidroksilamina hidroklorida jika 1,10-Fenantrolin digunakan untuk menguji besi (Vogel, 1990). Senyawa 1,10-Fenantrolin dapat membentuk kompleks yang



berwarna dengan  $\text{Fe}^{3+}$  dan  $\text{Fe}^{2+}$ . Akan tetapi 1,10-Fenantrolin lebih intensif ketika direaksikan dengan  $\text{Fe}^{2+}$  daripada dengan  $\text{Fe}^{3+}$ . Oleh karena itu, diperlukan senyawa pereduksi ke dalam senyawa  $\text{Fe}^{3+}$  (Rifki, 2013)

#### **2.4 Senyawa pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$**

Senyawa pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  berfungsi untuk mereduksi  $\text{Fe}^{3+}$  dan termasuk pereduksi kuat. Natrium tiosulfat berupa kristal putih pentahidrat, titik leburnya  $48^\circ\text{C}$ , larut dalam air. Pada umumnya senyawa ini digunakan pada proses fiksasi dalam fotografi dan penyulingan dari bijih, industri kertas, tekstil, pemurnian gas dan industri perawatan air

Natrium tiosulfat merupakan senyawa pereduksi yang juga sumber ion tiosulfat ( $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ ) yang dapat memecah garam perak. Besarnya daya reduksi suatu senyawa dapat dinyatakan dalam absorbansi yang berhubungan dengan hukum Lambert-Beer, dimana nilai absorbansi sebanding dengan konsentrasi yang sama.

Larutan natrium tiosulfat dapat membentuk larutan lewat jenuh, artinya jumlah zat terlarut lebih banyak daripada larutan jenuh. Larutan natrium tiosulfat dapat diperoleh dari mendinginkan larutan jenuhnya (Sukardjo, 1990). Natrium tiosulfat dapat larut dalam air, dapat melarutkan larutan tiosulfat dari Pb, Ag, dan Ba (Vogel, 1990).

#### **2.5 Aluminium**

Aluminium berasal dari bahasa latin “alumen” yang berate garam pahit. Oleh Humphry Davy, logam dari garam rangkap bernama “aluminium”, dan berubah menjadi “aluminum”, dan terakhir berubah menjadi “aluminium” (Sugiyarto dan Sugiyanti, 2010).



**Gambar 2.3 Logam Aluminium**

Aluminium merupakan jenis logam yang berada di golongan III A dan periode 3. Aluminium berupa logam padatan putih yang dapat ditempa, berwarna abu-abu jika dalam kondisi serbuk. Logam ini melebur pada temperatur  $659^{\circ}\text{C}$ . Aluminium akan teroksidasi jika permukaannya terkena udara bebas. Mudah larut dalam asam klorida encer, tetapi larut lebih lambat dengan asam sulfat encer atau asam nitrat encer (Vogel, 1990).

Aluminium yang mempunyai konfigurasi elektron  $[\text{}_{10}\text{Ne}] 3s^2 3p^1$  mempunyai tingkat oksidasi +3. Selain itu, mempunyai sifat yang tahan terhadap korosi, hal ini disebabkan dari reaksi antara logam aluminium dengan oksigen udara yang menghasilkan oksida yaitu  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Senyawa  $\text{Al}_2\text{O}_3$  merupakan senyawa yang mempunyai lapisan non pori dan mempunyai kemampuan membungkus permukaan logam, oleh karena itu proses korosi tidak dapat terjadi (Sugiyarto dan Suyanti, 2010).

Aluminium berwarna putih mengkilat dan mempunyai titik leleh tertinggi sekitar  $660^{\circ}\text{C}$ , dengan densitas sebesar  $2,73 \text{ g/cm}^3$ . Aluminium juga merupakan konduktor panas dan listrik yang baik (Sugiyarto dan Suyanti, 2010). Aluminium mempunyai bentuk trivalen yang ion-ionnya membentuk garam yang tidak berwarna dengan anion yang tidak berwarna. Larutan aluminium dengan anion halida, nitrat, dan sulfat larut dalam air (Vogel, 1990).

Logam aluminium dapat digunakan untuk bahan pembuat pesawat dan bahan bangunan, bahan anti sumbat. Logam

aluminium yang bereaksi dengan natrium hidroksida dalam keadaan basah akan menghasilkan gas hidrogen yang mempunyai tekanan tinggi, sehingga mampu mendorong pipa yang tersumbat.

Aluminium oksida merupakan oksida amfoter, berarti dapat bereaksi dengan senyawa asam kuat maupun basa kuat. Aluminium oksida dikenal dengan “korundum” atau bahan ampelas, juga dapat digunakan sebagai perhiasan jika diberi zat pengotor menghasilkan manikam. Selain itu, Aluminium oksida yang berupa bubuk putih dapat digunakan pada system kromatografi (Onggo, 2002).

## 2.6 Larutan buffer

Larutan buffer merupakan larutan yang mempunyai kemampuan untuk mempertahankan pH akibat adanya reaksi asam, basa, maupun pengenceran oleh air (Vogel, 1990). Air maupun larutan garam yang bersifat basa kuat atau asam kuat sangat peka terhadap suatu penambahan asam atau basa, sehingga pH larutan bisa berubah. Misalnya, satu tetes HCL dalam 1 Liter air, maka akan merubah pH larutan dari pH 7,0 menjadi sekitar 3,2. pH larutan natrium asetat tahan terhadap penambahan larutan asam, sedangkan larutan ammonium klorida tahan terhadap penambahan larutan basa. Larutan yang berisi asam lemah dengan garamnya atau basa lemah dengan garamnya mempunyai nilai pH tetap apabila ditambahkan sedikit asam atau basa, oleh karena itu larutan ini disebut dengan larutan buffer (Sukardjo, 1990).

Larutan buffer mengandung asam lemah dan garamnya, maka reaksi kesetimbangan disosiasinya:



Sehingga, tetapan kesetimbangan dinyatakan:

$$K_a = \frac{[\text{H}^+][\text{A}^-]}{[\text{HA}]} \quad (2.2)$$

Dimana konsentrasi hidrogen dinyatakan:

$$[\text{H}^+] = K_a \frac{[\text{HA}]}{[\text{A}^-]} \quad (2.3)$$

Asam bebas yang dikandung, tidak terdisosiasi karena munculnya anion  $\text{A}^-$  yang berjumlah besar yang dihasilkan garamnya. Sehingga konsentrasi asamnya adalah  $c$ , maka:

$$[\text{H}^+] = K_a \frac{c_a}{c_s} \quad (2.4)$$

$$\text{pH} = \text{p}K_a + \log \frac{c_s}{c_a} \quad (2.5)$$

Penambahan asam kuat, ion hidroksi dari senyawa asam berikatan dengan senyawa basa dalam buffer, sedangkan penambahan basa kuat, ion hidroksi dari basa berikatan dengan asam dalam buffer.

Kemampuan buffer mempertahankan pH karena adanya senyawa asam kuat atau basa kuat disebut dengan kapasitas buffer. Kedua campuran pasangan senyawa asam dan basa harus berada dalam konsentrasi yang cukup, sehingga kemampuan buffer untuk mempertahankan pH bisa maksimal. Rasio asam dan basa berpasangan disebut dengan *buffer ratio* (Vogel, 1990).

## 2.7 Spektrofotometri UV-Vis

Spektrofotometer adalah suatu alat untuk mengukur transmittan dan absorbansi sebagai fungsi panjang gelombang ( $\lambda$ ). Spektroskopi dapat menentukan interaksi antara radiasi elektromagnetik dengan materi sampel, serta mempelajari struktur atom dan molekul. Daerah spektrum elektromagnetik dapat dilihat pada tabel 2.1 di bawah ini:

**Tabel 2.1 Daerah Spektrum Elektromagnetik**

Daerah elektromagnetik	Range panjang gelombang
Ultraviolet jauh	10-200 nm
Ultraviolet dekat	200-400 nm
Cahaya visibel	400-750 nm
Infrared dekat	0,75-2,2 $\mu\text{m}$
Infrared tengah	2,5-50 $\mu\text{m}$
Infrared jauh	50-1000 $\mu\text{m}$

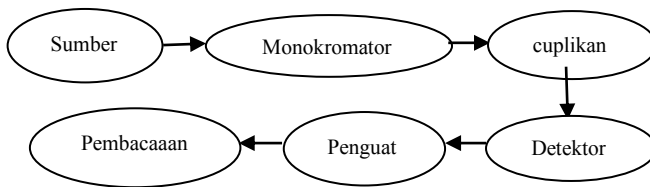
(Behera et al, 2012).

Spektrofotometri digunakan untuk analisa kuantitatif yang didasarkan pembentukan larutan warna (Vis) atau senyawa yang mempunyai gugus kromofor (UV). Aplikasi penggunaan spektrofotometri khususnya spektrofotometri UV-Vis adalah

penentuan besi dengan senyawa pengompleks 1,10-Fenantrolin (Hidayati, 2010).

Spektrofotometer UV-Vis merupakan suatu instrument yang digunakan untuk mengukur absorbansi (A) dan transmittan (T) pada sederetan sampel dengan suatu panjang gelombang tertentu. Absorbansi pada rentang visibel dapat mempengaruhi warna yang terlihat pada sampel (Berkheiser dan Mortland, 1977).

Metode dengan menggunakan spektrofotometri harus mempertimbangkan beberapa aspek seperti, jumlah bahan yang akan digunakan, reaksi senyawa kompleks yang terbentuk, senyawa pereduksi, larutan buffer, kompleks yang terbentuk, larutan standart, dan pemilihan panjang gelombang. Gambar 2.4 menunjukkan bagian-bagian dari spektrofotometri UV-Vis:



**Gambar 2.4 Bagian Spektrofotometer UV-Vis Sinar Tunggal (Underwood, 2002)**

### 2.7.1 Sumber Cahaya

Cahaya dengan energi radiasi yang kontinu yang meliputi daerah spektrum. Pada spektrofotometer UV-Vis, cahaya yang digunakan adalah lampu pijar dengan kawat rambut dari wolfram. Lampu wolfram sekitar memadaai 325 atau 350 nm. Lampu tidak memadaai apabila di bawah panjang gelombang 325 nm (Hidayati, 2010)

### 2.7.2 Monokromator

Monokromator berfungsi untuk mengisolasi berkas sempit panjang gelombang dari spektrum yang disinari oleh sumber sinar. Komponen yang paling penting dalam

monokromator adalah sistem celah dari dispersif. Di mana radiasi yang masuk, lalu dijajarkan oleh lensa, sehingga beras jatuh ke unsur pendispersi yang berupa prisma (Hidayati, 2010).

### 2.7.3 Cuplikan

Cuplikan berada di dalam suatu wadah yang biasanya disebut dengan kuvet. Cuplikan ini berfungsi sebagai gugus yang akan dianalisa (Underwood, 2002).

### 2.7.4 Detektor

Detektor merupakan suatu *transducer* yang berfungsi untuk mengubah energi radiasi cahaya menjadi energy listrik. Detector dapat memberikan kepekaan yang tinggi, respon yang linear terhadap daya radiasi. Detector fotolistrik yang biasa digunakan pada sinar UV-Visibel berupa tabung foton yang hampa udara dan berisi sepasang elektroda (Hidayati, 2010).

### 2.7.5 Penguat

Penguat berfungsi untuk membuat isyarat listrik. Pembacaan untuk menunjukkan besarnya isyarat listrik (Underwood, 2002).

Senyawa pereaksi yang digunakan untuk analisis dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis harus memenuhi syarat antara lain: stabilitas larutan yang tinggi, reduksibilitas reaksi yang tinggi, selektifitas, dan kalibrasi linier sehingga produk mengikuti hukum Lambert-Beer. Beberapa pereaksi pengompleks yang dapat digunakan oleh  $\text{Fe}^{3+}$  ditunjukkan pada Tabel 2.2:

**Tabel 2.2 Pereaksi Pengompleks Fe(II)**

Pengompleks	$E_{\text{maks}} (\text{dm}^3 \text{mol}^{-1} \text{cm}^{-1})$	$\lambda_{\text{maks}}$
2,2'-dipiridil	8000	522
1,10-Fenantrolin	11000	510
4,7-difenil-1,10-Fenantrolin	22400	533
2,4,6-tri(2-piridil)-1,3,5-triazin	22600	595

(Thomas, 1996).

Faktor-faktor lain yang mempengaruhi analisis adalah penambahan pereaksi kecepatan pengadukan dan waktu pembentukan warna (Thomas, 1996).

## 2.8 Radiasi elektromagnetik

Metode analisa spektrofotometri dalam pengujian suatu senyawa didasarkan pada serapan sinar elektromagnetik, dimana besar penyerapan tergantung pada konsentrasi larutan.

Radiasi elektromagnetik merupakan suatu energi yang bersifat partikel dan gelombang. Radiasi elektromagnetik akan bersifat gelombang, maka akan mengikuti hukum gelombang yaitu hukum Herzt. Sehingga, hukum ini berhubungan antara panjang gelombang dengan frekuensi dan kecepatan ini terlihat pada persamaan:

$$\lambda \times \nu = \frac{c}{n} \quad (2.6)$$

dimana  $\lambda$  adalah panjang gelombang,  $c$  adalah kecepatan cahaya,  $\nu$  adalah frekuensi dan  $n$  adalah indeks refraktif dengan perbandingan kecepatan sinar pada media vakum dengan media terukur.

Radiasi elektromagnetik sebagai partikel dapat dinyatakan dalam energi foton. Energi foton berbanding lurus dengan frekuensi dan berbanding terbalik dengan panjang gelombang, yang dinyatakan ke dalam persamaan:

$$E = h \nu = \frac{hc}{\lambda} \quad (2.7)$$

Dimana  $E$  adalah energi foton dan  $h$  adalah tetapan Planck ( $6,625 \times 10^{-24}$  erg/s) (Syahrani, 1990).

Radiasi pada dasarnya adalah proses perambatan suatu energi yang berasal dari sumber energi ke lingkungan. Spektrum gelombang elektromagnetik mencakup tentang suatu rentang frekuensi sumber radiasi. Seperti, Sinar Ultraviolet-Visibel (Swarmardika, 2009).

## 2.9 Hukum Lambert-Beer

Banyaknya radiasi elektromagnetik yang diabsorpsi oleh cuplikan dengan panjang gelombang tertentu dapat dinyatakan dengan hukum Beer-Bouger-Lambert. Penelitian Bouger pada

tahun 1792 dan Lambert 1760 menyatakan bahwa setelah proses absorpsi, radiasi yang diteruskan mengalami penurunan, sedangkan hubungan antara konsentrasi zat pengabsorb dan besarnya absorpsi dirumuskan dalam persamaan Beer dan Bernard pada tahun 1852.

Efek konsentrasi yang berubah terhadap absorpsi, panjang jalan yang melewati cuplikan harus dijaga konstan. Dengan persamaan Bouger-Beer:

$$A = a \cdot b \cdot c \text{ gr/liter}$$

$$\text{atau } A = \epsilon \cdot b \cdot c \text{ mol/liter} \quad (2.8)$$

Dimana  $A$  adalah absorpsi,  $b$  adalah panjang jalan medium,  $c$  adalah konsentrasi,  $a$  adalah tetapan absorptivitas jika  $c$  dalam g/liter, dan  $\epsilon$  adalah tetapan absorptivitas jika  $c$  dalam mol/liter.

Suatu sinar sebelum ( $P_0$ ) dan sesudah ( $P$ ) melewati suatu cuplikan dengan ketebalan  $b$  dan konsentrasi  $c$ , akan mengakibatkan interaksi antara sinar dan partikel absorpsi, sehingga menimbulkan berkurangnya kekuatan sinar dari  $P_0$  ke  $P$ . Cahaya yang diteruskan melalui cuplikan disebut dengan transmitansi. Transmitansi dapat dinyatakan dengan presentasi (%T). absorpsi ( $A$ ) cuplikan dapat dinyatakan dengan persamaan:

$$A = -\log T = \frac{P_0}{P} \quad (2.9)$$

Ketika nilai absorpsi meningkat, maka kekuatan sinar akan menurun. Apabila konsentrasi cuplikan bertambah, maka akan banyak cahaya yang diserap. Jadi, nilai absorpsi akan berbanding lurus dengan nilai ketebalan  $b$  dan konsentrasi  $c$ . Hal ini dapat dinyatakan dalam persamaan:

$$A = a b c \quad (2.10)$$

Dimana,  $a$  adalah nilai absorptivitas. Apabila konsentrasi dinyatakan dalam mol/liter dan panjang gelombang dalam cm, maka absorptivitas disebut dengan absorptivitas molar yang dinyatakan dalam  $\epsilon$ . Persamaan di atas menjadi:

$$A = \epsilon b c \quad (2.11)$$

Persamaan tersebut disebut dengan persamaan hukum Lambert-Beer (Puspaningtyas, 2004).



Hukum Lambert-Beer harus menggunakan cahaya yang monokromatis, bila tidak akan diperoleh dua nilai absorbansi pada dua panjang gelombang. Hukum tersebut mempunyai syarat-syarat yang harus dipenuhi, seperti cuplikan tidak boleh pekat dan cuplikan harus berwarna karena jika tidak memenuhi syarat tersebut akan menghasilkan efek absorbansi yang berlawanan. Hukum Lambert-Beer akan menghasilkan kalibrasi absorbansi terhadap konsentrasi yang berbanding lurus.

Cahaya yang digunakan harus monokromatis, karena apabila polikromatis akan menyebabkan pita radiasi melebar sehingga menyebabkan penyimpangan besar yang teramati pada absorbansi terhadap konsentrasi. Logaritma dari panjang gelombang bersifat aditif. Artinya, kurva absorbansi diperoleh dari berbagai panjang gelombang yang datar. Penyimpangan negatif dari hukum Lambert-Beer dapat menyebabkan kesalahan relatif, semakin besar konsentrasinya (Underwood, 2002).

## **2.10 Metode validasi**

Metode validasi adalah suatu bentuk pembuktian untuk mengetahui keabsahan, kualitas dan kesesuaian data yang diperoleh dari proses analisis (Behera et al, 2012). Metode validasi untuk spektrofotometer UV-Vis menggunakan beberapa parameter seperti: linearitas, akurasi, presisi (Dey et al, 2010).

### **2.10.1 Linearitas**

Linearitas adalah suatu metode yang menghubungkan konsentrasi larutan standar dengan absorbans yang dihasilkan dari suatu penelitian. Suatu metode analisis yang menunjukkan kemampuan alat instrument untuk memperoleh hasil yang sebanding dengan kadar alat dalam sampel uji dengan rentang tertentu. Artinya, linearitas digunakan untuk mengetahui kemampuan standar membuktikan hubungan linier antara konsentrasi sampel dengan detektor (Arifin dkk, 2006).

Menentukan linearitas, harus dilakukan dengan suatu sampel minimal 5 konsentrasi dengan rentang 50-100%. Data diproses dengan regresi linier, sehingga diperoleh respon linier

terhadap konsentrasi sampel dengan nilai koefisien korelasi mendekati 0,995 hingga 1. Parameter untuk menentukan linearitas, digunakan koefisien korelasi ( $r$ ) pada regresi linier  $y=ax+b$ . Hubungan linear yang ideal dapat dikatakan dicapai apabila nilai  $a=0$  dan  $r=+1$  atau  $r=-1$ . Nilai  $a$  menunjukkan kepekaan (Harmita, 2004).

### 2.10.2 Akurasi

Akurasi merupakan suatu metode analisis kedekatan antara hasil suatu pengukuran dan nilai kebenaran dari kuantitas yang diukur (Arifin dkk, 2006). Akurasi dilakukan melalui uji perolehan kembali. Uji dilakukan dengan *spiking* yaitu dengan cara menambahkan larutan standar ke dalam sampel dengan kadarnya yang telah diketahui dan dianalisa dengan hasil pengukuran yang hampir sama dengan nilai sebenarnya (Wardani, 2012).

Nilai akurasi biasanya dinyatakan dengan nilai %Recovery. Range %recovery untuk material non pangan berada di antara 80-120%. Selain itu, ada faktor lain yang mempengaruhi keakurasian yaitu, kalibrasi instrumen, pelarut, temperatur, dan kecermatan (Burgess, 2000)

### 2.10.3 Presisi

Presisi merupakan ukuran derajat kesesuaian antara uji individual melalui penyebaran hasil individual rata-rata. Nilai presisi ditunjukkan pada nilai simpangan deviasi (SD) dan % simpangan deviasi relatif (%RSD) dari keterulangan.

$$S = \sqrt{S^2} \quad (2.12)$$

$$S^2 = \frac{\sum |x_i - x|^2}{n-1} \quad (2.13)$$

Dimana  $S$  merupakan standar deviasi,  $x_i$  adalah data yang diperoleh,  $x$  adalah rata-rata atau mean, dan  $n$  adalah banyaknya data. Standar deviasi yang telah diperoleh dihitung juga *Relative Standard Deviation* (RSD) dan *Coefficient of Variation* (CV).

$$RSD = \frac{S}{x} \times 1000 \text{ ppt} \quad (2.14)$$

$$CV = \frac{S}{x} \times 100\% \quad (2.15)$$

Dikatakan presisi apabila nilai RSD <20 dan CV <2% (Mulya, 1998). Nilai RSD (*Relative Standard Deviation*) yang memenuhi menunjukkan adanya keseksamaan metode yang dilakukan. Semakin kecil nilai CV (*Coefficient of Variation*), maka nilai presisinya baik. Analisa kuantitatif pada presisi menggunakan metode *base-line*. Metode dilakukan apabila spektrum komponen diketahui relatif tajam dan spektrum tidak diketahui linier pada daerah panjang gelombang yang sama. Menggambarkan *base-line*, maka analisis kuantitatif dihitung dari tinggi puncak ke dasar *base-line*. Tinggi absorban diperoleh sebanding dengan konsentrasi untuk analisa kuantitatif (Wardani, 2012).

Metode presisi ditunjukkan dengan variasi intraday dan interday. Variasi intraday dilakukan dengan menggunakan 9 konsentrasi yang berbeda dan dilakukan 3 kali perlakuan. Variasi interday dilakukan dengan menggunakan konsentrasi yang sama dan dianalisis 3 kali perlakuan (Dey et al, 2010).

## **BAB III**

### **METODOLOGI PERCOBAAN**

#### **3.1 Alat**

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah, kaca arloji, pipet tetes, corong, pH meter digital, gelas ukur 10 mL, kuvet, botol semprot, gelas beaker, propipet, pipet ukur, labu ukur 1000 mL, 100 mL dan 50 mL, neraca analitik, spatula, dan spektrofotometer UV-Vis.

#### **3.2 Bahan**

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah larutan 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 tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ), sodium asetat trihidrat ( $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ), asam asetat glasial ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ), aluminium oksida ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), aseton ( $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$ ) dan aqua DM.

#### **3.3 Prosedur**

##### **3.3.1 Pembuatan Larutan Standar $\text{Fe}^{3+}$ 100 ppm**

Dilarutkan 0,0483 gram senyawa  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dengan aqua DM sampai volumenya 100 mL, sehingga diperoleh larutan Fe 100 ppm.

##### **3.3.2 Pembuatan Larutan Kerja $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm**

Ditimbang senyawa  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  sebanyak 0,0157 gram, dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, dilarutkan dengan aqua DM sampai volumenya 100 mL, sehingga diperoleh larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  100 ppm.

##### **3.3.3 Pembuatan Larutan Pengompleks 1,10-Fenantrolin 1000 ppm**

Ditimbang senyawa 1,10-Fenantrolin sebanyak 0,1 gram, dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, dilarutkan dengan aqua DM sampai volumenya 100 mL, sehingga diperoleh larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm.

### 3.3.4 Pembuatan Larutan Buffer Asetat pH 4,5

Ditimbang senyawa  $\text{CH}_3\text{COONa}\cdot 3\text{H}_2\text{O}$  sebanyak 3,97 gram, dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL, dilarutkan dengan beberapa mL aqua DM, ditambahkan 5 mL  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , ditambahkan aqua DM hingga volume 50 mL, sehingga diperoleh larutan buffer asetat dengan pH 4,5.

### 3.3.5 Pembuatan Larutan Al (III) 100 ppm

Ditimbang senyawa  $\text{AlCl}_3$  sebanyak 0,0806 gram, dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, dilarutkan dengan aqua DM dingin sampai volumenya 100 mL, sehingga diperoleh larutan  $\text{AlCl}_3$  100 ppm.

### 3.3.6 Pembuatan Larutan Al (III) 10 ppm

Diambil larutan  $\text{Al}^{3+}$  100 ppm sebanyak 5 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL, ditambahkan dengan aqua DM hingga volume 50 mL.

### 3.3.7 Pembuatan Larutan Blanko

Dimasukkan 1,1 mL larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  100 ppm ke dalam labu ukur 10 mL, ditambahkan 1,5 mL larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm, ditambahkan 1,5 mL larutan buffer asetat pada pH 4,5, ditambahkan 5 mL aseton, ditambahkan aqua DM hingga volume 10 mL.

### 3.3.8 Reaksi antara ion $\text{Al}^{3+}$ dengan 1,10-Fenantrolin

Dimasukkan senyawa ion  $\text{Al}^{3+}$  100 ppm sebanyak 0,5 mL ke dalam labu 10 ml, ditambahkan dengan 1,5 mL 1,10-Fenantrolin, ditambahkan 1,5 mL buffer asetat pH4,5 dan 5 mL aseton, dan ditambahkan dengan aqua DM hingga volume 10 mL.

### 3.3.9 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Fe(II)-Fenantrolin pada pH 4,5

Dimasukkan larutan standard  $\text{Fe}^{3+}$  dengan konsentrasi 100 ppm sebanyak 0,5 mL ke dalam labu ukur 10 mL, kemudian ditambah 1,1 mL larutan natrium tiosulfat dengan konsentrasi 100

ppm sebagai fungsi pereduksi, 1,5 mL larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm, 1,5 mL larutan buffer asetat dengan pH 4,5 dan 5 mL aseton, ditambahkan dengan aqua DM hingga volume mencapai 10 mL, dikocok, didiamkan kurang lebih 24 jam dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang 400-600 nm.

### **3.3.10 Menentukan Kurva Kalibrasi Senyawa Kompleks Fe(II)-Fenantrolin Dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$**

Dimasukkan larutan standar  $\text{Fe}^{3+}$  100 ppm sebanyak 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 dan 0,5 mL ke dalam labu ukur 10 mL, ditambahkan 1,1 mL larutan senyawa pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  dengan konsentrasi optimum; ditambahkan 1,5 mL larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm; ditambahkan 1,5 mL larutan buffer asetat dengan pH 4,5 dan 5 mL aseton. Kemudian ditambahkan aqua DM hingga volume larutan 10 mL, dikocok dan didiamkan kurang lebih 24 jam. Selanjutnya diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum. Dibuat kurva kalibrasi antara absorbansi (A) terhadap konsentrasi larutan standar  $\text{Fe}^{3+}$ . Ditentukan nilai SD (Standar Deviasi), %Recovery, RSD (Standar Deviasi Relatif), dan CV (Koefisien Variasi) dari absorbansi yang dihasilkan.

### **3.3.11 Penentuan Pengaruh ion $\text{Al}^{3+}$ pada Kompleks Fe(II)-Fenantrolin pada pH 4,5**

Dimasukkan larutan standar  $\text{Fe}^{3+}$  5 ppm sebanyak 0,5 mL ke dalam labu ukur 10 mL, ditambahkan 1,1 mL larutan senyawa pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  dengan konsentrasi optimum; ditambahkan sebanyak 0,05; 0,06; 0,07; 0,08; 0,09; dan 0,1 mL senyawa  $\text{Al}^{3+}$  10 ppm; ditambahkan 1,5 mL larutan 1,10-Fenantrolin 100 ppm; ditambahkan 1,5 mL larutan buffer asetat dengan pH 4,5 dan 5 mL aseton. Kemudian ditambahkan aqua DM hingga volume larutan 10 mL, dikocok dan didiamkan kurang lebih 10 menit. Selanjutnya diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum. Dibuat kurva kalibrasi antara absorbansi (A) terhadap konsentrasi larutan standar  $\text{Fe}^{3+}$ . Ditentukan nilai SD (Standar Deviasi), %Recovery, RSD (Standar Deviasi Relatif), dan CV (Koefisien Variasi) dari absorbansi yang dihasilkan.

Catatan:

Menentukan nilai %Recovery, RSD (Standar Deviasi Relatif), dan CV (Koefisien Variasi), menggunakan persamaan:

Menentukan %recovery diperoleh dari persamaan regresi kurva kalibrasi, dengan variabel y sebagai nilai absorbansi rata-rata dan variabel x sebagai nilai konsentrasi Fe terukur, kemudian %recovery diketahui dengan persamaan:

$$\% \text{Recovery} = \frac{\text{Konsentrasi Fe Terukur}}{\text{Konsentrasi Fe mula-mula}} \times 100\% \quad (3.1)$$

Dimana konsentrasi Fe terukur merupakan konsentrasi yang dihasilkan dari perhitungan persamaan regresi, sedangkan konsentrasi Fe mula-mula diperoleh dari absorbansi maksimum pada penentuan kurva kalibrasi.

Menentukan nilai SD diperoleh dari nilai absorbansi pada masing-masing konsentrasi dapat ditentukan dengan persamaan di bawah ini:

$$\text{SD}^2 = \frac{(\sum |x_i - x|)^2}{n-1} \quad (3.2)$$

Dimana SD merupakan standar deviasi,  $x_i$  adalah data yang diperoleh,  $x$  adalah rata-rata atau mean, dan  $n$  adalah banyaknya data.

Menentukan nilai RSD (*Relative Standard Deviation*) dan CV (*Coefficient of Variation*) diperoleh dari nilai SD (Standar Deviasi), dengan persamaan di bawah ini:

$$\text{RSD} = \frac{S}{x} \times 1000 \text{ ppt} \quad (3.3)$$

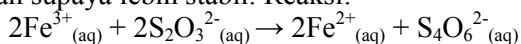
$$\text{CV} = \frac{S}{x} \times 100\% \quad (3.4)$$

Dimana  $x$  adalah absorbansi rata-rata di masing-masing konsentrasi.

## BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

### 4.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Fe(II)-Fenantrolin pada pH 4,5

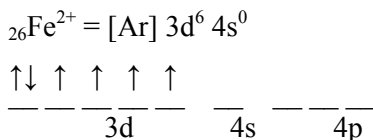
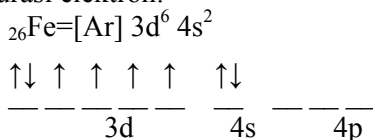
Pada penelitian analisa besi dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis,  $\text{Fe}^{3+}$  terlebih dahulu direduksi menggunakan senyawa natrium tiosulfat menjadi  $\text{Fe}^{2+}$ , hal ini bertujuan supaya lebih stabil. Reaksi:



(Rifki, 2013).

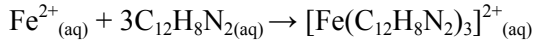
Menggunakan ion  $\text{Fe}^{3+}$  terlebih dahulu karena  $\text{Fe}^{3+}$  mempunyai ukuran yang relatif kecil sehingga mempunyai daya polarisasi yang cukup untuk membentuk ikatan kovalen daripada ion  $\text{Fe}^{2+}$ . Artinya, apabila digunakan ion  $\text{Fe}^{2+}$  secara langsung, senyawa kompleks yang dihasilkan tidak lebih stabil daripada menggunakan ion  $\text{Fe}^{3+}$  yang direduksi terlebih dahulu menjadi  $\text{Fe}^{2+}$ . Diketahui ion  $\text{Fe}^{3+}$  sudah berubah menjadi  $\text{Fe}^{2+}$  ketika  $\text{Fe}^{2+}$  direaksikan dengan pengompleks 1,10-Fenantrolin, menghasilkan nilai absorbansi maksimum dan stabil. Ion  $\text{Fe}^{2+}$  dikomplekskan dengan ligan 1,10-Fenantrolin membentuk warna merah jingga. Senyawa kompleks Fe(II)-Fenantrolin mempunyai hibridisasi:

Konfigurasi elektron:

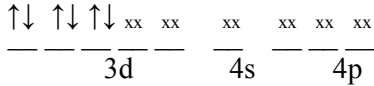




Berdasarkan reaksi:



Maka hibridisasi:

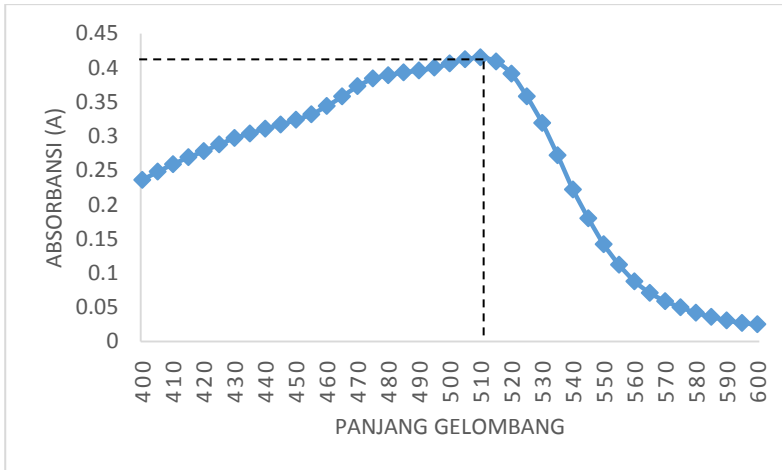


xx menunjukkan pasangan elektron bebas dari atom N 1,10-Fenantrolin. Sehingga, diperoleh hibridisasi  $sp^3d^2$  dengan bentuk geometri oktahedral.

Hibridisasi tersebut dapat dijelaskan bahwa,  $\text{Fe}^{2+}$  mempunyai orbital d yang kosong ditempati oleh pasangan elektron bebas dari ligan 1,10-Fenantrolin untuk membentuk ikatan kovalen koordinasi. Senyawa 1,10-Fenantrolin merupakan ligan yang bersifat ligan kuat dan elektron pada orbital d milik  $\text{Fe}^{2+}$  dapat digeser, sehingga elektron berubah menjadi pasangan spin.

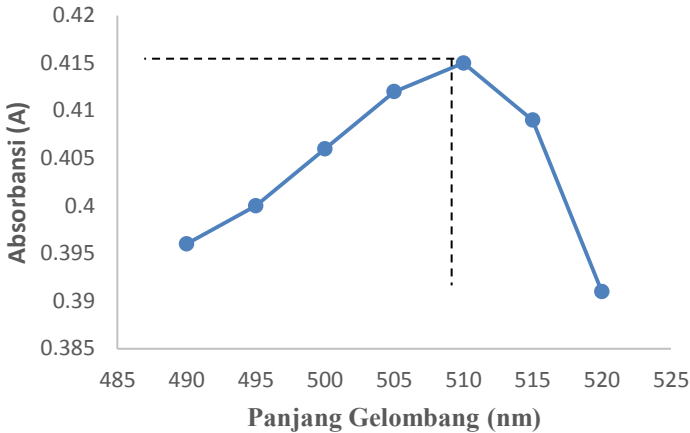
Penelitian ini menggunakan buffer asetat pada pH 4,5 yaitu asam asetat. Hal ini bertujuan untuk menjaga kestabilan pH larutan. Larutan buffer yang biasanya merupakan campuran dari senyawa asam lemah dan garamnya atau basa lemah dengan garamnya, sehingga disebut dengan asam basa konjugasi. Digunakannya asam asetat karena merupakan asam lemah dan natrium asetat merupakan garam dari asam asetat. Aseton digunakan pada penelitian ini berfungsi sebagai pelarut untuk larutan dengan daya serapan  $>300 \text{ nm}$  (Rifki, 2013).

Sebelum mengukur panjang gelombang maksimum disiapkan terlebih dahulu larutan blanko yang berisi larutan natrium tiosulfat 100 ppm; 1,10-Fenantrolin 1000 ppm; buffer asetat pH 4,5 dan aseton. Kurva hasil dari penentuan panjang gelombang maksimum kompleks Fe(II)-Fenantrolin dapat dilihat pada Gambar 4.1:



**Gambar 4.1 Kurva Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Fe(II)-Fenantrolin pada Panjang Gelombang 400-600 nm**

Gambar 4.1 terlihat bahwa absorbansi maksimum terdapat pada panjang gelombang antara 490-520 nm. Oleh karena itu, untuk mengetahui absorbansi maksimum yang menunjukkan panjang gelombang maksimum, maka range panjang gelombang dipersempit sehingga menghasilkan kurva pada Gambar 4.2:



**Gambar 4.2 Penyempitan Kurva Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Fe(II)-Fenantrolin antara Panjang Gelombang 490-520 nm**

Gambar 4.2 di atas terlihat bahwa hasil analisa panjang gelombang Fe(II)-Fenantrolin adalah 510 nm dilihat dari nilai absorbansi yang tertinggi. Penentuan panjang gelombang maksimum dilakukan sebanyak tiga kali. Hal ini bertujuan untuk memperoleh akurasi yang baik.

Pengukuran kalibrasi dilakukan dengan menggunakan panjang gelombang maksimum 510 nm untuk memperoleh keakuratan analisis yang baik. Larutan Fe(II)-Fenantrolin dapat dilihat pada Gambar 4.3:



**Gambar 4.3 Larutan Fe(II)-Fenantrolin dengan Panjang Gelombang maksimum 510 nm**

Senyawa 1,10-Fenantrolin mempunyai atom N yang bertindak sebagai atom donor pasangan elektron bebas untuk membentuk senyawa kompleks dengan ion  $\text{Fe}^{2+}$ . Elektron bebas atom N didonorkan untuk membentuk ikatan koordinasi  $[\text{Fe}(\text{phen})_3]^{2+}$ . Pembentukan senyawa kompleks  $[\text{Fe}(\text{phen})_3]^{2+}$  dipengaruhi oleh pH larutan ion logam. Pada penelitian ini, senyawa kompleks berada dalam kondisi pH 4,5. Ion  $\text{Fe}^{2+}$  membentuk ikatan kovalen koordinasi dengan pasangan elektron bebas atom N pada ligan 1,10-Fenantrolin. Adanya perbedaan elektronegativitas antara atom Fe dengan atom N yang lebih besar daripada atom H dengan atom N pada 1,10-Fenantrolin. Oleh karena itu, ikatan atom Fe dan N lebih kuat daripada ikatan atom H dan N, sehingga kompleks  $[\text{Fe}(\text{phen})_3]^{2+}$  terbentuk secara maksimal (Agustina, 2007).

Pengukuran untuk menentukan panjang gelombang maksimum dengan menggunakan spektrofotometri UV-Vis pada range 400-600 nm. Hal ini dikarenakan warna dari senyawa kompleks Fe(II)-fenantrolin yaitu, merah jingga. Hasil dari pengukuran diperoleh panjang gelombang maksimum sebesar 510 nm yang ditunjukkan dengan nilai absorbansi yang tertinggi.

#### 4.2 Menentukan Kurva Kalibrasi Senyawa Kompleks Fe(II)-Fenantrolin Dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Menentukan kurva kalibrasi senyawa kompleks Fe(II)-Fenantrolin bertujuan untuk mengetahui kelinieran dengan bertambahnya nilai absorbansi dalam kurva yang ditunjukkan pada besarnya nilai  $R^2$ . Konsentrasi  $\text{Fe}^{3+}$  yang digunakan yaitu, 0, 1, 2, 3, 4, dan 5 ppm. Masing-masing larutan  $\text{Fe}^{3+}$  dengan konsentrasi yang berbeda dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL. Ditambahkan senyawa pereduksi natrium tiosulfat sebanyak 1,1 mL. Penambahan senyawa ini bertujuan untuk mereduksi senyawa  $\text{Fe}^{3+}$  menjadi  $\text{Fe}^{2+}$  supaya terbentuk senyawa kompleks Fe(II)-Fenantrolin yang stabil. Ditambahkan senyawa pengompleks 1,10-Fenantrolin sebanyak 1,5 mL yang bertujuan sebagai penyedia ligan dan reagen pengompleks. Ditambahkan dengan buffer asetat dengan pH 4,5 sebanyak 1,5 mL. Buffer asetat bertujuan untuk mempertahankan kestabilan pH dalam kondisi asam, lalu ditambahkan dengan aseton sebanyak 5 mL yang bertindak sebagai pelarut sekaligus sebagai reagen untuk menambah kepolaran senyawa kompleks, dan ditambahkan aqua DM hingga batas labu ukur yang berfungsi sebagai pelarut.

Pengukuran absorbansi dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang maksimum yang diperoleh dari pengukuran panjang gelombang maksimum yaitu, 510 nm. Penelitian ini dilakukan secara triplo yaitu, dilakukan sebanyak 3 kali pengukuran supaya diperoleh hasil yang lebih akurat. Penelitian ini menghasilkan warna senyawa kompleks merah jingga dengan semakin besar konsentrasi  $\text{Fe}^{3+}$  yang digunakan, maka warna yang dihasilkan semakin pekat, yang ditunjukkan pada gambar 4.4:



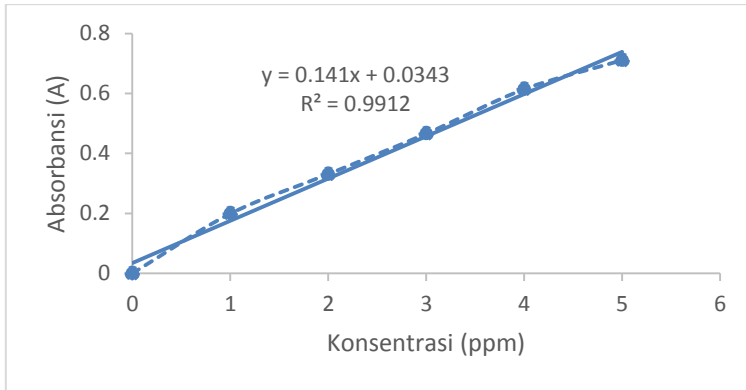
**Gambar 4.4** Laruran Fe(II)-Fenantrolin yang telah diukur Absorbansi dengan konsentrasi 1, 2, 3, 4, dan 5 ppm

Hasil pengukuran, diperoleh nilai absorbansi dapat dilihat pada Tabel 4.1:

**Tabel 4.1** Data Absorbansi Senyawa Kompleks Fe(II)-Fenantrolin

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi (A)				n (banyak data)	Standar Deviasi (SD)
	1	2	3	Rata-rata		
0	0	0	0	0	3	0
1	0,199	0,200	0,198	0,199	3	$7,74 \times 10^{-3}$
2	0,331	0,332	0,331	0,331	3	$7,07 \times 10^{-4}$
3	0,466	0,467	0,466	0,466	3	$7,07 \times 10^{-4}$
4	0,613	0,614	0,615	0,614	3	$7,74 \times 10^{-3}$
5	0,711	0,711	0,712	0,711	3	$7,07 \times 10^{-4}$

Tabel 4.1 yang diperoleh, dibuat kurva kalibrasi dengan sumbu x sebagai konsentrasi  $\text{Fe}^{3+}$  dan sumbu y sebagai absorbansi rata-rata yang dapat dilihat pada Gambar 4.5:



**Gambar 4.5 Kurva Kalibrasi Senyawa Kompleks Fe(II)-Fenantrolin**

Mengetahui keakurasian kurva kalibrasi gambar 4.5 di atas, dapat dibuktikan melalui harga koefisien korelasi ( $r$ ) atau uji kelinieran. Uji kelinieran merupakan ukuran kesempurnaan hubungan antara konsentrasi dengan absorbansi. Hubungan atau korelasi yang dinyatakan sempurna apabila nilai  $r$  mendekati +1, sedangkan untuk nilai 0 menyatakan tidak adanya hubungan atau korelasi antara dua variabel yang diteliti, yaitu konsentrasi dan absorbansi. Berdasarkan data dari kurva 4.5 di atas diperoleh persamaan regresi linier dari senyawa kompleks Fe(II)-Fenantrolin adalah  $y=0,141x+0,0343$  dan nilai korelasi ( $R^2$ ) sebesar 0,9912. Nilai korelasi tersebut hampir mendekati +1. Hal ini bisa dinyatakan bahwa data tersebut sudah layak.

### 4.3 Penentuan Pengaruh $Al^{3+}$ pada Kompleks Fe(II)-Fenantrolin pada pH 4,5

Analisa terhadap suatu senyawa, ada kemungkinan terdapat suatu kontaminan yang dapat mengganggu senyawa tersebut, termasuk analisa Fe pada penelitian ini. Salah satu kontaminan yang dapat mengganggu adalah adanya ion  $Al^{3+}$ . Adanya, dapat menyebabkan suatu kesalahan pada analisa besi (Amin dan Gouda, 2008).

Penelitian mengenai adanya ion lain terhadap analisa Fe sudah pernah dilakukan. Ion yang pernah diteliti adalah  $Zn^{2+}$ ,  $Ni^{2+}$ ,  $Cu^{2+}$ ,  $Mn^{2+}$ ,  $Co^{2+}$ ,  $Cr^{3+}$ , dan  $Ag^+$ . Pada penelitian ini dilakukan dengan melakukan penambahan ion  $Al^{3+}$  yang merupakan logam golongan IIIA. Logam aluminium dipilih karena mempunyai sifat yang bertolak belakang dengan besi. Seperti sifat korosivitas. Logam aluminium yang tidak mudah terkorosi, sedangkan logam besi yang mudah mengalami reaksi oksidasi, sehingga mudah terkorosi (Rifki, 2013).

Sama halnya dengan menentukan kurva kalibrasi, penambahan ion  $Al^{3+}$  terhadap analisa senyawa kompleks Fe(II)-Fenantrolin dilakukan setelah tahap reduksi  $Fe^{3+}$  menjadi  $Fe^{2+}$ , kemudian ditambahkan senyawa pengompleks 1,10-Fenantrolin sebagai ligan kuat.

Pengujian penambahan ion  $Al^{3+}$  dilakukan pada konsentrasi yang berbeda yaitu 0; 0,05; 0,06; 0,07; 0,08; 0,09; 0,1 ppm pada konsentrasi  $Fe^{3+}$  5 ppm, karena pada penentuan kurva kalibrasi diperoleh absorbansi maksimum sebesar 0,711 pada konsentrasi  $Fe^{3+}$  5 ppm dalam rentang absorbansi yang stabil antara 0,2 hingga 0,8. Ketika semua bahan tercampur larutan berwarna merah jingga. Didiamkan, kemudian diuji menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 510 nm. Masing-masing senyawa kompleks Fe(II)-Fenantrolin yang ditambahkan ion  $Al^{3+}$  dengan konsentrasi berbeda, diperoleh penurunan absorbansi yang ditandai dengan penurunan intensitas warna, yang dapat dilihat pada Gambar 4.6:





**Gambar 4.6 Larutan Senyawa Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Penambahan Ion Al<sup>3+</sup> pada konsentrasi 0,05; 0,06; 0,07; 0,08; 0,09; 0,1 ppm**

Gambar 4.6 terlihat bahwa semakin besar konsentrasi ion Al<sup>3+</sup> intensitas warna semakin berkurang, sehingga menghasilkan nilai absorbansi semakin kecil. Hasil dari pengujian dapat dilihat pada Tabel 4.2:

**Tabel 4.2 Hasil Pengujian Penambahan ion Al<sup>3+</sup> terhadap senyawa kompleks Fe(II)-Fenantrolin**

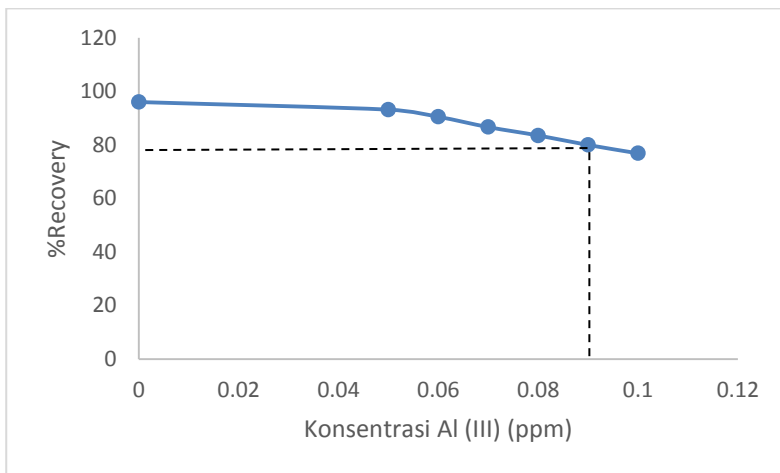
Konsentrasi Al <sup>3+</sup> (ppm)	Absorbansi				n (banyak data)	Standar Deviasi (SD)
	1	2	3	Rata-rata		
0	0,711	0,711	0,711	0,711	3	$7,07 \times 10^{-4}$
0,05	0,690	0,691	0,691	0,691	3	$7,07 \times 10^{-4}$
0,06	0,673	0,672	0,671	0,672	3	$10^{-3}$
0,07	0,644	0,645	0,645	0,645	3	$7,07 \times 10^{-4}$
0,08	0,623	0,623	0,623	0,623	3	0
0,09	0,597	0,598	0,599	0,598	3	$10^{-3}$
0,1	0,576	0,578	0,576	0,576	3	$10^{-6}$

Perhitungan %Recovery, RSD (ppt), dan CV (%) dapat dilihat pada Tabel 4.3:

**Tabel 4.3 Perhitungan %Recoveri, RSD (ppt), dan CV (%)**

Konsentrasi Fe <sup>3+</sup> (ppm)	Recovery (%)	RSD (ppt)	CV (%)
0,00	95,98	0,995	0,0995
0,05	93,14	1,023	0,1023
0,06	90,45	1,488	0,1488
0,07	86,62	1,096	0,1096
0,08	83,5	0	0
<b>0,09</b>	<b>79,95</b>	<b>1,672</b>	<b>0,1672</b>
0,1	76,83	0,002	0,0002

Kurva hubungan antara %recovery dengan konsentrasi Al<sup>3+</sup> dapat dilihat pada Gambar 4.7 di bawah ini:



**Gambar 4.7 Kurva Hubungan %Recovery dengan Konsentrasi ion Al(III) dalam Analisa Besi**

Gambar 4.7 dan Tabel 4.3 terlihat bahwa hubungan antara konsentrasi Al<sup>3+</sup> dengan %recovery pengaruh ion Al<sup>3+</sup> menjelaskan mengenai ion Al<sup>3+</sup> mulai mengganggu pada konsentrasi 0,09 ppm dengan nilai %Recovery sebesar 79,95%, karena nilai %recovery berada di bawah batas rentang 80-120%

%, RSD sebesar 1,672 ppt berada di bawah batas 20 ppt, dan CV sebesar 0,1672% berada di bawah batas 2%, sehingga dapat dikatakan presisi (Miller, 1991).

Analisa antara ion  $\text{Al}^{3+}$  dengan 1,10-Fenantrolin dilakukan dengan mereaksikan ion  $\text{Al}^{3+}$  100 ppm ke dalam labu 10 mL, ditambahkan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm, kemudian ditambahkan dengan buffer asetat pH 4,5; aseton dan aqua DM. Campuran antara ion  $\text{Al}^{3+}$  dengan 1,10-fenantrolin dapat dilihat pada Gambar 4.8 di bawah ini:



**Gambar 4.8 Hasil Reaksi Antara Ion  $\text{Al}^{3+}$  dengan 1,10-Fenantrolin**

Reaksi antara ion  $\text{Al}^{3+}$  dengan 1,10-fenantrolin menghasilkan campuran tidak berwarna. Oleh karena itu, hasil reaksi tersebut bukan merupakan senyawa kompleks. Hal ini disebabkan ion  $\text{Al}^{3+}$  merupakan bukan ion logam golongan transisi, melainkan ion logam golongan IIIA.

Ion  $\text{Al}^{3+}$  dapat mengganggu analisa Fe(II)-Fenantrolin dengan menurunkan absorbansi. Hal ini disebabkan semakin bertambahnya konsentrasi ion  $\text{Al}^{3+}$ , maka intensitas warna yang dihasilkan semakin berkurang, sehingga nilai absorbansi semakin menurun.

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa:

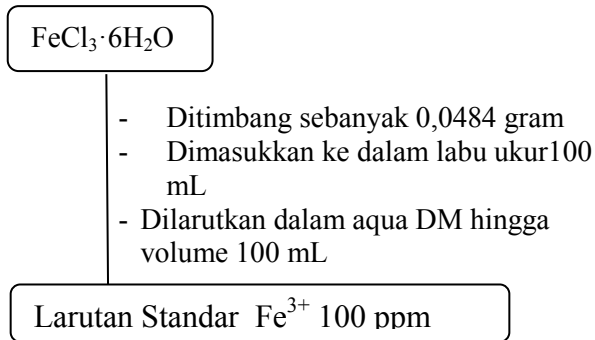
1. Analisa Fe dengan penambahan ion  $Al^{3+}$  diketahui menurunkan absorbansi senyawa kompleks Fe(II)-Fenantrolin
2. Ion  $Al^{3+}$  mulai mengganggu pada konsentrasi  $Al^{3+}$  0,09 ppm.
3. Pada konsentrasi 0,09 ppm diketahui nilai %recovery sebesar 79,95%.
4. Menentukan nilai RSD (*Relative Standard Deviation*) dan CV (*Coefficient of Variation*) dapat diketahui dengan melakukan penelitian pada satu konsentrasi dan pengujian sebanyak 3 kali dan dirata-rata, sehingga diperoleh nilai RSD sebesar 1,672 ppt dan CV sebesar 0,1672%.

#### **5.2 Saran**

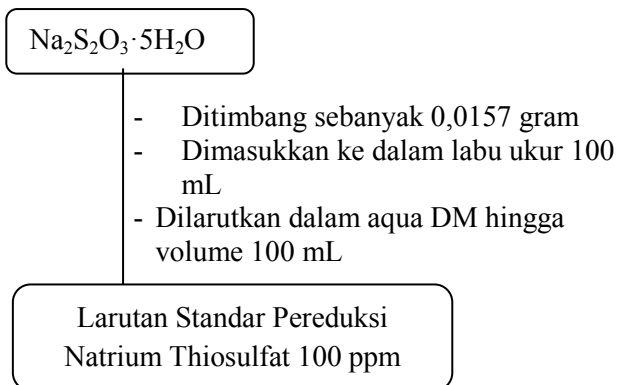
Analisa besi dalam senyawa kompleks Fe(II)-Fenantrolin bisa dilakukan dengan menggunakan pengaruh ion logam golongan transisi.

**LAMPIRAN A**  
**SKEMA KERJA**

**A.1 Pembuatan Larutan Standar Fe<sup>3+</sup> 100 ppm**



**A.2 Pembuatan Larutan Pereduksi Natrium Thiosulfat 100 ppm**



### A.3 Pembuatan Larutan Standar 1,10-Fenantrolin 1000 ppm

1,10-Fenantrolin

- Ditimbang sebanyak 0,1 gram
- Dimasukkan kedalam beaker glass 50 mL
- Ditambahkan sedikit Aqua DM
- Dipanaskan di atas penangas hingga larut sempurna
- Didinginkan
- Dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL
- Dilarutkan dalam aqua DM hingga volume 100 mL

Larutan Standar 1,10-Fenantrolin 1000 ppm

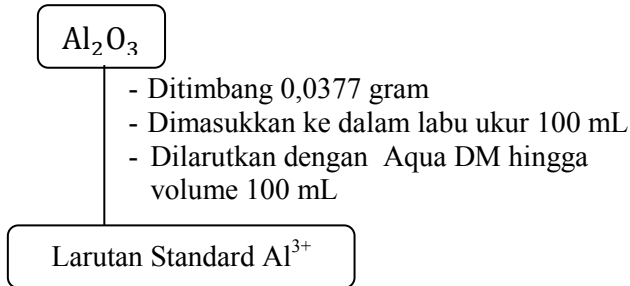
### A.4 Pembuatan Larutan Buffer Asetat pH 4,5

$\text{CH}_3\text{COONa}$

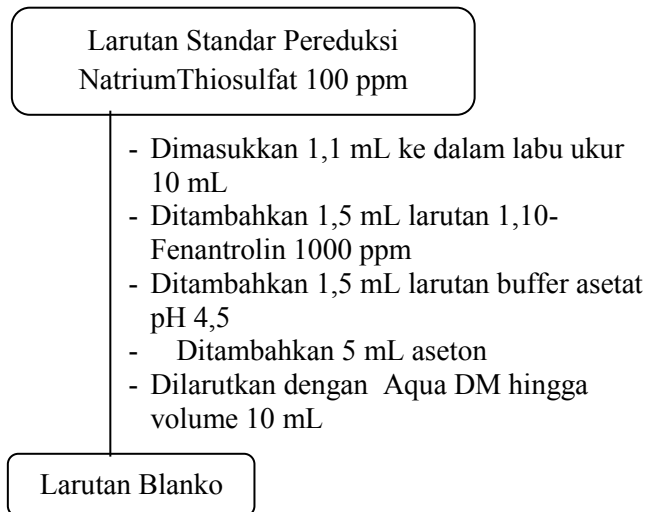
- Ditimbang 3,97 gram
- Dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL
- Dilarutkan dalam sedikit aqua DM
- Ditambahkan  $\text{CH}_3\text{COOH}$  5 mL
- Dilarutkan dengan Aqua DM hingga volume 50 mL

Larutan Buffer Asetat pH

### A.5 Pembuatan Larutan $\text{Al}^{3+}$ 100 ppm



### A.6 Larutan Blanko



### A.7 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Senyawa Kompleks Fe(II)-Fenantrolin

Larutan Standard Fe<sup>3+</sup> 100 ppm

- Dimasukkan 0,5 mL ke dalam labu ukur 10 mL
- Ditambahkan 1,1 mL larutan Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 100 ppm
- Ditambahkan 1,5 larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm
- Ditambahkan 1,5 mL larutan buffer asetat pH 4,5
- Ditambahkan 5 mL aseton
- Dilarutkan dengan Aqua DM hingga volume 10 mL
- Dikocok dan didiamkan
- Diukur absorbansi pada panjang gelombang 400-600 nm

Larutan Fe(II)-Fenantrolin dengan  $\lambda_{\text{maks}}=510$  nm

Catatan: Percobaan dilakukan sebanyak 3 kali pengulangan



### A.8 Pembuatan Kurva Kalibrasi Senyawa Kompleks Fe(II)-Fenantrolin

Larutan Standard Fe<sup>3+</sup> 100 ppm

- Dimasukkan 0,1 mL ke dalam labu ukur 10 mL
- Ditambahkan 1,1 mL larutan Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 100 ppm
- Ditambahkan 1,5 mL larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm
- Ditambahkan 1,5 mL larutan buffer asetat pH 4,5
- Ditambahkan 5 mL aseton
- Dilarutkan dengan Aqua DM hingga volume 10 mL
- Dikocok dan didiamkan
- Diukur absorbansi pada panjang gelombang maksimum 510 nm

Larutan Fe(II)-Fenantrolin

Catatan:

- Dilakukan percobaan pada larutan standard Fe<sup>3+</sup> 100 ppm dengan variasi volume 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; dan 0,5 mL dengan konsentrasi 1, 2, 3, 4, dan 5 ppm dalam 10 mL larutan.
- Percobaan dilakukan sebanyak 3 kali pengulangan

### A.9 Pembuatan Larutan Senyawa Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Ion Al<sup>3+</sup>

#### Larutan Standard Fe<sup>3+</sup> 100 ppm

- Dimasukkan 0,5 mL ke dalam labu ukur 10 mL
- Ditambahkan 1,1 mL larutan Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 100 ppm
- Ditambahkan 0,05 mL larutan Al<sup>3+</sup> 10 ppm
- Ditambahkan 1,5 larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm
- Ditambahkan 1,5 mL larutan buffer asetat pH 4,5
- Ditambahkan 5 mL aseton
- Dilarutkan dengan Aqua DM hingga volume 10 mL
- Dikocok dan didiamkan
- Diukur absorbansi pada panjang gelombang maksimum 510 nm

#### Larutan Fe(II)-Fenantrolin dengan ion Al<sup>3+</sup>

Catatan:

- Percobaan pada larutan standard Al<sup>3+</sup> 10 ppm dengan variasi volume 0,00; 0,06; 0,07; 0,08; 0,09; dan 0,1 mL dengan konsentrasi 0,00; 0,06; 0,07; 0,08; 0,09; dan 0,1 ppm.
- Percobaan dilakukan sebanyak 3 kali pengulangan.

## LAMPIRAN B

### PERHITUNGAN PEMBUATAN LARUTAN

#### B.1 Perhitungan Pembuatan Larutan Standard $\text{Fe}^{3+}$ 100 ppm

Pembuatan larutan standard  $\text{Fe}^{3+}$  100 ppm adalah:

$$\begin{aligned} 100 \text{ ppm} &= 100 \text{ mg/L} \\ &= 100 \text{ mg}/1000 \text{ mL} \\ &= 10 \text{ mg}/100 \text{ mL} \approx 0,01 \text{ gram} \end{aligned}$$

Pembuatan larutan standard  $\text{Fe}^{3+}$  menggunakan senyawa  $\text{FeCl}_3$ , dengan massa relatifnya sebesar 270,47 gram/mol. Sehingga, massa  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  sebesar:

$$\begin{aligned} \frac{\text{Ar Fe}}{\text{Mr FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} &= \frac{\text{Massa Fe}}{\text{Massa FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} \\ \frac{55,85 \frac{\text{gram}}{\text{mol}}}{270,47 \frac{\text{gram}}{\text{mol}}} &= \frac{0,01 \text{ gram}}{x \text{ gram}} \\ x &= \frac{2,704 \frac{\text{gram}^2}{\text{mol}}}{55,85 \frac{\text{gram}}{\text{mol}}} \\ x &= 0,0484 \text{ gram} \end{aligned}$$

Jadi, massa  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  yang dibutuhkan untuk membuat larutan standard  $\text{Fe}^{3+}$  100 ppm adalah sebesar 0,0484 gram dalam 100 mL aqua DM.

#### B.2 Perhitungan Pembuatan Larutan Standard Natrium Tiosulfat 100 ppm

Pembuatan larutan standard natrium tiosulfat 100 ppm adalah:

$$\begin{aligned} 100 \text{ ppm} &= 100 \text{ mg/L} \\ &= 100 \text{ mg}/1000 \text{ mL} \\ &= 10 \text{ mg}/100 \text{ mL} \approx 0,01 \text{ gram} \end{aligned}$$

Senyawa natrium tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ), dengan massa relatifnya sebesar 248,19 gram/mol. Sehingga, massa  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  sebesar:

$$\begin{aligned} \frac{\text{Ar Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}{\text{Massa Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} &= \frac{\text{Massa Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}{\text{Massa Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} \\ \frac{158,19 \frac{\text{gram}}{\text{mol}}}{248,19 \frac{\text{gram}}{\text{mol}}} &= \frac{0,01 \text{ gram}}{x \text{ gram}} \\ x &= \frac{2,481 \frac{\text{gram}^2}{\text{mol}}}{158,19 \frac{\text{gram}}{\text{mol}}} \\ x &= 0,0157 \text{ gram} \end{aligned}$$

Jadi, massa natrium tiosulfat yang dibutuhkan untuk membuat larutan standar 100 ppm adalah sebesar 0,0157 gram dalam 100 mL aqua DM.

### B.3 Pembuatan Larutan Standard 1,10-Fenantrolin 1000 ppm

Pembuatan larutan standard 1,10-Fenantrolin 1000 ppm adalah:

$$\begin{aligned} 1000 \text{ ppm} &= 1000 \text{ mg/L} \\ &= 1000 \text{ mg}/1000 \text{ mL} \\ &= 100 \text{ mg}/100 \text{ mL} \approx 0,1 \text{ gram} \end{aligned}$$

Jadi, massa senyawa 1,10-Fenantrolin ( $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) yang dibutuhkan untuk membuat larutan standar 1,10-

Fenantrolin 1000 ppm adalah sebanyak 0,1 g dalam 100 mL aqua DM.

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

Pembuatan larutan buffer asetat dengan pH 4,5 adalah:

$$\begin{aligned} \text{CH}_3\text{COOH } 100\% &= 100/100 \times \rho \text{ CH}_3\text{COOH} \\ &= 100/100 \times 1,049 \text{ kg/L} \\ &= 1,049 \text{ kg/L} \\ &= 1049 \text{ g/L} \end{aligned}$$

Sehingga, apabila diubah dalam bentuk molaritas, menjadi:

$$\begin{aligned} M \text{ CH}_3\text{COOH} &= \frac{1049 \frac{\text{gram}}{\text{L}}}{60,05 \frac{\text{gram}}{\text{mol}}} \\ &= 17,47 \frac{\text{mol}}{\text{L}} \\ &= 17,47 \text{ M} \end{aligned}$$

Apabila dilarutkan dalam 50 mL aqua DM, maka:

$$\begin{aligned} V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\ 5 \text{ mL} \times 17,47 \text{ M} &= 50 \text{ mL} \times M_2 \\ M_2 &= 1,75 \text{ M} \end{aligned}$$

Apabila diubah ke dalam bentuk mol, menjadi:

$$\begin{aligned} n\text{CH}_3\text{COOH} &= M_2 \times L \\ &= 1,75 \text{ mol/L} \times 0,05 \text{ L} \\ &= 0,0875 \text{ mol} \end{aligned}$$

Banyaknya garam  $\text{CH}_3\text{COONa}$  yang diperlukan pada pH 4,5 adalah:

$$[\text{H}^+] = K_a \times \frac{[\text{mol asam}]}{[\text{mol garam}]}$$

$$[10^{-4,5}] = 1,75 \times 10^{-5} \times \frac{0,0875 \text{ mol}}{x \text{ mol}}$$

$$x = 0,0484 \text{ mol CH}_3\text{COONa}$$

$$n \text{ CH}_3\text{COONa} = \frac{\text{Massa CH}_3\text{COONa}}{\text{Mr CH}_3\text{COONa}}$$

$$0,0484 \text{ mol} = \frac{x \text{ gram}}{82,03 \frac{\text{gram}}{\text{mol}}}$$

$$\text{Massa CH}_3\text{COONa} = 3,97 \text{ gram}$$

Jadi, massa senyawa natrium asetat ( $\text{CH}_3\text{COONa}$ ) yang dibutuhkan untuk membuat larutan buffer asetat pH 4,5 adalah sebanyak 3,97 g dalam 50 mL aqua DM.

### B.5 Pembuatan Larutan Standard $\text{Al}^{3+}$ 100 ppm

Pembuatan larutan standard  $\text{Al}^{3+}$  100 ppm adalah:

$$100 \text{ ppm} = 100 \text{ mg/L}$$

$$= 100 \text{ mg}/1000 \text{ mL}$$

$$= 10 \text{ mg}/100 \text{ mL} \approx 0,01 \text{ gram}$$

Pembuatan larutan standard  $\text{Al}^{3+}$  menggunakan senyawa  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , dengan massa relatifnya sebesar 101,96 gram/mol. Sehingga, massa  $\text{Al}_2\text{O}_3$  sebesar:

$$\frac{\text{Ar Al}}{\text{Al}_2\text{O}_3} = \frac{\text{Massa Al}}{\text{Al}_2\text{O}_3}$$

$$\frac{26,98 \frac{\text{gram}}{\text{mol}}}{101,96 \frac{\text{gram}}{\text{mol}}} = \frac{0,01 \text{ gram}}{x \text{ gram}}$$

$$x = \frac{1,0196 \frac{\text{gram}^2}{\text{mol}}}{26,98 \frac{\text{gram}}{\text{mol}}}$$

$$x = 0,0377 \text{ gram}$$

Jadi, massa  $\text{Al}_2\text{O}_3$  yang dibutuhkan untuk membuat larutan standard  $\text{Al}^{3+}$  100 ppm adalah sebesar 0,0377 gram dalam 100 mL aqua DM.

### B.6 Pembuatan Larutan Standard $\text{Al}^{3+}$ 10 ppm

Pembuatan larutan standard  $\text{Al}^{3+}$  10 ppm adalah dengan cara pengenceran, yaitu:

$$\begin{aligned} V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\ V_1 \times 100 \text{ ppm} &= 50 \text{ mL} \times 10 \text{ ppm} \\ V_1 &= 5 \text{ mL} \end{aligned}$$

Jadi, volume yang dibutuhkan untuk membuat larutan standard  $\text{Al}^{3+}$  10 ppm adalah sebesar 5 mL dalam 50 mL aqua DM.

## LAMPIRAN C

### DATA HASIL PENELITIAN

Data mengenai penentuan panjang gelombang maksimum ( $\lambda$ ), absorbansi (A) kalibrasi dan absorbansi (A) dari penambahan ion  $Al^{3+}$  dari senyawa kompleks Fe(II)-Fenantrolin yang diperoleh berdasarkan penelitian, dapat dilihat sebagai berikut:

#### C.1 Data Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Senyawa Kompleks Fe(II)-Fenantrolin

Penentuan panjang gelombang maksimum senyawa kompleks Fe(II)-Fenantrolin dilakukan dengan variasi rentang 5 nm. Data dapat dilihat pada Tabel 1.1 di bawah ini:

**Tabel C.1 Data Panjang Gelombang Maksimum dari Senyawa Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan variasi rentang 5 nm pada range 400-600 nm**

Panjang Gelombang (nm)	Absorbansi (A)		
	1	2	3
400	0,236	0,236	0,236
405	0,248	0,248	0,248
410	0,259	0,259	0,259
415	0,269	0,269	0,269
420	0,278	0,278	0,278
425	0,288	0,288	0,288
430	0,297	0,297	0,297
435	0,304	0,304	0,304



440	0,311	0,311	0,311
445	0,317	0,317	0,317
450	0,324	0,324	0,324
455	0,332	0,332	0,332
460	0,344	0,344	0,344
465	0,358	0,358	0,358
470	0,373	0,373	0,373
475	0,384	0,384	0,384
480	0,389	0,389	0,389
485	0,393	0,393	0,393
490	0,396	0,396	0,396
495	0,400	0,400	0,400
500	0,406	0,406	0,406
505	0,412	0,412	0,412
<b>510</b>	<b>0,415</b>	<b>0,415</b>	<b>0,415</b>
515	0,409	0,409	0,409
520	0,391	0,391	0,391
525	0,358	0,358	0,358
530	0,319	0,319	0,319
535	0,272	0,272	0,272
540	0,222	0,222	0,222
545	0,18	0,18	0,18
550	0,142	0,142	0,142
555	0,112	0,112	0,112
560	0,088	0,088	0,088
565	0,071	0,071	0,071
570	0,059	0,059	0,059
575	0,050	0,050	0,050

580	0,042	0,042	0,042
585	0,036	0,036	0,036
590	0,031	0,031	0,031
595	0,027	0,027	0,027
600	0,025	0,025	0,025

Tabel C.1 di atas menunjukkan bahwa antara range panjang gelombang 400-600 nm muncul panjang gelombang maksimum sebesar 510 nm yang dilihat dari nilai absorbansi tertinggi, yaitu 0,415 A.

### C.2 Data Absorbansi dari Hasil Penentuan Kurva Kalibrasi Senyawa Kompleks Fe(II)-Fenantrolin

**Tabel 2.1 Data Absorbansi Kalibrasi Senyawa Kompleks Fe(II)-Fenantrolin**

Konsentrasi Fe(III)(ppm)	Absorbansi (A)			
	1	2	3	Rata-rata
0	0	0	0	0
1	0.199	0.200	0.198	0.199
2	0.331	0.332	0.332	0.332
3	0.466	0.467	0.466	0.466
4	0.613	0.614	0.615	0.614
5	0.711	0.711	0.712	0.711

**C.3 Data Absorbansi dengan Penambahan Ion  $\text{Al}^{3+}$   
dalam Senyawa Kompleks Fe(II)-Fenantrolin**

**Tabel 3.1 Data Absorbansi Senyawa Kompleks Fe(II)-  
Fenantrolin dengan penambahan Ion  $\text{Al}^{3+}$**

Konsentrasi $\text{Al}^{3+}$ (ppm)	Absorbansi (A)			
	1	2	3	Rata-rata
0	0.711	0.711	0.712	0.711
0.05	0.690	0.691	0.691	0.691
0.06	0.673	0.672	0.671	0.672
0.07	0.644	0.645	0.645	0.645
0.08	0.623	0.623	0.623	0.623
0.09	0.597	0.598	0.599	0.598
0.1	0.576	0.578	0.576	0.576

## LAMPIRAN D

### PERHITUNGAN STATISTIKA

#### D.1 Perhitungan Persamaan Pegresi Linear dari Kurva Kalibrasi Senyawa Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pH 4,5

Penelitian ini berdasarkan hukum Lambert-Beer yang dinyatakan dengan persamaan:

$$A = \epsilon \cdot b \cdot c$$

Dengan:

A= Absorbansi (A)

$\epsilon$ = tetapan absorptivitas molar (apabila c dalam mol/liter)

b= tebal media (cm)

c= konsentrasi Fe(III) (ppm)

sehingga, dari persamaan garis pada Gambar IV.6 yang diperoleh dari penelitian antara konsentrasi  $\text{Fe}^{3+}$  sebagai sumbu-x terhadap Absorbansi sebagai sumbu-y melalui persamaan  $y = ax + b$ . maka:

$$a = \frac{\Sigma\{(x - \bar{x})(y - \bar{y})\}}{\Sigma(x - \bar{x})}$$

$$b = \bar{y} - ax$$

Oleh karena itu, kurva pada Gambar IV.6 dapat ditentukan melalui persamaan regresi linear yang tercantum pada Tabel D.1:

**Tabel D.1 Data Regresi linear Kurva Kalibrasi Kompleks Fe(II)-Fenantrolin**

No.	X	$X - \bar{X}$	Y	$Y - \bar{Y}$	$(X - \bar{X})(Y - \bar{Y})$	$(X - \bar{X})^2$	$(Y - \bar{Y})^2$
1	0	-2,5	0,000	-0,3868	0,9670	6,25	0,1496
2	1	-1,5	0,199	-0,1878	0,2817	2,25	0,0352
3	2	-0,5	0,331	-0,0558	0,0279	0,25	0,0031
4	3	0,5	0,466	0,0791	0,0395	0,25	0,0062
5	4	1,5	0,614	0,2271	0,3407	2,25	0,0516
6	5	2,5	0,711	0,3241	0,8104	6,25	0,1050
$\Sigma$	15		2,321		2,4675	17,5	0,3509
Rata-rata	2,5		0,3868				

$$a = \frac{\Sigma\{(x - \bar{x})(y - \bar{y})\}}{\Sigma(x - \bar{x})^2}$$

$$a = \frac{2,4675}{17,5}$$

$$a = \frac{2,4675}{17,5}$$

$$a = 0,141$$

Dari persamaan garis yang diperoleh, maka:

$$\bar{y} = a\bar{x} + b$$

$$0,3868 = 0,141(2,5) + b$$

$$0,3868 = 0,3525 + b$$

$$b = 0,0343$$

sehingga, diperoleh persamaan regresi secara teori  $y=0,141x+0,0343$

## **D.2 Perhitungan Koefisien Korelasi (r) Kurva Kalibrasi Senyawa Kompleks Fe(II)-Fenantrolin**

Dari persamaan  $y=0,141x+0,0343$  pada lampiran D.1 di atas, maka dapat ditentukan besarnya koefisien korelasinya yaitu:

$$r = \frac{\Sigma\{(x - \bar{x})(y - \bar{y})\}}{\{[(x - \bar{x})^2][(y - \bar{y})^2]\}^{1/2}}$$

$$r = \frac{2,4675}{\{17,5 \times 0,3509\}^{1/2}}$$

$$r = 0,9956$$

$$r^2 = 0,9912$$

sehingga, memenuhi persamaan  $y = 0,141x + 0,0343$  dengan  $r^2 = 0,9912$

### D.3 Perhitungan uji-t Terhadap Kurva Kalibrasi

Dilakukan uji-t terhadap kurva kalibrasi untuk mengetahui adanya korelasi antara konsentrasi (x) dengan absorbansi (y). Dengan  $n=6$ ,  $r=0,09956$  dan  $r^2=0,9912$ . Sehingga,  $t_{hitung}$  adalah:

$$\begin{aligned} t_{hitung} &= \frac{|r|\sqrt{(n-2)}}{\sqrt{(1-r^2)}} \\ &= \frac{1,9912}{0,0938} \\ &= 21,228 \end{aligned}$$

Keterangan:

$n$  = Jumlah data

$r$  = koefisien korelasi

derajat kebebasan (db) =  $n-2 = 4$

$H_0$  = tidak ada hubungan atau korelasi antara konsentrasi (x) dengan absorbansi (y)

$H_i$  = ada hubungan atau korelasi antara konsentrasi (x) dengan absorbansi (y)

Nilai  $t_{hitung}$  dari perhitungan sebelumnya sebesar 21,228, kemudian dibandingkan dengan  $t_{tabel}$  pada tabel F.1 dengan selang kepercayaan 95% dan derajat kebebasan 4 yaitu 2,78 diperoleh  $t_{hitung} > t_{tabel}$ . Maka dapat disimpulkan bahwa dengan nilai tersebut,  $H_0$  ditolak, artinya bahwa ada hubungan atau korelasi antara konsentrasi (x) dengan absorbansi (y).

#### D.4 Perhitungan Standard Deviasi (S), Standard Deviasi relatif (RSD), dan Koefisien Variatif (CV)

Senyawa kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan penambahan ion  $Al^{3+}$  dengan konsentrasi 0,09 ppm, yaitu:

$x_i$	$(x_i - \bar{x})$	$(x_i - \bar{x})^2$
0,597	-0,001	$10^{-6}$
0,598	0	0
0,599	0,001	$10^{-6}$
$\bar{x} = 0,598$		$\Sigma = 2 \times 10^{-6}$

Sehingga, nilai Standard Deviasi (S) sebesar:

$$S = \sqrt{\frac{\Sigma(x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$



$$s = \sqrt{\frac{2 \times 10^{-6}}{2}}$$

$$S = 10^{-3}$$

Nilai Standard Deviasi relatif (RSD) sebesar:

$$\begin{aligned} \text{RSD} &= \frac{S}{\bar{X}} \times 1000 \text{ ppt} \\ &= \frac{10^{-3}}{0,598} \times 1000 \text{ ppt} \\ &= 1,672 \text{ ppt} \end{aligned}$$

Nilai Koefisien Variasi (CV) sebesar:

$$\begin{aligned} \text{CV} &= \frac{S}{\bar{X}} \times 100\% = \frac{10^{-3}}{0,598} \times 100\% \\ &= 0,1672 \text{ ppt} \end{aligned}$$

## LAMPIRAN E

TABEL KONSENTRASI ION  $Al^{3+}$ , S, RSD, DAN CV

n	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi (A)	S	RSD	CV
1 2 3	0	0,711 0,711 0,712	$7,07 \times 10^{-4}$	0,99	0,09
1 2 3	0,05	0,690 0,691 0,691	$7,07 \times 10^{-4}$	1,02	0,10
1 2 3	0,06	0,673 0,672 0,671	$10^{-3}$	1,48	0,14
1 2 3	0,07	0,644 0,645 0,645	$7,07 \times 10^{-4}$	1,09	0,10
1 2 3	0,08	0,623 0,623 0,623	0	0	0
1 2 3	0,09	0,597 0,598 0,599	$10^{-3}$	1,67	0,16
1 2 3	0,1	0,576 0,578 0,578	$10^{-6}$	$2 \times 10^{-3}$	$2 \times 10^{-4}$

## LAMPIRAN F

TABEL NILAI SEBARAN-t

Nilai t untuk selang kepercayaan	90%	95%	98%	99%
Nilai $ t $ untuk nilai P				
Banyaknya derajat kebebasan	0,1	0,05	0,02	0,01
1	6,31	12,71	31,82	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
$\infty$	1,64	1,96	2,33	2,58

(Miller and Miller, 1990)

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A.1 Pembuatan Larutan Standar $\text{Fe}^{3+}$ 100 ppm.....	43
Lampiran A.2 Pembuatan larutan Pereduksi Natrium Tiosulfat 100 ppm .....	43
Lampiran A.3 Pembuatan Larutan Standar Ligan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm .....	44
Lampiran A.4 Pembuatan Larutan Buffer Asetat pH 4,5 .....	44
Lampiran A.5 Pembuatan Larutan $\text{Al}^{3+}$ 100 ppm.....	45
Lampiran A.6 Larutan Blanko.....	45
Lampiran A.7 Penentuan panjang Gelombang Maksimum Senyawa Kompleks Fe(II)-Fenantrolin .....	46
Lampiran A.8 Pembuatan Kurva Kalibrasi Senyawa Kompleks Fe(II)-Fenantrolin .....	47
Lampiran A.9 Pembuatan Larutan Senyawa Kompleks Fe(II)- Fenantrolin Dengan Ion $\text{Al}^{3+}$ .....	48
Lampiran B.1 Perhitungan Pembuatan Larutan Standar Fe(III) 100 ppm .....	49
Lampiran B.2 Perhitungan Pembuatan Larutan Standar Natrium Tiosulfat 100 ppm.....	49
Lampiran B.3 Pembuatan Larutan Standar 1,10-Fenantrolin 1000 ppm .....	50
Lampiran B.4 Pembuatan larutan Buffer Asetat pH 4,5 .....	51
Lampiran B.5 Pembuatan Larutan Standar $\text{Al}^{3+}$ 100 ppm.....	52
Lampiran B.6 Pembuatan larutan Standar $\text{Al}^{3+}$ 10 ppm.....	53
Lampiran C.1 Data Penentuan Panjang Gelombang Maksium Senyawa Kompleks Fe(II)-Fenantrolin .....	54
Lampiran C.2 Data Absorbansi dari Hasil Penentuan Kurva Kalibrasi Kompleks Fe(II)-Fenantrolin .....	56
Lampiran C.3 Data Absorbansi Dengan Penambahan Ion Penggangu $\text{Al}^{3+}$ Dalam Senyawa Kompleks Fe(II)- Fenantrolin .....	57
Lampiran D.1 Perhitungan Persamaan Regresi Linear dari Kurva Kalibrasi Senyawa Kompleks Fe(II)-Fenantrolin Dengan pH 4,5.....	58

Lampiran D.2 Perhitungan Koefisien Korelasi ( $r$ ) Kurva kalibrasi Senyawa Kompleks Fe(II)-Fenantrolin .....	60
Lampiran D.3 Perhitungan Uji-t terhadap Kurva kalibrasi .....	61
Lampiran D.4 Perhitungan Standar Deviasi (S), Standar Deviasi Relatif (RSD), dan Koefisien Variatif (CV).....	62
Lampiran E.1 Perhitungan S, RSD, dan CV .....	65
Lampiran F.1 Nilai Sebaran-t .....	67

## DAFTAR PUSTAKA

- Agustina, F.T., (2007), *Ekstraksi Fe(II)-Fenantrolin Menggunakan Metode Cloud Point Dengan Surfaktan Tween 80*, Skripsi Universitas Sebelas Maret, Surakarta
- Al-Okab and Galil, (2012), *New Oxidative Electrophilic Coupling Reactions and Their Applications to Spectrophotometric Determination of iron(III) in Enviromental Waters, Slis and Industrial Effluent Samples*, Physics, Chemistry and technology, Vol. 10, No. 1, pp. 27-36
- Amin and Gouda., (2008), *Utility of Solid Phase Spectrophotometry for determination of Dissolved Iron(II) and Iron(III) Using 2,3-dichloro-6-(3-Carboxy-2-Hidroxy-1-Naphthylazo)Quinoxaline*, talanta 76, 1241-1245
- Anggraeny, D., (2005), *Pengaruh Cu(II) dalam Penentuan Fe pada pH 3,5 dan pH 8 dengan Pengompleks Ortofenantrolin Secara Spektrofotometer UV-Vis*, Tugas Akhir Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya
- Anwar, A.P., (2009), *Studi Gangguan Co pada Analisis Besi dengan Pengompleks 1,10-Fenantrolin pada pH 4,5 Secara Spektrometri UV-Vis*, Tugas Akhir, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya

- Arifin dkk., (2006), *Validasi Metode Analisis Logam copper (Cu) dan Plumbum (Pb) dalam jagung Dengan cara Spektrofotometer Serapan Atom*, Balai Penelitian Veteriner, Fakultas Farmasi, Universitas Pancasila, Jakarta
- Basset et al., (1991), *Vogel's Textbook of Quantitative Inorganic.*, Longman Group UK, London
- Behera et al., (2012), *UV-Visible Spectrophotometric Method Development and Validation of Assay of Paracetamol Tablet Formulation*, Journal of Analytical and Bioanalytical Techniques, Vol. 3
- Berkheiser and Mortland., (1979), *Hectorite Complexes With Cu(II) and Fe(II)-Phenanthroline Chelates*, Clays and Clay Mineral, Vol. 25, pp. 105-112
- Burgess, C., (2000) *Valid Analytical Methods and Procedures.*, The Royal Society of Chemistry, UK
- Butler, J.M., (2005), *Validation Overview, National Institut of Standards and Technology (NIST)*
- Chelucci et al., (2007), *Tetrahedron*, 3359
- Considine, D.M., P.E and Considine, G.D., (1994), *van Reinhold Encyclopedia of Chemistry*, 4<sup>th</sup> Edition, Van Nostrand reinhold Company, New York
- Dey et al., (2010), *Development and Validation of a UV-Vis Spectrophotometric Method for The Estimation and degradation Monitoring of Cefadroxil In Bulk and Pharmaceutical Dosage Forms*, International Journal of Chemistry Research, Vol. 1

- Firdausi, D.I., (2011), *Perbandingan Pereduksi Natrium Tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) dan kalium Oksalat ( $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ) pada Analisa Kadar Besi dalam Multivitamin Secara Spektrofotometri IV-Vis*, Tugas Akhir, Jurusan Kimia, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya
- Gurupadayya et al., (2013), *Spectrophotometric determination of Meloxicam by Sodium Nitroprusside and 1,10-Phenantroline Reagents in Bulk and Its Pharmaceutical Formulation*, Indian Journal of Chemical technology, Vol. 20, pp. 111-115
- Harmita, (2004), *Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya*, Vol. 1, No. 3, Departemen Farmasi FMIPA UI, Jakarta
- Hidayati, N., (2010), *Penentuan Panjang Gelombang, Kurva Kalibrasi dan Uji Presisi Terhadap Senyawa Kompleks  $\text{Fe(II)}$ -Fenantrolin*, Mulawarman Scientifie, Vol. 9, No. 2
- Lazic at al., (2010), *Stability of Tris-1,10-Phenanthroline Iron(II) Complex in Different Composites*, Chemical Industry and Chemical Engineering Quarterly, Vol. 16, pp. 193-198
- Liyana, D.E., (2011), *Optimasi pH Buffer dan Konsentrasi Larutan Pereduksi Natrium Tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) dengan Timah (Ti) Klorida ( $\text{SnCl}_2$ ) dalam Penentuan Kadar Besi Secara Spektrofotometri Visibel*. Tugas Akhir, Jurusan Kimia, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya
- Malik et al., (2012), *UV/VIS Response Based Fuzzy Logic for Health Assessment Transformer Oil*, Procedia Engineering, Vol. 30, pp. 905-912



- Malik, A.K., (2000), *Direct Spectrophotometric Determination of Ferbam Iron (III) Dymethyldithiocarbamat in Commercial Sample and Wheat Grains After Extraction of its Bathophenanthroline Tetraphenilborate Complex Into Molten Naphtalen*, Journal of Agricultural and Food Chemistry, Vol. 48, No. 10, pp. 4044-4047
- Miller, J.N., (1991), *Statistik Untuk KimiaAnalitik*, ITB, Bandung
- Material Safety Data Sheet (MSDS), (2013), *OrthoPhenanthroline Monohydrate*, Sciencelab.com, Inc., Texas
- Mulya, M., (1998), *Validasi Metode Analisa Instrument*, Laboratorium Farmasi, fakultas Farmasi, Universitas Airlangga, Surabaya
- Onggo, D., (2002), *Kimia Anorganik II: Logam*, Penerbit ITB, Bandung
- Othmer, K., (1978), *Encyclopedia of Chemical Technology*, 3<sup>rd</sup> ed, vol. 13, John Wiley and Sons, Inc, New York
- Palar, H., (1994), *Pencemaran an Toksikologi Logam Berat*, Penerbit Rineka Cipta, Jakarta
- Pritasari, A.A., (2009), *Studi Gangguan Mn pada Analisa Besi Menggunakan Pengompleks 1,10-Fenantrolin pada pH 4,5 Secara Spektrofotometri UV-Vis*, Tugas Akhir, Jurusan Kimia, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya

- Puspaningtyas, A., (2004), *Optimasi pH Buffer Asetat dan Konsentrasi Larutan Pereduksi Natrium Tiosulfat dalam Penentuan Kadar Besi Secara Spektrofotometri UV-Vis*, Tugas Akhir, Jurusan Kimia, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya
- Rifki, A.A., (2013), *Pengaruh Penambahan  $Al^{3+}$  dalam Penentuan Analisa  $Fe^{2+}$  pada pH 4,5 dengan Pengompleks 1,10-Fenantrolin Secara Spektrofotometri Sinar Tampak*, Tugas Akhir, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya
- Rivai, H., (1995). *Asas Pemeriksaan Kimia*. UI-Press: Jakarta
- Setyowati, (2009), *Validasi dan Pengembangan Kadar Tablet Besi(II)-Sulfat dengan Spektrofotometri Visible dan Serimetri sebagai Pembanding*, Skripsi, fakultas Farmasi, Universitas Muhammadiyah Surakarta, Surakarta
- Shabaan et al., (2012), *Sythesis and Characterization of 1,10-Phenantroline-2,9-dicarbaldehyde-bis-(thiosemicarbazone)*, Asian Journal of chemistry., Vol. 24, No. 6, pp. 2819-2820
- Skoog, D.A and West, D.M., (2004), *Fundamental of Analytical Chemistry. 8<sup>th</sup> ed.*, Brooks Cole Publishing Company, USA
- Sugiyarto dan Suyanti., (2010), *Kimia Anorganik Logam*, edisi pertama, Grha Ilmu, Yogyakarta
- Sukardjo., (1990), *Kimia anorganik*, edisi kedua, penerbit Rineka Cipta, Jakarta

- Syahrani, A., (1991), *Aplikasi Analisis Spektrofotometri UV-Vis*, Mecphiso grafika: Surabaya
- Swamardika., (2009), *Pengaruh Radiasi Elektromagnetik terhadap Kesehatan Manusia*, Jurnal Teknologi Elektro., Vol. 8., No. 1., Januari-Juni 2009, Universitas Udayana
- Thomas, M., (1996), *Ultraviolet and Visible Spectroscopy*, John Wiley and Sons, Inc, New York
- Underwood, A.L., (2002), *Analisa Kimia Kuantitatif*, edisi keempat, Erlangga, Jakarta
- Vogel, A.I. (1990), *Analisa Kualitatif Makro dan Semimikro*, edisi kelima. Penerjemah: Setiono dan hadyana Pudjaatmaka, Jakarta: Kalman Media Pustaka
- Wardani, L.A., (2012), *Validasi Metode Analisis dan Penentuan Kadar Vitamin C pada Minuman Buah Kemasan dengan Spektrofotometri UV-Vis*, FMIPA-UI: Jakarta
- Wulandari, N., (2007), *Validasi Metode Spektrofotometri Derivatif Ultraviolet untuk Penentuan Reserpin dalam Tablet Obat*, Departemen Kimia, Fakultas matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Pertanian Bogor, Bogor

## BIODATA PENULIS



Penulis dilahirkan di kabupaten Lumajang, pada tanggal 12 Oktober 1991 sebagai anak kedua dari 2 bersaudara. Penulis telah menempuh pendidikan formal yaitu, di TK Dharma Wanita Denok Lumajang, SD Negeri Tukum 02 Lumajang, SMP Negeri 3 Lumajang, dan MA Putri Nurul Masyithoh

Lumajang. Penulis melanjutkan pendidikan perguruan tinggi di Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya melalui Seleksi Program Beasiswa Santri Berprestasi dengan NRP 1410 100 703. Selama masa studi, penulis aktif mengikuti berbagai organisasi di antaranya, menjabat sebagai staff Kesejahteraan Mahasiswa BEM FMIPA pada masa periode 2011-2012, staff Dalam Negeri CSSMoRA ITS pada masa periode 2012-2013, aktif mengikuti berbagai kegiatan dan pelatihan bagi mahasiswa dan juga aktif dalam berbagai kepanitiaan. Penulis pernah menjadi asisten praktikum Kimia Dasar 1, Kimia Dasar 2, dan Metode Pengukuran dan Instrumen (MPI). Selain itu juga, penulis juga pernah melakukan Kerja Praktek (KP) di PT. Charoen Phokphan Sidoarjo. Penulis menyelesaikan studinya dengan mengambil Tugas Akhir dalam bidang Kimia Instrumen dan Sains Analitik di bawah bimbingan bapak Drs. R. Djarot S.K.S, MS. Penulis dapat dihubungi melalui email [lilaaliya@gmail.com](mailto:lilaaliya@gmail.com).