



**SKRIPSI**

**PENGEMBANGAN METODE ANALISIS BESI MELALUI  
OPTIMASI KEMAMPUAN AGEN PEREDUKSI  
NH<sub>2</sub>OH.HCl DAN NaBH<sub>4</sub> DALAM MEREDUKSI BESI(III)  
MENJADI BESI(II)**

**ANNISA RAHMAYANTI**

**NRP. 0121154000113**

**Dosen Pembimbing**

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

**DEPARTEMEN KIMIA**

**FAKULTAS SAINS**

**INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER**

**SURABAYA**

**2019**



**SCRIPT**

**DEVELOPMENT OF IRON ANALYSIS METHOD  
THROUGH OPTIMIZATION OF  $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$  AND  $\text{NaBH}_4$   
REDUCING ACCES TO IRON(III) BECOME IRON(II)**

**ANNISA RAHMAYANTI**

**NRP. 0121154000113**

**Advisor**

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

**DEPARTMENT OF CHEMISTRY  
FACULTY OF SCIENCES  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2019**

**PENGEMBANGAN METODE ANALISIS BESI MELALUI  
OPTIMASI KEMAMPUAN AGEN PEREDUKSI  
NH<sub>2</sub>OH.HCl DAN NaBH<sub>4</sub> DALAM MEREDUKSI BESI(III)  
MENJADI BESI(II)**

**SKRIPSI**

Disusun Sebagai Salah Satu Syarat Untuk Memperoleh Gelar  
Sarjana Program Studi S-1  
Departemen Kimia, Fakultas Sains  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya

Disusun Oleh :

**ANNISA RAHMAYANTI  
NRP. 0121154000113**

**DEPARTEMEN KIMIA  
FAKULTAS SAINS  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2019**

## LEMBAR PENGESAHAN

# PENGEMBANGAN METODE ANALISIS BESI MELALUI OPTIMASI KEMAMPUAN AGEN PEREDUKSI $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ DAN $\text{NaBH}_4$ DALAM MEREDUKSI BESI(III) MENJADI BESI(II)

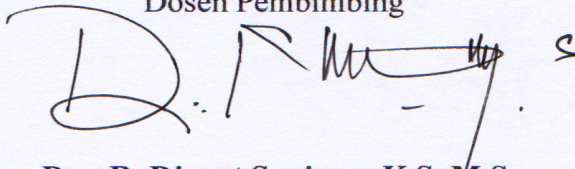
## SKRIPSI

Disusun sebagai syarat memperoleh gelar Sarjana Sains  
Pada Program Studi S-1 Kimia  
Departemen Kimia, Fakultas Sains  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya

Disusun Oleh :

**ANNISA RAHMAYANTI**  
**NRP. 01211540000113**

Surabaya, 8 Juli 2019  
Menyetujui,  
Dosen Pembimbing



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

Mengetahui,  
Kepala Departemen Kimia



**Prof. Dr. Didik Prasetyoko, S.Si, M.Sc.**  
**NIP. 19710616 199703 1 00**

**PENGEMBANGAN METODE ANALISIS BESI MELALUI  
OPTIMASI KEMAMPUAN AGEN PEREDUKSI  
NH<sub>2</sub>OH.HCl DAN NaBH<sub>4</sub> DALAM MEREDUKSI BESI (III)  
MENJADI BESI (II)**

**Nama** : Annisa Rahmayanti  
**NRP** : 0121154000113  
**Departemen** : Kimia  
**Dosen Pembimbing** : Drs. R. Djarot Sugiarso K.S., MS

**Abstrak**

Penentuan kadar besi dengan metode spektrofotometri UV-Vis dilakukan dengan cara mereduksi Fe(III) menjadi Fe(II) dengan penambahan hidrosilamin hidroklorida (NH<sub>2</sub>OH.HCl) yang dikomplekskan dengan 1,10-Fenantrolin membentuk kompleks [Fe(C<sub>12</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>)<sub>3</sub>]<sup>2+</sup>. Pereduksi natrium borohidrida (NaBH<sub>4</sub>) digunakan sebagai pengganti NH<sub>2</sub>OH.HCl untuk membandingkan kemampuan yang paling baik dalam mereduksi Fe(III) menjadi Fe(II). Variabel yang ditentukan adalah pH buffer asetat, waktu pendiaman dan konsentrasi pereduksi dalam pembentukan kompleks [Fe(C<sub>12</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>)<sub>3</sub>]<sup>2+</sup>. Panjang gelombang maksimum yang dihasilkan Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi NH<sub>2</sub>OH.HCl dan NaBH<sub>4</sub> sebesar 510 nm dengan buffer asetat pH 4,5. Waktu optimum yang dibutuhkan dalam pembentukan kompleks [Fe(C<sub>12</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>)<sub>3</sub>]<sup>2+</sup> yaitu 15 menit untuk NH<sub>2</sub>OH.HCl dan 5 menit untuk NaBH<sub>4</sub>. Konsentrasi optimum NH<sub>2</sub>OH.HCl dan NaBH<sub>4</sub> yang diperlukan untuk mereduksi 5 ppm Fe(III) secara berurutan adalah 8 ppm dan 150 ppm. Nilai %*recovery* untuk pereduksi NH<sub>2</sub>OH.HCl dan NaBH<sub>4</sub> secara berurutan adalah 90,67% dan 97,16%. Hasil penelitian menunjukkan bahwa pereduksi NH<sub>2</sub>OH.HCl memiliki kemampuan mereduksi Fe(III) menjadi Fe(II) yang lebih baik daripada pereduksi NaBH<sub>4</sub>.

**Kata Kunci** : Besi, 1,10-Fenantrolin, Spektrofotometri UV-Vis, NH<sub>2</sub>OH.HCl, NaBH<sub>4</sub>

**DEVELOPMENT OF IRON ANALYSIS METHOD  
THROUGH OPTIMIZATION OF NH<sub>2</sub>OH.HCl AND NaBH<sub>4</sub>  
REDUCING ACCESS TO IRON (III) BECOME IRON (II)**

**Name** : Annisa Rahmayanti  
**NRP** : 0121154000113  
**Departement** : Kimia  
**Supervisor** : Drs. R. Djarot Sugiarso K.S., MS

**Abstract**

Determination of total iron content using spectrophotometry UV-Vis method was done by reducing Fe(III) become Fe(II) with addition of hydroxylamine hydrochloride (NH<sub>2</sub>OH.HCl) which was complexed with 1,10 phenanthroline to form [Fe(C<sub>12</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>)<sub>3</sub>]<sup>2+</sup> complex. Reduction of natrium borohydride (NaBH<sub>4</sub>) was used as replacement of NH<sub>2</sub>OH.HCl to compare the best ability to reduce Fe(III) to Fe(II). The determined variabels were the pH of buffer acetate, residence time and concentration of reducing agent to form [Fe(C<sub>12</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>)<sub>3</sub>]<sup>2+</sup> complex. The maximum wavelength produced by both of reducing agents was 510 nm with buffer acetate pH 4,5. The optimum time to complex formation was 15 minutes for NH<sub>2</sub>OH.HCl and 5 minutes for NaBH<sub>4</sub>. The optimum concentration to reduce 5 ppm Fe<sup>3+</sup> for NH<sub>2</sub>OH.HCl and NaBH<sub>4</sub> were 8 ppm and 150 ppm, respectively. The percent recovery for NH<sub>2</sub>OH.HCl and NaBH<sub>4</sub> were 90,67% and 97,16%, respectively. The results showed that NH<sub>2</sub>OH.HCl has the ability to reduce Fe(III) to Fe(II) which was better than NaBH<sub>4</sub>.

**Keywords** : Iron, 1,10-Phenanthroline, UV-Vis Spectrophotometry, NH<sub>2</sub>OH.HCl, NaBH<sub>4</sub>

## KATA PENGANTAR

Alhamdulillahirabbil'alamin, puji syukur atas limpahan rahmat Allah SWT sehingga naskah skripsi yang berjudul **“Pengembangan Metode Analisis Besi Melalui Optimalisasi Kemampuan Agen Pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  dan  $\text{NaBH}_4$  dalam Mereduksi Besi(III) Menjadi Besi(II)”** dapat diselesaikan dengan baik. Tulisan ini terwujud dengan baik atas bantuan dan dukungan dari semua pihak. Untuk itu penulis menyampaikan terima kasih kepada:

1. Drs. Djarot Sugiarto, K.S., M.S., selaku dosen pembimbing yang telah memberi pengarahan dan bimbingan selama proses penyusunan skripsi ini.
2. Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc., selaku Kepala Departemen Kimia atas fasilitas yang telah diberikan hingga skripsi ini dapat terselesaikan.
3. Dra. Ita Ulfin, M.Si. selaku kepala Laboratorium Instrumen dan Sains Analitik yang telah memberikan izin selama melakukan penelitian.
4. Dr. Yuly Kusumawati, S. Si., M. Si. selaku dosen wali yang telah memberikan bimbingan dan nasihat selama menimba ilmu di Departemen Kimia FS ITS.
5. Papa, mama, adik Fanny, mas Fai, keluarga Soib, keluarga Bambang atas dukungan, semangat dan kasih sayang yang tiada henti.
6. Teman-teman mahasiswa Kimia ITS angkatan 2015 Goldschmidt dan Laboratorium Instrumentasi dan Sains Analitik yang membantu dan selalu memberikan semangat untuk mengerjakan skripsi ini.
7. Teman-teman SMP dan SMA yang selalu saling support dan saling mendoakan untuk tetap semangat dalam mengerjakan skripsi ini.
8. Intan, Alda, Fenny yang selalu menemani dan mendukung baik suka maupun duka dalam mengerjakan skripsi.
9. Naufal Irfano yang membantu, menemani, mendukung

dan memberikan semangat dalam mengerjakan skripsi dari awal hingga akhir penyusunan skripsi.

10. Seluruh guru dan dosen yang sudah membimbing dalam menimba ilmu hingga sekarang.

Penulis menyadari bahwa masih terdapat kekurangan dalam penyusunan naskah ini. Penulis mengharapkan saran yang bersifat membangun terhadap tulisan ini. Semoga naskah ini memberikan manfaat dan inspirasi terutama bagi pihak-pihak yang menekuni bidang terkait dengan yang penulis kerjakan.

Surabaya, 8 Juli 2019



## DAFTAR ISI

LEMBAR PENGESAHAN .....	iii
ABSTRAK .....	iv
ABSTRACT .....	v
KATA PENGANTAR .....	vi
DAFTAR ISI .....	viii
DAFTAR GAMBAR .....	x
DAFTAR TABEL .....	xii
BAB I PENDAHULUAN .....	1
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	3
1.3 Batasan Masalah .....	3
1.4 Tujuan Masalah .....	3
1.5 Manfaat .....	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA .....	5
2.1 Tinjauan Umum Besi (Fe) .....	5
2.2 Senyawa Pereduksi .....	6
2.2.1 Hidroksilamin Hidroklorida ( $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ ) .....	6
2.2.2 Natrium Borohidrida ( $\text{NaBH}_4$ ) .....	7
2.3 Senyawa 1,10-Fenantrolin .....	8
2.4 Senyawa Kompleks .....	10
2.4.1 Senyawa Kompleks Besi .....	11
2.5 Larutan Buffer .....	12
2.6 Spektrofotometri Ultraviolet <i>Visible</i> (UV-Vis) .....	13
2.7 Validasi Metode Analisa .....	17
2.7.1 Linearitas .....	17
2.7.2 Akurasi .....	18
2.7.3 Presisi .....	19
2.7.4 Batas Deteksi atau <i>Limit of Detection</i> (LOD) dan Batas Kuantifikasi atau <i>Limit of Quantification</i> (LOQ) .....	20
2.7.5 <i>Rugdeness</i> .....	21
2.8 Analisis Regresi Kurva Kalibrasi dan Penentuan Kadar Sampel .....	21
2.9 Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) .....	22

BAB III METODOLOGI.....	25
3.1 Alat dan Bahan.....	25
3.1.1 Alat .....	25
3.1.2 Bahan.....	25
3.2 Prosedur Kerja .....	25
3.2.1 Pembuatan Larutan Standar Fe (III) 100 ppm.....	25
3.2.2 Pembuatan Larutan $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ 100 ppm .....	25
3.2.3 Pembuatan Larutan $\text{NaBH}_4$ 1500 ppm .....	26
3.2.4 Pembuatan Larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm.....	26
3.2.5 Pembuatan Larutan Buffer Asetat .....	26
3.2.6 Pembuatan Larutan Blanko Pada Panjang Gelombang Maksimum .....	26
3.2.7 Pengukuran Panjang Gelombang Maksimum .....	27
3.2.8 Pembuatan Kurva Kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin .....	27
3.2.9 Penentuan pH Optimum Larutan Buffer Asetat .....	27
3.2.10 Penentuan Waktu Optimum Pereduksi.....	28
3.2.11 Penentuan Konsentrasi Optimum Pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ .....	28
3.2.12 Penentuan Konsentrasi Optimum Pereduksi $\text{NaBH}_4$ .....	29
3.2.13 Pembuatan Kurva Standar .....	29
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....	31
4.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Fe(II)-Fenantrolin .....	31
4.2 Pembuatan Kurva Kalibrasi.....	35
4.3 Penentuan pH Optimum Buffer Asetat.....	40
4.4 Penentuan Waktu Optimum Fe(II)-Fenantrolin.....	45
4.5 Penentuan Konsentrasi Optimum Pada Pereduksi.....	49
4.6 Penentuan Perolehan Kembali ( <i>Persen Recovery</i> ) Kadar Fe Pada Pereduksi dengan Spektrofotometri UV-Vis .....	54
BAB V KESIMPULAN .....	57
DAFTAR PUSTAKA .....	59
LAMPIRAN.....	65
BIODATA PENULIS .....	97

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Unsur Logam Besi.....	6
Gambar 2.2 Struktur Hidrosilamin Hidroklorida.....	7
Gambar 2.3 Struktur Natrium Borohidrida.....	8
Gambar 2.4 Struktur 1,10-Fenantrolin.....	8
Gambar 2.5 Reaksi Fe(II) dengan Ligan 1,10-Fenantrolin.....	9
Gambar 2.6 Skema Spektrofotometri UV-Vis.....	15
Gambar 4.1 Warna larutan kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ (A) dan $\text{NaBH}_4$ (B).....	32
Gambar 4.2 Kurva penentuan $\lambda_{\text{max}}$ kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ pada rentang 400-540 nm dengan interval 1 nm.....	33
Gambar 4.3 Kurva penentuan $\lambda_{\text{max}}$ kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{NaBH}_4$ pada rentang 400-540 nm dengan interval 1 nm.....	34
Gambar 4.4 Perubahan Warna dalam Pembuatan Kurva Kalibrasi pada Pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ dengan Variasi Konsentrasi Fe(III) yaitu A) 1 ; B) 2 ; C) 3 ; D) 4 dan E) 5 ppm.....	36
Gambar 4.5 Kurva Kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ .....	37
Gambar 4.6 Perubahan Warna dalam Pembuatan Kurva Kalibrasi pada Pereduksi $\text{NaBH}_4$ dengan Variasi Konsentrasi Fe(II) yaitu A) 1 ; B) 2 ; C) 3 ; D) 4 dan E) 5 ppm.....	38
Gambar 4.7 Kurva Kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{NaBH}_4$ .....	39
Gambar 4.8 Kurva Penentuan pH Optimum dengan Pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ pada Kondisi Asam.....	41
Gambar 4.9 Perubahan Warna Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan Pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ pada Penentuan pH Optimum yaitu A) pH 3 ; B) pH 3,5 ; C) pH 4 ; D) pH 4,5 ; E) pH 5 ; F) pH 5,5 dan G) pH 6.....	42
Gambar 4.10 Kurva Penentuan pH Optimum dengan Pereduksi $\text{NaBH}_4$ pada Kondisi Asam.....	43
Gambar 4.11 Perubahan Warna Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan Pereduksi $\text{NaBH}_4$ pada Penentuan pH.....	

	Optimum yaitu A) pH 3 ; B) pH 3,5 ; C) pH 4 ; D) pH 4,5 ; E) pH 5 ; F) pH 5,5 dan G) pH 6.....	44
Gambar 4.12	Kurva Penentuan Waktu Optimum dalam Pembentukan Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan Pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ .....	46
Gambar 4.13	Perubahan Warna Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ pada Penentuan Waktu Optimum yaitu A) 0 ; B) 5 ; C) 10 ; D) 15 ; E) 20 dan F) 25 menit.....	47
Gambar 4.14	Kurva Penentuan Waktu Optimum dalam Pembentukan Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan Pereduksi $\text{NaBH}_4$ .....	48
Gambar 4.15	Perubahan Warna Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{NaBH}_4$ pada Penentuan Waktu Optimum yaitu A) 0 ; B) 5 ; C) 10 ; D) 15 ; E) 20 dan F) 25 menit. ....	48
Gambar 4.16	Kurva Penentuan Konsentrasi Optimum dalam Pembentukan Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan Pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ .....	50
Gambar 4.17	Perubahan Warna Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ pada Penentuan Konsentrasi Optimum yaitu A) 5 ; B) 6 ; C) 7 ; D) 8 ; E) 9 ; F) 10 dan G) 11 ppm.....	51
Gambar 4.18	Kurva Penentuan Konsentrasi Optimum dalam Pembentukan Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan Pereduksi $\text{NaBH}_4$ .....	52
Gambar 4.19	Perubahan Warna Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{NaBH}_4$ pada Penentuan Konsentrasi Optimum yaitu A) 120 ; B) 135 ; C) 150 ; D) 165 ; E) 180 ; F) 195 dan G) 210 ppm.....	53

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Panjang gelombang dan warna komplementer .....	14
Tabel 2.2 Panjang gelombang untuk setiap jenis warna .....	15
Tabel 4.1 Data Absorbansi Pembuatan Kurva Kalibrasi dalam Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ .....	36
Tabel 4.2 Data Absorbansi Pembuatan Kurva Kalibrasi dalam Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan pereduksi $\text{NaBH}_4$ .....	39
Tabel 4.3 Data Persen <i>Recovery</i> Kadar Fe dengan Pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ .....	55
Tabel 4.4 Data Persen <i>Recovery</i> Kadar Fe dengan Pereduksi $\text{NaBH}_4$ .....	55

## **Bismillahirrahmanirrahim**

Puji Syukur kepada Allah SWT  
Teruntuk Mama dan keluarga tercinta  
Sahabat, teman-teman Laboratorium Instrumen dan Sains  
Analitik serta teman-teman GOLDSCHMIDT yang telah  
memberikan dukungan dan semangat  
Juga seseorang yang selalu menguatkan  
Dan semua pihak yang telah membantu terselesainya naskah  
Skripsi ini dimanapun mereka berada

## **BAB I**

### **PENDAHULUAN**

#### **1.1 Latar Belakang**

Besi merupakan salah satu mineral yang terdapat dalam jumlah besar di alam dan beragam penggunaannya. Hal ini disebabkan beberapa hal yaitu kelimpahan besi dikulit bumi cukup besar, pengolahannya relatif mudah dan murah, mempunyai sifat-sifat yang menguntungkan dan mudah dimodifikasi. Penentuan kadar besi sangat penting untuk perlindungan lingkungan, hidrogeologi, proses kimia dan studi kesehatan masyarakat (Pourreza, 2004).

Penentuan kadar besi dapat dilakukan dengan berbagai metode analisis salah satunya adalah gravimetri. Keunggulan metode gravimetri yaitu pengotor dalam sampel dapat diketahui, hasil analisisnya spesifik dan presisi. Metode ini juga memiliki kelemahan yaitu kadar analit dalam sampel harus besar, kurang akurat dan waktu analisis lama (Khopkar, 1990). Metode lain yang bisa dilakukan adalah metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). Metode ini merupakan salah satu metode analisis yang dapat digunakan untuk mengetahui keberadaan dan kadar logam dan semi logam dalam berbagai bahan, namun terlebih dahulu perlu dilakukan tahap pendestruksi cuplikan (Xiu dan Yinfa, 1996).

Penelitian mengenai metode analisa besi menggunakan ICP-OES telah dilakukan oleh Xiong (2006) dan menggunakan spektrofotometri serapan atom oleh Citak (2009). Kelemahan kedua metode tersebut adalah memerlukan instrumen yang mahal dan kurang praktis menurut Xiong (2006) dan Citak (2009). Pada penelitian ini digunakan metode lain selain ICP-OES dan SSA yaitu spektrofotometri UV-Vis dengan beberapa keuntungan yaitu sederhana, pengerjaan yang cepat, murah dan mudah dalam menginterpretasikan hasil yang diperoleh (Putri, 2018).

Syarat analisa dengan spektrofotometri UV-Vis salah satunya adalah larutan harus berwarna sehingga besi harus

dikomplekskan terlebih dahulu yang ditandai dengan pembentukan warna spesifik sesuai dengan reagen yang digunakan. Pada penelitian ini pengompleks yang digunakan adalah 1,10-Fenantrolin karena lebih efisien dan spesifik untuk Fe(II), dapat membentuk kompleks dengan warna merah jingga yang stabil, tidak merubah nilai absorbansi dalam waktu tertentu serta terbentuk secara kuantitatif dalam kisaran pH 2-9 dengan konsentrasi reagen yang sesuai (Lazic dkk., 2010).

Penelitian yang telah dilakukan oleh Kuswanto (2001) membuktikan bahwa 1,10-Fenantrolin baik digunakan sebagai pengompleks besi dibandingkan dengan pengompleks kalium tiosianat (KSCN). Pengujian kompleks Fe(II)-Fenantrolin menggunakan spektrofotometri UV-Vis dilakukan dengan mereduksi Fe(III) menjadi Fe(II) menggunakan pereduksi natrium tiosulfat sebelum dikomplekskan dengan 1,10-Fenantrolin. Pada penelitian sebelumnya, besi direduksi menggunakan hidrosilamin hidroklorida ( $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ ), namun reagen tersebut harus diperlakukan khusus sehingga dicari reagen lain yang lebih efektif (Amin dan Gouda, 2008).

Pangastuti (2017) melakukan penelitian penentuan kadar besi dengan membandingkan kondisi optimum natrium tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) dan hidrosilamin hidroklorida ( $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ ).  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  mempunyai aktivitas yang lebih baik karena konsentrasi yang dibutuhkan lebih sedikit dibandingkan dengan  $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$  yaitu 10 ppm  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  sedangkan  $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$  sebesar 11 ppm untuk mereduksi 5 ppm Fe(III). Menurut ASTM (2000), Senyawa  $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$  merupakan pereduksi yang kuat dan keberadaannya mudah di dapat. Selain itu, menurut penelitian Rahayu (2007) pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$  perlu perlakuan khusus yaitu harus digunakan saat itu juga setelah di buat.

Pada penelitian yang telah dilakukan oleh Handayani (2013), Fe(III) yang terbuat dari padatan  $\text{FeCl}_3\cdot 6\text{H}_2\text{O}$  telah direduksi dengan pereduksi  $\text{NaBH}_4$  dalam proses preparasi *core/shell*. Selain itu, Sulungbudi dkk. (2012) membuktikan bahwa perlu ditambahkan konsentrasi berlebih untuk



menyempurnakan proses reduksi  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  hingga didapatkan konsentrasi yang optimum.

Berdasarkan uraian diatas, pereduksi  $\text{NaBH}_4$  belum pernah ditentukan aktivitas optimumnya baik pH, waktu maupun konsentrasi. Penelitian ini akan dilakukan analisa untuk mengetahui kemampuan natrium borohidrida ( $\text{NaBH}_4$ ) yang dibandingkan dengan pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$  untuk mencari pereduksi yang lebih baik untuk digunakan dalam mereduksi 5 ppm  $\text{Fe(III)}$  menjadi  $\text{Fe(II)}$ .

### **1.2 Rumusan Masalah**

Berdasarkan latar belakang diatas, penelitian ini digunakan dua pereduksi yaitu hidrosilamin hidroklorida ( $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ ) dan natrium borohidrida ( $\text{NaBH}_4$ ). Rumusan masalah yang diangkat pada penelitian ini adalah manakah diantara pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$  dan  $\text{NaBH}_4$  yang memiliki kemampuan mereduksi 5 ppm  $\text{Fe(III)}$  menjadi  $\text{Fe(II)}$  yang lebih baik.

### **1.3 Batasan Masalah**

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah menganalisa kemampuan optimum pada pereduksi dalam mereduksi 5 ppm  $\text{Fe(III)}$  menjadi  $\text{Fe(II)}$  dengan menentukan pH optimum dari pH 3 - 6, waktu optimum dalam pembentukan kompleks dari 0 - 25 menit, serta konsentrasi pereduksi yang baik pada analisis kadar total Fe dimana untuk pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$  dari 5 ppm - 11 ppm sedangkan untuk  $\text{NaBH}_4$  dari 120 ppm - 210 ppm.

### **1.4 Tujuan Masalah**

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mendapatkan pereduksi yang paling baik diantara kedua pereduksi baik hidrosilamin hidroklorida ( $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ ) maupun natrium borohidrida ( $\text{NaBH}_4$ ) dalam mereduksi 5 ppm  $\text{Fe(III)}$  menjadi  $\text{Fe(II)}$  dimana variabel yang divariasi adalah pH, waktu, serta konsentrasi pada penentuan kadar Fe.

### **1.5 Manfaat**

Hasil dari penelitian penentuan kadar besi (Fe) dengan membandingkan beberapa pereduksi dalam mereduksi 5 ppm Fe(III) menjadi Fe(II) ini diharapkan dapat mengetahui aktivitas pereduksi sehingga mendapatkan pereduksi yang baik dalam analisis kadar Fe.

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Tinjauan Umum Besi (Fe)

Besi (Fe) adalah logam-logam berwarna putih keperakan, liat dan dapat dibentuk. Besi berada dalam susunan unsur berkala logam golongan VIIIB, dengan berat atom 55,85 g/mol, nomor atom 26, berat jenis 7,86 g/cm<sup>3</sup>, titik didih 3000°C, titik leleh 1536°C dan umumnya mempunyai valensi 2 dan 3 (selain 1, 4, 6). Fe adalah logam yang dihasilkan dari bijih besi dan jarang dijumpai dalam keadaan bebas. Untuk mendapatkan unsur besi dari campuran perlu dipisahkan melalui metode pemisahan (Eaton dkk., 2005).

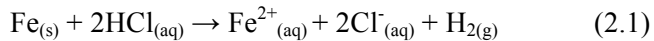
Besi merupakan elemen kimiawi yang dapat ditemukan hampir di setiap tempat di bumi pada semua lapisan-lapisan, namun besi juga merupakan salah satu logam berat yang berbahaya apabila kadarnya melebihi ambang batasnya. Pada umumnya Fe yang ada dalam air dapat terlarut sebagai kation ferro ( $\text{Fe}^{2+}$ ) atau ferri ( $\text{Fe}^{3+}$ ) tergantung pada kondisi pH dan oksigen terlarut dalam air. Besi terlarut dapat berbentuk senyawa tersuspensi sebagai butir koloidal seperti  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  dan  $\text{FeO}$ . Konsentrasi besi terlarut yang masih diperbolehkan dalam air adalah 0,3 mg/L (Yuliana, 2009).

Besi adalah logam dengan kelimpahan kedua terbanyak setelah unsur-unsur aluminium, oksigen dan silikon dan unsur keempat yang paling melimpah dalam kulit bumi. Bijih besi yang utama adalah *hematite* ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), *magnetite* ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), *limonite* ( $\text{FeO}(\text{OH})$ ) dan *siderite* ( $\text{FeCO}_3$ ). Besi murni cukup reaktif, dalam udara lembab akan mudah teroksidasi menjadi  $\text{Fe}(\text{III})$  oksida terhidrat (karat). Jarang terdapat besi murni, biasanya mengandung sejumlah kecil karbida, silisida, fosfida, serta sedikit grafit (Cotton dan Wilkinson, 1989). Gambar 2.1 menunjukkan unsur besi yang dapat dijumpai dalam kehidupan sehari-hari.

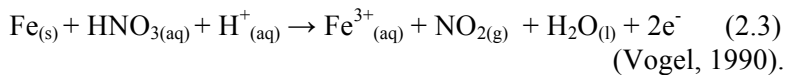
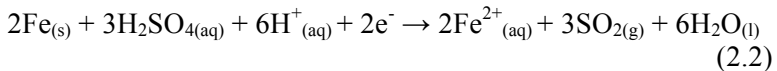


Gambar 2.1 Unsur Logam Besi  
(Cotton dan Wilkinson, 1989).

Besi merupakan logam transisi yang berwarna keperakan, larut dalam asam klorida baik dalam bentuk encer maupun pekat sehingga menghasilkan garam-garam Fe(II) dan gas hidrogen. Reaksi yang terjadi dapat dilihat pada persamaan 2.1.



Asam sulfat encer atau pekat dapat melarutkan besi dan menghasilkan ion Fe(II) dan belerang oksida, sedangkan asam nitrat panas dapat melarutkan besi membentuk ion Fe(III) dan gas nitrogen oksida. Reaksi yang terjadi dapat dilihat pada persamaan 2.2 dan 2.3.

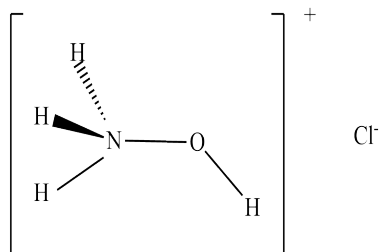


## 2.2 Senyawa Pereduksi

### 2.2.1 Hidroksilamin Hidroklorida (NH<sub>2</sub>OH.HCl)

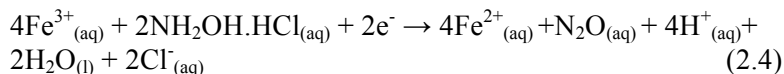
Hidroksilamin hidroklorida merupakan senyawa yang berbentuk padatan berwarna putih kekuningan dengan berat massa sebesar 64,49 g/mol dan pH 3,2. Hidroksilamin hidroklorida atau NH<sub>2</sub>OH.HCl memiliki titik leleh pada suhu 151°C-157°C (MSDS, 2013). Menurut Rahayu (2007), NH<sub>2</sub>OH.HCl harus diberi perlakuan khusus yaitu penggunaannya harus dalam keadaan segar dan dipanaskan sebelum

dikomplekskan. Gambar 2.2 menunjukkan struktur hidroksilamin hidroklorida.



Gambar 2.2 Struktur Hidroksilamin Hidroklorida  
(Putri, 2018)

Hidroksilamin hidroklorida merupakan garam asam klorida dari hidroksilamin, biasanya digunakan sebagai prekursor untuk antioksidan, inhibitor korosi, obat-obatan dan bahan kimia pertanian, manufaktur, serta industri karet dan plastik. Selain itu juga digunakan sebagai sabun, stabilizer warna dan emulsi aditif dalam film warna. Reaksi reduksi yang terjadi antara Fe(III) dengan  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$  dapat ditulis dalam persamaan 2.4.



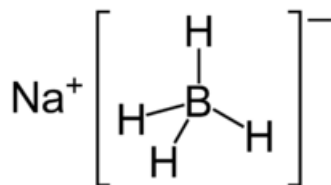
(Rahayu, 2007)

### 2.2.2 Natrium Borohidrida ( $\text{NaBH}_4$ )

Natrium borohidrida atau dikenal pula dengan sebutan natrium tetrahidridoborat atau natrium tetrahidroborat merupakan suatu senyawa anorganik dengan rumus kimia  $\text{NaBH}_4$ . Senyawa  $\text{NaBH}_4$  adalah senyawa padatan kristalin berwarna putih yang dapat terdekomposisi pada  $400^\circ\text{C}$ . Padatan ini larut dalam air dan terdekomposisi pada suhu tinggi dengan melepaskan gas hidrogen. Padatan ini digunakan sebagai bahan pereduksi untuk senyawa anorganik maupun organik serta untuk mempersiapkan kompleks hidrida (Fessenden, 1986).

Natrium borohidrida ( $\text{NaBH}_4$ ) umumnya dijumpai dalam bentuk serbuk dan stabil pada udara kering. Senyawa ini memiliki

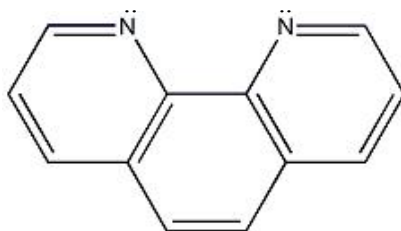
berat molekul sebesar 37,85 g/mol, densitas sebesar 1,07 g/cm<sup>3</sup>, titik didih sebesar 500°C dan titik leleh sebesar 400°C (MSDS, 2005). Gambar 2.3 menunjukkan struktur NaBH<sub>4</sub>.



Gambar 2.3 Struktur Natrium Borohidrida

### 2.3 Senyawa 1,10-Fenantrolin

Senyawa 1,10-Fenantrolin mempunyai berat molekul 180,20 g/mol dengan komposisi C 79,98%; H 4,48%; dan N 15,55%. Senyawa 1,10-Fenantrolin mempunyai sifat monohidrat, putih berbentuk bubuk kristal, titik leleh 93-94°C, titik didih 117°C. Senyawa 1,10-Fenantrolin digunakan dalam pembentukan kompleks dengan Fe yang biasa disebut dengan kompleks ferroin sebagai indikator oksidasi reduksi seperti titrasi garam besi. Intensitas warnanya tidak bergantung pada keasaman dalam kisaran pH 2 - 9 dan stabil untuk waktu yang lama (Lazic, 2010). Struktur 1,10-Fenantrolin ditunjukkan pada Gambar 2.4.

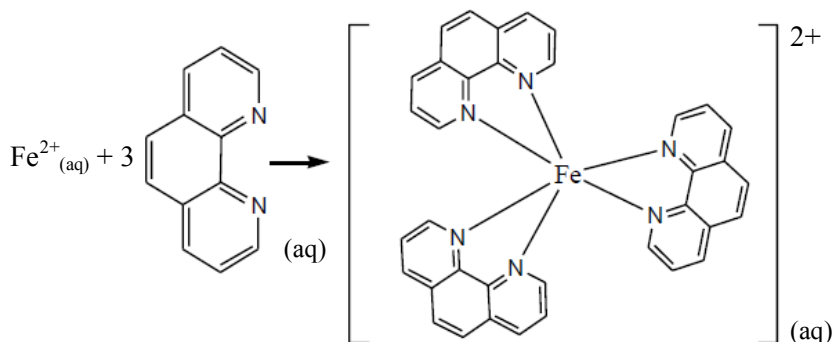


Gambar 2.4 Struktur 1,10-Fenantrolin  
(Vogel, 1985)

Fe(II) maupun Fe(III) dapat diukur dengan spektrofotometer UV-Vis, kompleks Fe(II) merah jingga menyerap sinar tampak pada 515 nm dan baik kompleks Fe(II)

maupun Fe(III) yang berwarna kuning mempunyai absorpsi yang identik pada 396 nm. Pembacaan pada 396 nm akan menghasilkan Fe total sedangkan pembacaan pada 515 nm merupakan senyawa Fe(II). Pada Fe(III) tidak mempunyai efek dan harus direduksi terlebih dahulu menjadi keadaan bivalen dengan reagen pereduksi jika hendak digunakan untuk analisa Fe (Vogel, 1985).

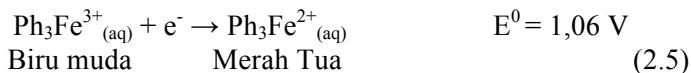
Senyawa 1,10-Fenantrolin dapat membentuk senyawa dengan ion  $\text{Fe}^{3+}$  menjadi Fe(II)-Fenantrolin. Ion  $\text{Fe}^{2+}$  bertindak sebagai ion pusat yang mempunyai konfigurasi terakhir  $3d^6$ , karena  $\text{Fe}^{2+}$  berikatan dengan ligan yang kuat maka menghasilkan spin elektron. Peristiwa ini diakibatkan oleh energi stabilisasi medan energi yang lebih besar dari pada energi yang dimiliki ligan kuat tersebut. Persamaan yang terjadi antara Fe(II) dengan pereaksi pengompleks 1,10-Fenantrolin seperti pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5 Reaksi Fe(II) dengan Ligan 1,10-Fenantrolin

Senyawa 1,10-Fenantrolin mempunyai dua buah atom nitrogen yang terletak sedemikian rupa dalam molekulnya sehingga kedua atom nitrogen tersebut dapat membentuk ikatan kovalen dengan ion Fe(II). Ion Fe(II) dapat dioksidasi menjadi ion Fe(III) dan ion ini juga membentuk kompleks dengan tiga molekul 1,10-Fenantrolin. Warna kompleks Fe(III) adalah biru muda, oleh karena itu perubahan warna yang tajam terjadi apabila

Fe(III) direduksi menjadi Fe(II) dengan hadirnya 1,10-Fenantrolin (Pangastuti, 2017). Reaksi yang terjadi dapat dilihat pada persamaan 2.5.



Pewarnaan merah disebabkan oleh kation kompleks  $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$  dalam larutan yang sedikit asam. Konstanta kestabilan kompleks  $1,955 \times 10^{21}$  menjadikan kompleks warna merah stabil dalam jangka waktu yang cukup lama (Svehla, 1985). Senyawa 1,10-Fenantrolin merupakan ligan kuat yang dapat membentuk ikatan kovalen koordinasi dengan ion pusat  $\text{Fe}^{2+}$  menghasilkan kompleks feroin, hasil dari hibridisasi kompleks  $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$  adalah  $d^2sp^3$  yang berbentuk oktahedral (Fajriati, 2006). Senyawa 1,10-Fenantrolin dapat membentuk kompleks yang stabil dengan Fe(II) yang mampu menyerap panjang gelombang di sekitar 510 nm (Mayer, 2011).

## 2.4 Senyawa Kompleks

Senyawa kompleks merupakan senyawa yang tersusun dari suatu ion logam yang bertindak sebagai atom pusat dengan satu atau lebih ligan yang menyumbangkan pasangan elektron bebasnya kepada ion logam pusat. Ion logam pusat merupakan ion unsur transisi yang dapat menerima pasangan elektron bebas dari ligan. Donasi pasangan elektron ligan kepada ion logam pusat menghasilkan ikatan kovalen koordinasi sehingga senyawa kompleks disebut senyawa koordinasi. Banyaknya ikatan koordinasi dalam senyawa kompleks, antara ion pusat dengan ligan disebut bilangan koordinasi. Bilangan koordinasi dan struktur senyawa kompleks beragam mulai dari bilangan koordinasi dua sampai dua belas dengan struktur linear, tetrahedral, segiempat planar, trigonal bipirimidial, dan oktahedral. Umumnya senyawa kompleks memiliki bilangan koordinasi enam dengan struktur umum oktahedral (Huheey, 1993).



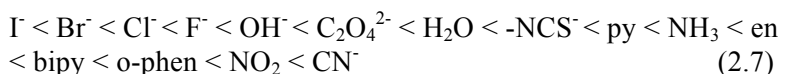
Teori ikatan dalam senyawa-senyawa kompleks mula-mula diperkenalkan oleh Lewis Sidwich. Teori ini digagalkan karena tidak dapat menjelaskan bentuk geometri senyawa-senyawa kompleks. Tiga teori kemudian muncul, salah satunya yaitu teori medan ligan (Arsyad, 2001). Teori medan ligan menjelaskan pembentukan kompleks atas dasar elektrostatik yang diciptakan oleh ligan-ligan terkoordinasi di sekeliling bulatan sebelah dari atom pusat. Medan ligan menyebabkan pengurangan tingkat energi orbital-orbital di atom pusat yang kemudian menghasilkan energi untuk menstabilkan kompleks itu (Vogel, 1990).

Proses pembentukan ikatan pemberi-penerima elektron pada senyawa kompleks dapat dijelaskan pada persamaan 2.6.



Dimana M adalah ion logam dan L adalah ligan. Ion logam dapat menerima sejumlah pasangan elektron sehingga ion logam dapat berikatan koordinasi dengan sejumlah ligan (Rivai, 1995).

Ligan-ligan berdasarkan pasangan elektron bebas yang dapat disumbangkan dibedakan atas ligan monodentat, bidentat, tridentat, dan polidentat. Ligan bidentat merupakan ligan yang memiliki dua atom donor. Ligan 1,10-Fenantrolin termasuk dalam ligan bidentat dan termasuk ligan yang cukup kuat. Hal ini sesuai dengan deret spektrokimia yang didasarkan menurut kapasitasnya untuk menyebabkan pemisahan orbital d. Ligan ini dapat menghasilkan warna senyawa kompleks yang memiliki intensitas warna yang kuat dengan Fe(II) (Moliner dkk., 2002). Deret spektrokimia dapat dilihat pada persamaan 2.7.



(Keenan dkk, 1980)

### 2.4.1 Senyawa Kompleks Besi

Besi merupakan salah satu ion logam yang dapat membentuk senyawa kompleks. Besi menyediakan orbital d kosong yang akan ditempati oleh pasangan-pasangan elektron

bebas dari ligan atau pengompleks. Pengompleks besi yang biasanya digunakan salah satunya adalah fenantrolin. Senyawa ini memberikan warna tertentu yang spesifik sehingga pada besi dapat dilakukan analisis spektrofotometri UV-Vis (Rivai, 1995).

Proses pembentukan senyawa kompleks dapat terjadi karena adanya perpindahan satu atau lebih pasangan elektron bebas dari ligan ke ion logam sehingga terjadi serah terima pasangan elektron antara ion logam dan ligan. Dalam hal ion logam yakni besi bertindak sebagai penerima elektron (asam lewis) sedangkan ligannya yakni 1,10-Fenantrolin bertindak sebagai pemberi elektron (basa lewis) (Rivai, 1995).

## **2.5 Larutan Buffer**

Larutan penyangga atau larutan buffer adalah larutan yang bersifat mempertahankan pH-nya, jika ditambahkan sedikit asam atau sedikit basa atau diencerkan. Larutan penyangga merupakan campuran asam lemah dengan basa konjugasinya atau campuran basa lemah dengan asam konjugasinya. Nilai pH larutan buffer tidak berubah (konstan) setelah penambahan sejumlah asam, basa, maupun air. Larutan buffer mampu menetralkan penambahan asam maupun basa dari luar (Utami dkk., 2009).

Sifat dari larutan buffer yaitu pH larutan tidak berubah jika diencerkan dan tidak berubah pula jika ditambahkan kedalamnya sedikit asam atau basa. Pada dasarnya suatu larutan penyangga yang tersusun dari asam lemah dan basa konjugasi merupakan suatu sistem kesetimbangan ion dalam air, yang melibatkan adanya kesetimbangan air dan kesetimbangan asam lemah. Di samping itu, terdapat ion basa konjugasi yang berasal dari garam atau hasil reaksi antara asam lemah tersebut dengan basa kuat. Kapasitas buffer adalah parameter kuantitatif yang menunjukkan kekuatan (resistensi) untuk mempertahankan pH (Chang, 2006).

Dalam menentukan pH larutan penyangga dapat digunakan dengan persamaan reaksi kesetimbangan asam-basa lemah seperti pada persamaan 2.8 sampai persamaan 2.10.



Tetapan kesetimbangan dapat dinyatakan sebagai:

$$K_a = \frac{[\text{H}^+][\text{A}^-]}{[\text{HA}]} \quad (2.9)$$

Dimana konsentrasi hidrogen ditetapkan sebagai:

$$[\text{H}^+] = K_a \frac{[\text{HA}]}{[\text{A}^-]} \quad (2.10)$$

(Vogel, 1985)

## 2.6 Spektrofotometri Ultraviolet *Visible* (UV-Vis)

Spektrofotometri sinar tampak (UV-*Visible*) merupakan gabungan antara spektrofotometri UV dan *visible*. Alat ini menggunakan dua buah sumber cahaya yang berbeda, yaitu sumber cahaya UV (lampu deuterium) dan sumber cahaya *visible* (wolfram). Konsentrasi larutan yang dianalisis akan sebanding dengan jumlah sinar yang diserap oleh zat yang terapat dalam larutan tersebut. Warna yang diserap oleh suatu senyawa merupakan warna komplementer dari warna yang teramati. Metode ini dapat digunakan baik untuk menganalisa sampel berwarna maupun tidak. Spektrofotometri UV-Vis melibatkan instrumen elektronik yang cukup besar pada molekul yang dianalisis, sehingga instrumen ini banyak digunakan untuk analisa kualitatif (Mulya, 1998).

Cahaya yang diserap diukur sebagai absorbansi ( $\dot{A}$ ), sedangkan cahaya yang dihamburkan diukur sebagai transmittan (T). Penjelasan tersebut mengacu pada hukum Lambert-Berr sesuai persamaan 2.11 sampai persamaan 2.13.

$$\% T = \frac{I_t}{I_0} \times 100\% \quad (2.11)$$

Dan absorbansi dinyatakan dengan persamaan sebagai berikut:

$$A = -\log \frac{I_t}{I_0} \quad (2.12)$$

Kemudian penurunan rumus dari hukum Lambert-Beer dapat

ditulis sebagai berikut:

$$A = \epsilon \cdot b \cdot c \quad (2.13)$$

keterangan:

$I_t$  : intensitas cahaya yang datang

$I_0$  : intensitas cahaya setelah melewati sampel

A : absorbansi

$\epsilon$  : absorptivitas molar

b : tebal kuvet

c : konsentrasi larutan yang diukur

(Skoog dkk., 2002).

Menurut rumus yang telah dijabarkan diatas maka dapat disimpulkan bahwa spektrofotometri UV-Vis dapat digunakan untuk menentukan konsentrasi yang terserap dalam larutan dimana panjang gelombang dan warna komplementer pada UV-Vis dapat ditunjukkan pada Tabel 2.2 serta panjang gelombang dari berbagai warna dapat ditunjukkan pada Tabel 2.3

Tabel 2. 1 Panjang gelombang dan warna komplementer

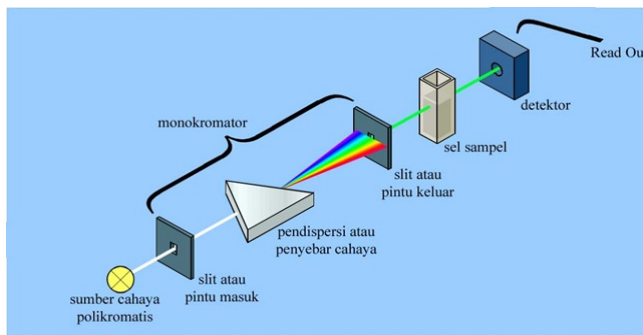
Panjang gelombang (nm)	Warna yang Teradsorbsi	Warna tertransmisi (komplementernya)
400-435	Violet	Hijau – kuning
435-480	Biru	Kuning
480-490	Biru- hijau	Oranye
490-500	Hijau – biru	Merah
500-560	Hijau	Ungu
560-580	Hijau – kuning	Violet
580-595	Kuning	Biru
595-650	Oranye	Biru- hijau
650-670	Merah	Hijau – biru

Tabel 2.2 Panjang gelombang untuk setiap jenis warna

Jenis sinar	Panjang gelombang (nm)
Ultraviolet	<400
Violet	400-450
Biru	450-500
Hijau	500-570
Kuning	570-590
Oranye	590-620
Merah	620-760
Infra merah	>760

(Day dan Underwood, 2002)

Prinsip kerja pada spektrofotometri UV-Vis yaitu spektrum elektromagnetik dibagi dalam beberapa daerah cahaya. Suatu daerah akan diabsorpsi oleh atom atau molekul dan panjang gelombang cahaya yang diabsorpsi dapat menunjukkan struktur senyawa yang diteliti. Spektrum elektromagnetik meliputi suatu daerah panjang gelombang yang luas dari sinar gamma gelombang pendek berenergi tinggi sampai pada panjang gelombang mikro (Marzuki, 2012). Skema alat spektrofotometri UV-Vis dapat dilihat pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6 Skema Spektrofotometri UV-Vis

Beberapa komponen yang ada dalam spektrofotometri UV-Vis antara lain:

1. Sumber cahaya, yang biasa digunakan dalam spektroskopi absorpsi adalah lampu wolfram. Pada daerah UV digunakan lampu hidrogen atau lampu deuterium.
2. Monokromator, alat untuk memecah cahaya polikromatis menjadi cahaya monokromatis dengan panjang gelombang tertentu.
3. Kuvet, merupakan wadah sampel yang akan dianalisis, kuvet dari leburan dipakai untuk analisa kualitatif dan kuantitatif pada pengukuran 190-1100 nm dan kuvet kaca dipakai pada daerah pengukuran 380-1100 nm.
4. Detektor, akan menangkap sinar yang diteruskan oleh larutan. Sinar kemudian diubah menjadi sinar listrik oleh amplifier dan dalam rekorder akan ditampilkan dalam bentuk angka-angka pada komputer.
5. Visual Display/Recorder, sistem baca yang memperagakan besarnya isyarat listrik, dinyatakan dalam bentuk persen (%) transmittan maupun absorbansi.

(Khopkar, 1990)

Hal-hal yang perlu diperhatikan dalam analisis spektrofotometri UV-Vis:

1. Pembentukan molekul yang dapat menyerap sinar UV-Vis.  
Hal ini perlu dilakukan jika senyawa yang dianalisis tidak menyerap pada daerah tersebut. Cara yang digunakan adalah dengan merubah menjadi senyawa lain atau direaksikan dengan pereaksi tertentu.
2. Waktu Operasional (*operating time*).  
Cara ini biasa digunakan untuk pengukuran hasil reaksi atau pembentukan warna. Tujuannya adalah untuk mengetahui waktu pengukuran yang stabil. Waktu operasional ditentukan dengan mengukur hubungan antara waktu pengukuran dengan absorbansi larutan.

### 3. Pemilihan Panjang Gelombang.

Panjang gelombang yang digunakan untuk analisis kuantitatif adalah panjang gelombang yang mempunyai absorbansi maksimal. Untuk memilih panjang gelombang maksimal, dilakukan dengan membuat kurva hubungan antara absorbansi dengan panjang gelombang dari suatu larutan baku pada konsentrasi tertentu.

(Rohman, 2007)

## 2.7 Validasi Metode Analisa

Validasi metode adalah proses pembuktian bahwa metode tersebut sesuai untuk maksud atau tujuan tertentu. Parameter utama yang harus divalidasi dari suatu metode uji mencakup akurasi (ketepatan), presisi (*repeatability* dan *reproducibility*), perolehan kembali (*recovery*), selektifitas, linieritas, limit deteksi (LOD) dan limit kuantisasi (LOQ) (Chaerul, 2007).

Validasi metode analisis digunakan untuk mengkonfirmasi atau membuktikan bahwa metode yang digunakan dalam suatu penelitian memenuhi persyaratan sehingga dapat dinyatakan bahwa data yang diperoleh selama penelitian merupakan hasil yang baik dan dapat dipercaya. Tujuan utama validasi adalah untuk menjamin metode analisis yang digunakan mampu memberikan hasil yang cermat, handal, dan dapat dipercaya (Horwitz, 1975). Parameter suatu metode validasi meliputi linearitas, presisi, akurasi dan koefisien korelasi (Butler, 2005).

### 2.7.1 Linearitas

Linearitas adalah kemampuan (dalam rentang) metode analisis memberikan respon secara langsung atau bantuan transformasi matematik yang baik, untuk mendapatkan hasil dari variabel data (absorbansi dan rentang kurva) dimana secara langsung proporsional dengan konsentrasi (sesuai analit) dalam contoh kisaran yang ada, serta untuk mengetahui kemampuan standart dalam mendeteksi analit dalam contoh. Sehingga dapat diartikan bahwa linieritas merupakan suatu metode yang

digunakan untuk mengetahui kemampuan standar, sehingga dapat membuktikan adanya hubungan linier antara konsentrasi analit dengan respon *detector* (Chown, 2004).

Uji linearitas ini dilakukan dengan suatu larutan baku yang terdiri atas minimal 5 konsentrasi yang baik dengan rentang 50-100% dari rentang komponen uji. Kemudian data diproses dengan menggunakan regresi linier, sehingga dapat diperoleh respon linier terhadap konsentrasi larutan baku dengan nilai koefisien korelasi diharapkan mendekati 1 atau diatas 0,995 untuk suatu metode analisis yang baik. Rentang metode adalah pernyataan konsentrasi terendah dan tertinggi analit yang mana metode analisis memberikan kecermatan, keseksamaan dan linearitas yang dapat diterima. Sebagai parameter adanya hubungan linier, digunakan koefisien korelasi ( $r$ ) pada analisis regresi linier  $y=bx+a$ . hubungan linier yang dicapai jika nilai  $b=0$  dan  $r = +1$  atau  $-1$  tergantung pada arah garis. Nilai  $a$  pada regresi linier menunjukkan kepekaan analisis terutama instrumen yang digunakan (Harmita, 2004).

### **2.7.2 Akurasi**

Akurasi adalah suatu kedekatan kesesuaian antara hasil suatu pengukuran dan nilai benar dari kuantitas yang diukur atau suatu pengukuran posisi yaitu seberapa dekat pengukuran terhadap nilai benar dan yang diperkirakan (AOAC, 1993). Presisi (*repeatability* dan *reproducibility*) menunjukkan kedekatan diantara hasil-hasil pengujian yang independent dibawah kondisi yang ditentukan. Penentuan presisi dilakukan dengan mengukur konsentrasi sampel dengan 3 kali pengulangan. Nilai absorbansi yang didapatkan kemudian ditentukan nilai konsentrasi (menggunakan kurva kalibrasi), lalu nilai simpangan baku atau *Standard Deviation* (SD) dan *Relative Deviation* (RSD) dapat ditentukan. Metode dengan presisi yang baik ditunjukkan dengan perolehan  $SD < 5$  dan  $RSD < 20$  ppt (Riyadi, 2009).

Akurasi suatu metode dapat ditentukan dengan menganalisa bahan pembanding bersertifikasi yang telah



diketahui kandungan unsur tertentu yang tercantum dalam sertifikat yang ditentukan pada persamaan 2.14.

$$\%recovery = \frac{\text{Konsentrasi Fe terukur}}{\text{Konsentrasi Fe mula-mula}} \times 100\% \quad (2.14)$$

### 2.7.3 Presisi

Presisi atau ketelitian dapat dinyatakan sebagai keterulangan (*repeatability*) atau ketertiruan (*reproducibility*). Keterulangan adalah keseksamaan metode jika dilakukan berulang kali oleh analis yang sama pada kondisi sama dan dalam interval waktu yang pendek. Keterulangan dinilai melalui pelaksanaan penetapan terpisah lengkap terhadap sampel-sampel identik yang terpisah dari *batch* yang sama, jadi memberikan ukuran keseksamaan. Ketertiruan adalah keseksamaan metode jika dikerjakan pada kondisi yang berbeda. Biasanya analisis dilakukan dalam laboratorium-laboratorium yang berbeda menggunakan peralatan, pereaksi, pelarut, dan analis yang berbeda pula. Analisis dilakukan terhadap sampel-sampel yang diduga identik yang dicuplik dari *batch* yang sama. Ketertiruan dapat juga dilakukan dalam laboratorium yang sama dengan menggunakan peralatan, pereaksi, dan analis yang berbeda pada kondisi yang normal (Harmita, 2004).

Presisi diukur sebagai simpangan baku relatif atau koefisien variasi. Kriteria presisi diberikan jika metode memberikan koefisien varian (KV) 2% atau kurang. Tetapi kriteria ini sangat fleksibel tergantung pada konsentrasi analit yang diperiksa, jumlah sampel dan kondisi laboratorium. Pada kadar 1% atau lebih KV 2,5% dan satu per-seribu adalah 5%. Pada kadar satu per sejuta (ppm) KV 16% dan pada kadar satu per milyar (ppb) adalah 32% (Harmita, 2004).

Cara yang biasa digunakan untuk menentukan suatu presisi sebuah metode adalah dengan menentukan nilai SD, RSD dan *Coefficient of Variation* (CV) dengan rumus pada persamaan 2.15 sampai 2.17.

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n-1}} \quad (2.15)$$

$$RSD = \frac{SD}{\bar{X}} \quad (2.16)$$

$$CV = RSD \times 100\% \quad (2.17)$$

Keterangan :

- n : jumlah data
- I : urutan data
- Xi : nilai data
- X : nilai rata-rata

#### 2.7.4 Batas Deteksi atau *Limit of Detection* (LOD) dan Batas Kuantifikasi atau *Limit of Quantification* (LOQ)

Batas deteksi adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi yang masih memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blanko. Batas kuantifikasi merupakan parameter pada analisis renik dan diartikan sebagai kuantitas terkecil analit dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama (Rahayu, 2007).

Batas deteksi atau limit deteksi (LOD) merupakan jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi melalui metode yang diterapkan yang masih memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blanko. Sedangkan batas kuantifikasi atau limit kuantifikasi (LOQ) adalah konsentrasi analit terkecil yang dapat terkuantifikasi yang masih diterima secara presisi dan akurasi pada metode analisis (Nurhadi, 2012).

Batas deteksi (*limit of detection*/LOD) dapat dihitung secara statistik dengan persamaan 2.18.

$$LOD = \frac{(3 \times Sb)}{b} \quad \text{atau} \quad LOD = 3Sa/b \quad (2.18)$$

Keterangan:

- Sa : standar deviasi
- Sb : simpangan baku
- b : slope

Batas deteksi (*limit of quantitation/LOQ*) dapat dihitung secara statistik dengan persamaan 2.19.

$$LOQ = \frac{(10 \times Sb)}{b} \text{ atau } LOQ = 10 Sa/b \quad (2.19)$$

Keterangan:

Sa : standar deviasi

Sb : simpangan baku

b : slope

(Riyanto, 2014)

### 2.7.5 *Rugdeness*

*Rugdeness* adalah variasi uji-t terhadap sampel dan metode yang sama yang disebabkan oleh perbedaan operasional dan lingkungan. *Rugdeness* tidak boleh keluar dari persyaratan presisi metode analisa yaitu nilai RSD < 20 ppt atau CV < 2% (Mulya, 1998). Uji-t digunakan untuk mengetahui apakah variabel independen secara parsial berpengaruh nyata atau tidak terhadap variabel dependen. Derajat signifikansi yang digunakan adalah 0,05. Apabila nilai signifikan lebih kecil dari derajat kepercayaan maka kita menerima hipotesis alternatif yang menyatakan bahwa suatu variabel independen secara nyata mempengaruhi variabel dependen (Steel dkk., 1980).

## 2.8 Analisis Regresi Kurva Kalibrasi dan Penentuan Kadar Sampel

Dalam penentuan kadar cuplikan, ada beberapa tata cara umum yaitu mengambil sederetan standar yang diketahui kadar analitnya, kemudian diukur dalam alat analisa dibawah kondisi yang sama dengan yang selanjutnya dipakai untuk sampel. Setelah kurva kalibrasi ditetapkan, kadar analat dalam cuplikan dapat diperoleh dengan interpolasi (Miller, 1991).

Untuk menaksir seberapa baik kumpulan titik percobaan sesuai dengan garis lurus maka perlu dihitung koefisien korelasi (r). Nilai r dapat dihitung dengan rumus pada persamaan 2.20.

$$r = \frac{\sum(x - \bar{x})(y - \bar{y})}{\sqrt{\sum(x - \bar{x})^2 \sum(y - \bar{y})^2}} \quad (2.20)$$

Dari persamaan diatas menunjukkan bahwa  $r$  dapat mempunyai nilai dalam kisaran  $-1 < r < 1$ . Nilai  $r = -1$  menyatakan bahwa nilai korelasi negatif sempurna dimana sebaran data analisa terletak pada garis lurus yang lerengnya negatif. Sedangkan untuk nilai  $r = 1$  menyatakan bahwa diperoleh korelasi positif sempurna dimana sebaran analisa data terletak pada garis lurus yang lerengnya positif. Bila tidak ada korelasi antara  $x$  dan  $y$  maka nilai  $r = 0$ , karena kalibrasi yang baik dan dianggap layak dalam analisa adalah nilai  $r > 0,90$  dan nilai  $r \geq 0,90$  dianggap tidak layak (Miller, 1991).

Perlu diketahui bahwa koefisien korelasi sangat berarti, sehingga mengingat banyaknya pasangan titik dalam perhitungan, maka perlu dilakukan uji-t. Uji-t digunakan untuk mengetahui ada atau tidaknya dalam suatu hubungan korelasi sehingga dapat dihitung sesuai rumus pada persamaan 2.21.

$$t = |r| \frac{\sqrt{(n-2)}}{\sqrt{(1-r^2)}} \quad (2.21)$$

Keterangan:

$H_0$  = tidak ada korelasi antara absorbansi dengan konsentrasi

$H_i$  = Ada korelasi antara absorbansi dengan konsentrasi

Nilai  $t$  hasil perhitungan dibandingkan dengan nilai  $t$  tabel pada selang kepercayaan yang diinginkan. Nilai  $t$  tabel didasarkan pada uji-t dua arah dengan derajat kebebasan  $(n-2)$ . Hipotesa nol ( $H_0$ ) dalam hal ini menunjukkan bahwa tidak ada korelasi antara  $x$  dan  $y$ . Jika hasil  $t$  perhitungan lebih besar dari  $t$  tabel maka  $H_0$  ditolak sehingga dapat disimpulkan bahwa ada korelasi terhadap absorbansi dengan konsentrasi (Miller, 1991).

## 2.9 Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)

Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) adalah suatu metode analisis yang dapat digunakan untuk menentukan unsur-unsur di dalam suatu bahan dengan kepekaan, ketelitian serta selektivitas yang tinggi. Metode Spektroskopi Serapan Atom

(SSA) mendasarkan pada prinsip absorpsi cahaya oleh atom. Atom-atom akan menyerap cahaya pada panjang gelombang tertentu, tergantung pada sifat unturnya. Cahaya pada panjang gelombang ini mempunyai cukup energi untuk mengubah tingkat elektronik suatu atom yang mana transisi elektronik suatu atom bersifat spesifik. Dengan menyerap suatu energi, maka atom akan memperoleh energi sehingga suatu atom pada keadaan dasar dapat ditingkatkan energinya ke tingkat eksitasi (Gandjar dan Rohman, 2007).

Apabila cahaya dengan panjang gelombang tertentu dilewatkan pada suatu sel yang mengandung atom-atom bebas yang bersangkutan maka sebagian cahaya tersebut akan diserap dan intensitas penyerapan akan berbanding lurus dengan banyaknya atom bebas logam yang berada pada sel. Hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi diturunkan dari: hukum Lambert yaitu suatu sumber sinar monokromatik melewati medium transparan, maka intensitas sinar yang diteruskan berkurang dengan bertambahnya ketebalan medium yang mengabsorpsi dan hukum Beer dimana intensitas sinar yang diteruskan berkurang secara eksponensial dengan bertambahnya konsentrasi spesi yang menyerap sinar tersebut. Dari kedua hukum tersebut diperoleh suatu persamaan 2.22 sampai persamaan 2.27.

$$T = \frac{I_0}{I_t} \quad (2.22)$$

Absorbansi dapat dinyatakan dengan rumus pada persamaan 2.23 sampai 2.27.

$$A = -\log T = -\log \frac{I_0}{I_t} \quad (2.23)$$

$$I_t = I_0 \cdot a \cdot b \cdot c \quad (2.24)$$

$$-\text{Log } I_0/I_t = a \cdot b \cdot c \quad (2.25)$$

$$A = a \cdot b \cdot c \quad (2.26)$$

$$A = \varepsilon \cdot b \cdot c \quad (2.27)$$

Keterangan:

$\varepsilon$  = absorptivitas molar (L/mol cm)

$a$  = *absorbsivity* (satuan c dalam g/L atau ppm)

$b$  = panjang medium (cm)

$c$  = konsentrasi senyawa dalam larutan (mol/L)

$A$  = absorbansi

$I_0$  = intensitas sinar mula-mula

$I_t$  = intensitas sinar yang diteruskan

$T$  = transmittan

Persamaan di atas dapat disimpulkan bahwa absorbansi cahaya berbanding lurus dengan konsentrasi atom (Day dan Underwood, 1989).

## **BAB III METODOLOGI**

### **3.1 Alat dan Bahan**

#### **3.1.1 Alat**

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah gelas beaker 50 mL dan 100 mL, botol timbang, labu ukur 10 mL; 25 mL dan 100 mL, pipet tetes, pipet volume, pipet ukur 1 mL; 2 mL; 5 mL dan 10 mL, propipet, corong, kaca arloji, spatula, pH meter digital, *hotplate*, botol semprot, bola hisap, termometer, *magnetic stirrer*, kuvet, neraca analitik Ohaus EX224 dengan ketelitian 0,1 mg dan spektrofotometer UV-Vis GENESYS tipe 10S.

#### **3.1.2 Bahan**

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain Fe(III) klorida heksahidrat ( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) *p.a* (*Merck*; kemurnian > 99 %), 1,10-Fenantrolin ( $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2$ ) *p.a* (*Merck*), natrium borohidrida ( $\text{NaBH}_4$ ) *p.a* (*Merck*), hidrosilamin hidroklorida ( $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ ) (*Merck*), natrium asetat ( $\text{CH}_3\text{COONa}$ ) *p.a* (*Merck*), asam asetat ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) (SAP; kemurnian 99%), aseton *p.a* (*Merck*; kemurnian 99,5%) dan aqua demineralisasi (DM).

### **3.2 Prosedur Kerja**

#### **3.2.1 Pembuatan Larutan Standar Fe (III) 100 ppm**

Larutan standar  $\text{Fe}^{3+}$  di buat dengan cara melarutkan  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  yang ditimbang sebanyak 0,0484 gram dalam botol timbang dengan neraca analit. Kristal tersebut dilarutkan dengan aqua DM secukupnya. Larutan yang terbentuk kemudian di masukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan di encerkan hingga tanda batas dan dikocok hingga homogen.

#### **3.2.2 Pembuatan Larutan $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ 100 ppm**

Larutan  $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$  dibuat dengan melarutkan  $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$  sebanyak 0,0100 gram dalam gelas kimia yang berisi sedikit aqua DM. Larutan yang terbentuk kemudian di masukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan sampai tanda batas dan dikocok hingga homogen.

### 3.2.3 Pembuatan Larutan $\text{NaBH}_4$ 1500 ppm

Larutan  $\text{NaBH}_4$  dibuat dengan melarutkan padatan  $\text{NaBH}_4$  sebanyak 0,1500 gram dalam gelas kimia yang berisi sedikit aqua DM. Larutan yang terbentuk kemudian di masukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan kemudian diencerkan hingga tanda batas dan dikocok hingga homogen.

### 3.2.4 Pembuatan Larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm

Kristal 1,10-Fenantrolin ( $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2$ ) ditimbang sebanyak 0,1000 gram lalu dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 mL dan ditambahkan 50 mL aqua DM. Campuran tersebut dipanaskan diatas *hotplate* dengan suhu  $60^\circ\text{C}$  sambil diaduk dengan *magnetic stirrer* hingga padatan tersebut larut seluruhnya. Larutan 1,10-Fenantrolin didiamkan beberapa saat hingga dingin dan dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian larutan tersebut diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas dan dikocok hingga homogen.

### 3.2.5 Pembuatan Larutan Buffer Asetat

Larutan buffer asetat pH 4,5 dibuat dengan cara melarutkan padatan natrium asetat ( $\text{CH}_3\text{COONa}$ ) sebanyak 0,7853 gram dalam gelas kimia dengan ditambahkan sedikit aqua DM hingga larut. Larutan buffer asetat pH 4,5 dimasukkan ke dalam labu ukur 25 ml kemudian ditambahkan 1 ml asam asetat ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) dan diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas. Selanjutnya larutan buffer asetat divariasi pH-nya yaitu 3,0; 3,5; 4,0; 4,5; 5,0; 5,5 dan 6,0. Nilai pH larutan diukur dengan pH meter digital.

### 3.2.6 Pembuatan Larutan Blanko Pada Panjang Gelombang Maksimum

Larutan  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  100 ppm atau  $\text{NaBH}_4$  1500 ppm diambil sebanyak 1,1 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL. Kemudian ditambahkan 1,5 mL larutan buffer asetat pH 4,5, ditambahkan 1,5 mL larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm, dan ditambahkan 5 mL aseton. Lalu diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas dan dikocok hingga homogen.



### 3.2.7 Pengukuran Panjang Gelombang Maksimum

Larutan standar Fe (III) 100 ppm dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL sebanyak 0,5 mL, kemudian ditambahkan 0,6 mL larutan  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  100 ppm atau 1,1 mL larutan  $\text{NaBH}_4$  1500 ppm. Selanjutnya ditambahkan 1,5 mL larutan buffer asetat pH 4,5 dan 1,5 mL larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm. Aseton ditambahkan ke dalam campuran sebanyak 5 mL dan diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas. Larutan tersebut dikocok dan didiamkan selama 15 menit, kemudian diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 400 – 600 nm sebanyak dua kali pengulangan (*duplo*) dengan larutan blanko sebagai pembanding. Data yang diperoleh kemudian dibuat kurva untuk penentuan besarnya panjang gelombang maksimum yaitu antara absorbansi ( $\text{\AA}$ ) terhadap panjang gelombang ( $\lambda$ ) yang diperoleh (Muzdalifah, 2017).

### 3.2.8 Pembuatan Kurva Kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin

Larutan standar Fe (III) 100 ppm sebanyak 0,1 ; 0,2 ; 0,3 ; 0,4 dan 0,5 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL. Masing-masing labu ukur ditambahkan larutan  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  100 ppm atau  $\text{NaBH}_4$  1500 ppm sesuai konsentrasi optimum masing-masing pereduksi. Kemudian ditambahkan 1,5 mL larutan buffer asetat dengan pH optimum, 1,5 mL larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm dan 5 mL aseton. Ditambahkan aqua DM hingga tanda batas. Campuran dikocok dan didiamkan sesuai waktu optimum, kemudian diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum dengan spektrofotometer UV-Vis sebanyak dua kali pengulangan (*duplo*) dan dibuat kurva kalibrasi hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi larutan Fe (III) (Muzdalifah, 2017).

### 3.2.9 Penentuan pH Optimum Larutan Buffer Asetat

Larutan standar Fe (III) 100 ppm sebanyak 0,5 ml dimasukkan ke dalam labu ukur 10 ml, lalu ditambahkan 0,6 ml larutan  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  100 ppm atau 1,1 mL larutan  $\text{NaBH}_4$  1500 ppm dan 1,5 ml larutan buffer asetat dengan variasi pH 3,0 ; 3,5 ;

4,0 ; 4,5 ; 5,0 ; 5,5 dan 6,0. Campuran ditambahkan larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm sebanyak 1,5 mL dan aseton sebanyak 5 mL, lalu diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas kemudian di kocok dan di diamkan selama 15 menit. Absorbansi diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis sebanyak dua kali (*duplo*). Data absorbansi yang diperoleh digunakan untuk pembuatan kurva antara absorbansi dengan pH buffer asetat, sehingga dari kurva tersebut diperoleh pH optimum dari buffer asetat (Pangastuti, 2017).

### **3.2.10 Penentuan Waktu Optimum Pereduksi**

Larutan standar Fe (III) 100 ppm sebanyak 0,5 ml dimasukkan ke dalam labu ukur 10 ml, lalu ditambahkan 0,6 mL larutan  $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$  100 ppm atau 1,1 mL larutan  $\text{NaBH}_4$  1500 ppm sebagai pereduksi kemudian ditambahkan 1,5 mL larutan buffer asetat dengan pH optimum, 1,5 mL larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm dan 5 mL aseton lalu diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas. Campuran pada labu dikocok dan di variasi waktu pendiaman yaitu 0, 5, 10, 15, 20 dan 25 menit lalu diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis sebanyak dua kali (*duplo*). Data absorbansi yang diperoleh digunakan untuk pembuatan kurva antara absorbansi dengan konsentrasi  $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$  atau  $\text{NaBH}_4$  sehingga dari kurva tersebut diperoleh waktu optimum dari  $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$  atau  $\text{NaBH}_4$  (Pangastuti, 2017).

### **3.2.11 Penentuan Konsentrasi Optimum Pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$**

Larutan standar Fe(III) 100 ppm sebanyak 0,5 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, lalu ditambahkan larutan  $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$  dengan variasi 5, 6, 7, 8, 9, 10 dan 11 ppm sebagai pereduksi, kemudian ditambahkan 1,5 mL larutan buffer asetat dengan pH optimum, ditambahkan 1,5 mL larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm, ditambahkan 5 mL aseton dan diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas. Campuran tersebut dikocok dan didiamkan sesuai waktu pendiaman yang optimum dan

diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum menggunakan spektrofotometer UV-Vis sebanyak dua kali (*duplo*). Data absorbansi yang telah diperoleh digunakan untuk pembuatan kurva antara absorbansi dengan konsentrasi pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ , sehingga dari kurva tersebut diperoleh konsentrasi optimum untuk reduktor  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  (Putri, 2018).

### 3.2.12 Penentuan Konsentrasi Optimum Pereduksi $\text{NaBH}_4$

Larutan standar Fe(III) 100 ppm sebanyak 0,5 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, lalu ditambahkan larutan  $\text{NaBH}_4$  dengan variasi 120, 135, 150, 165, 180, 195 dan 210 ppm sebagai pereduksi, kemudian ditambahkan 1,5 mL larutan buffer asetat dengan pH optimum, ditambahkan 1,5 mL larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm, ditambahkan 5 mL aseton dan diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas. Campuran tersebut dikocok dan didiamkan sesuai waktu pendiaman yang optimum dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum menggunakan spektrofotometer UV-Vis sebanyak dua kali (*duplo*). Data absorbansi yang telah diperoleh digunakan untuk pembuatan kurva kalibrasi antara absorbansi dengan konsentrasi pereduksi  $\text{NaBH}_4$ , sehingga dari kurva tersebut diperoleh konsentrasi optimum untuk reduktor  $\text{NaBH}_4$ .

### 3.2.13 Pembuatan Kurva Standar

Kurva standar merupakan larutan standar yang dibuat sebesar 5 ppm dimana pembuatan larutan Fe(III) 100 ppm dahulu kemudian diencerkan menjadi 5 ppm. Larutan standar Fe(III) 100 ppm dibuat dengan cara melarutkan  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  yang ditimbang sebanyak 0,0484 gram dalam botol timbang, kemudian diencerkan dengan sedikit aqua DM dan dimasukkan dalam labu ukur 100 mL lalu ditambahkan aqua DM hingga tanda batas labu ukur. Larutan dikocok hingga homogen. Pembuatan larutan Fe(III) 5 ppm dibuat dengan cara larutan Fe(III) 100 ppm diambil sebanyak 2,5 mL kemudian diencerkan dengan aqua DM pada labu ukur 50 mL. Larutan Fe(III) 5 ppm dikocok hingga homogen kemudian diuji kadar Fe dengan instrument AAS (Putri, 2018).

***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***

## **BAB IV**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

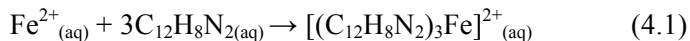
Metode analisis besi (Fe) yang sering digunakan adalah dengan spektrofotometri sinar tampak karena kemampuannya yang dapat mengukur konsentrasi Fe yang rendah. Analisis kuantitatif Fe pada penelitian ini menggunakan metode 1,10-Fenantrolin dengan langkah awal mereduksi Fe(III) menjadi Fe(II) dimana 1,10-Fenantrolin membentuk kompleks berwarna dengan Fe(II) secara selektif (Kartasasmita dkk., 2009).

#### **4.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Fe(II)-Fenantrolin**

Penentuan panjang gelombang maksimum ( $\lambda_{\max}$ ) dari kompleks Fe(II)-Fenantrolin merupakan langkah awal dalam penelitian dimana dilakukan pengukuran larutan standar Fe yang dikomplekskan dengan agen pengompleks 1,10-Fenantrolin. Panjang gelombang maksimum ditentukan dengan panjang gelombang yang mempunyai absorbansi tertinggi, karena memiliki kepekaan yang maksimal sehingga dapat meminimalisir kesalahan ketika dilakukan pengujian secara berulang dan memenuhi hukum kurva absorbansi Lambert-Beer (Muzdalifah, 2017). Larutan 1,10-Fenantrolin dapat membentuk kompleks yang stabil dengan Fe(II) dimana kompleks ini disebut kompleks feroin yang berwarna merah kecoklatan dan mempunyai serapan pada  $\lambda_{\max}$  sebesar 510 nm (Othmer, 1993).

Panjang gelombang maksimum akan menghasilkan absorbansi tertinggi dimana absorbansi harus berada pada rentang 0,2 – 0,8 (Hendayana, 1994). Penentuan panjang gelombang dilakukan pada rentang 400-600 nm dengan interval 1 nm. Penelitian yang telah dilakukan Harisman (2014) terdeteksi bahwa ion Fe(II) menghasilkan  $\lambda_{\max}$  kisaran 500-520 nm. Panjang gelombang maksimum sangat penting dalam pengukuran menggunakan spektrofotometri UV-Vis karena memiliki kepekaan tertinggi dimana nilai absorbansi pada titik tersebut

paling besar.  $\lambda_{\max}$  merupakan panjang gelombang dimana terjadinya eksitasi elektronik yang memberikan absorbansi yang maksimum (Rivai, 1995). Persamaan 4.1 merupakan reaksi yang terjadi pada pembentukan kompleks Fe(II)-Fenantrolin.



(Day dan Underwood, 1992)

Penentuan  $\lambda_{\max}$  dilakukan dengan mereaksikan larutan standar Fe(III) 100 ppm dengan konsentrasi 5 ppm yang dimasukkan dalam labu ukur 10 mL. Larutan standar Fe(III) yang digunakan adalah padatan  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ . Larutan Fe(III) direduksi terlebih dahulu dengan pereduksi fungsinya yaitu untuk menstabilkan Fe(III) menjadi Fe(II) (Putri, 2018).

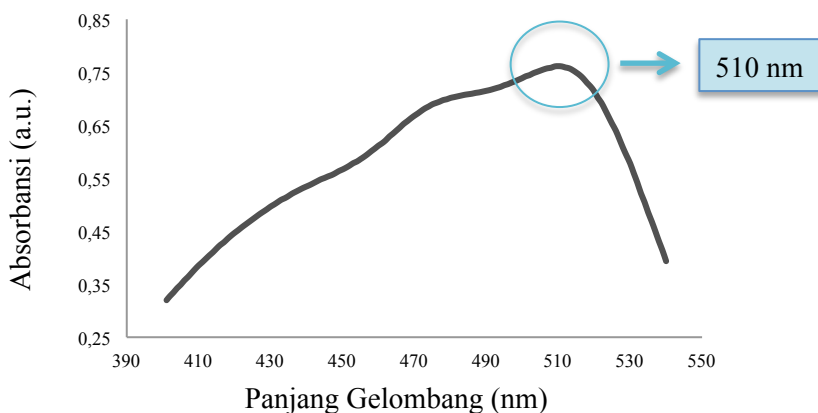
Fe(III) kemudian direduksi dengan pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$  100 ppm atau  $\text{NaBH}_4$  1500 ppm. Selanjutnya ditambahkan larutan buffer asetat dan larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm. Penambahan buffer asetat berfungsi untuk mempertahankan pH larutan sedangkan penambahan larutan 1,10-Fenantrolin berfungsi sebagai ligan untuk pembentuk warna merah orange (jingga) serta membentuk senyawa kompleks. Kemudian ditambahkan aseton yang berfungsi sebagai pelarut dan menjaga kestabilan kompleks. Selanjutnya diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas labu ukur 10 mL dan didiamkan selama 15 menit. Gambar 4.1 berikut merupakan hasil warna larutan untuk pengukuran  $\lambda_{\max}$  dengan spektrofotometer UV-Vis.



Gambar 4.1 Warna larutan kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$  (A) dan  $\text{NaBH}_4$  (B)

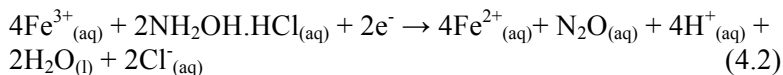
Dalam penentuan  $\lambda_{\max}$  diperlukan larutan blanko yang berfungsi sebagai larutan pembanding untuk membuat titik nol konsentrasi pada pengukuran absorbansi kompleks  $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ . Blanko yang digunakan adalah semua pereaksi yang digunakan dalam penentuan  $\lambda_{\max}$  kecuali zat yang akan ditentukan (Fe).

Pada pengukuran  $\lambda_{\max}$  dengan spektrofotometer UV-Vis GENESYS tipe 10S dilakukan sebanyak dua kali pengulangan (*duplo*) supaya data yang dihasilkan lebih akurat. Gambar 4.2 berikut merupakan kurva hasil penentuan  $\lambda_{\max}$  kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ .

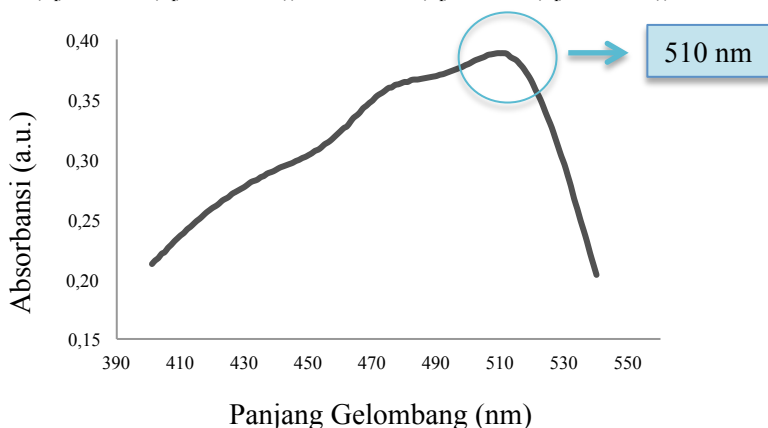
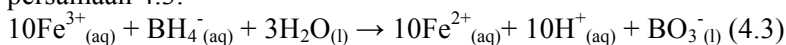


Gambar 4.2 Kurva penentuan  $\lambda_{\max}$  kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$  pada rentang 400-540 nm dengan interval 1 nm

Berdasarkan Gambar 4.2 dihasilkan  $\lambda_{\max}$  pada 510 nm dengan nilai absorbansi sebesar 0,762 untuk analisa Fe dengan perlakuan menggunakan pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ . Dengan demikian dapat disimpulkan bahwa untuk pengujian selanjutnya dilakukan pada  $\lambda_{\max}$  sebesar 510 nm. Persamaan 4.2 merupakan reaksi yang terjadi antara larutan Fe(III) dengan larutan pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ .



Pada Gambar 4.3 dihasilkan  $\lambda_{\text{max}}$  pada 510 nm dengan nilai absorbansi sebesar 0,389 untuk analisa Fe dengan perlakuan menggunakan pereduksi  $\text{NaBH}_4$ . Reaksi yang terjadi antara larutan Fe(III) dengan larutan pereduksi  $\text{NaBH}_4$  dapat dilihat pada persamaan 4.3.



Gambar 4.3 Kurva penentuan  $\lambda_{\text{max}}$  kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi  $\text{NaBH}_4$  pada rentang 400-540 nm dengan interval 1 nm

Dalam penentuan  $\lambda_{\text{max}}$  dengan perbandingan kedua pereduksi tersebut terdapat kesamaan yaitu keduanya sama-sama menghasilkan  $\lambda_{\text{max}}$  pada 510 nm. Panjang gelombang 510 nm merupakan panjang gelombang warna komplementer dari larutan yang diukur. Dari hasil yang didapatkan maka dapat disimpulkan bahwa pada pengukuran selanjutnya dilakukan pada  $\lambda = 510$  nm baik pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$  maupun pereduksi  $\text{NaBH}_4$  dan jenis pereduksi tidak mempengaruhi  $\lambda_{\text{max}}$ .



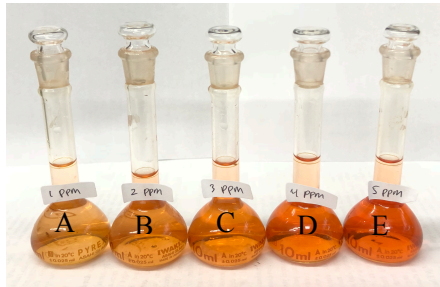
## 4.2 Pembuatan Kurva Kalibrasi

Kurva kalibrasi merupakan suatu metode dimana suatu garis didapatkan dari gabungan beberapa titik antara absorbansi dinyatakan dalam sumbu y dan konsentrasi dinyatakan dalam sumbu x yang diserap oleh senyawa kompleks setelah dianalisis regresi linier yang berguna sebagai pembuktian untuk mengetahui keabsahan dan kesesuaian data yang diperoleh. Kurva kalibrasi diperoleh dengan cara pengukuran larutan yang divariasi konsentrasinya. Dalam penentuan konsentrasi ini larutan yang diukur adalah larutan standar Fe yang akan divariasi konsentrasi dan diukur dengan metode spektrofotometri UV-Vis. Larutan standar Fe(II) adalah Fe(III) yang direduksi menjadi Fe(II) dan dikomplekskan.

Absorbansi tiap larutan dengan berbagai macam variasi konsentrasi diukur kemudian dibuat kurva yang saling berhubungan antara absorbansi dengan konsentrasi (Setyowati, 2009). Kurva kalibrasi dapat digunakan apabila telah dilakukan uji korelasi antara konsentrasi Fe dengan absorbansi. Adanya korelasi yang dapat dilihat pada koefisien korelasi ( $r$ ) dimana nilai yang sempurna yaitu mendekati 1 yang menunjukkan bahwa kurva kalibrasi tersebut semakin sempurna.

Pengukuran dilakukan dengan spektrofotometer UV-Vis mengingat bahwa prinsip kerjanya sesuai dengan persamaan hukum Lambert-Beer. Absorbansi yang didapat kemudian di plot menjadi grafik kurva kalibrasi dimana dapat diekivalenkan menurut persamaan Lambert-Beer yaitu nilai Y merupakan absorbansi dan nilai X merupakan variasi konsentrasi.

Kurva kalibrasi dari kompleks  $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$  ditentukan dengan mengukur absorbansi larutan standar Fe dengan variasi 1 ppm hingga 5 ppm dengan rentang 1 ppm pada  $\lambda_{\text{max}}$  masing-masing pereduksi yaitu 510 nm. Perubahan warna yang terjadi pada pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$  dengan variasi konsentrasi larutan standar Fe dapat dilihat pada Gambar 4.4 dan data absorbansi yang dihasilkan dapat dilihat pada Tabel 4.1



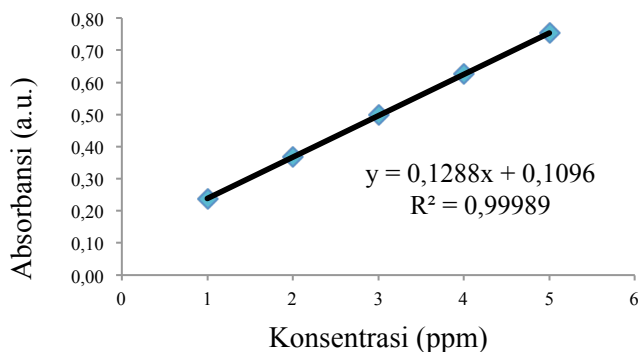
Gambar 4.4 Perubahan Warna dalam Pembuatan Kurva Kalibrasi pada Pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$  dengan Variasi Konsentrasi  $\text{Fe}(\text{III})$  yaitu A) 1 ; B) 2 ; C) 3 ; D) 4 dan E) 5 ppm.

Pada Gambar 4.4 diatas terlihat bahwa semakin tinggi konsentrasi larutan standar  $\text{Fe}(\text{III})$  yang digunakan maka warna larutan yang dihasilkan semakin pekat atau jelas. Begitu pula sebaliknya, semakin rendah konsentrasi  $\text{Fe}(\text{III})$  maka semakin pudar warna larutan. Tabel 4.1 menunjukkan bahwa nilai absorbansi yang dihasilkan semakin tinggi seiring dengan semakin pekatnya larutan yang tertera pada Gambar 4.4.

Dari data absorbansi pada variasi konsentrasi yang didapat kemudian dibuat grafik kurva kalibrasi yang mana sumbu x merupakan konsentrasi dan sumbu y merupakan absorbansi. Gambar 4.5 merupakan grafik kurva kalibrasi dengan pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ .

Tabel 4.1 Data Absorbansi Pembuatan Kurva Kalibrasi dalam Kompleks  $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$  dengan pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$

Konsentrasi Fe (ppm)	Absorbansi (a.u.)
1	0,237
2	0,368
3	0,500
4	0,625
5	0,752



Gambar 4.5 Kurva Kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$

Kurva kalibrasi yang terbentuk pada Gambar 4.5 memiliki persamaan regresi  $y = 0,1288x + 0,1096$  dengan nilai  $r = 0,999944$  dan  $R^2 = 0,99989$ . Sehingga persamaan  $y = 0,1288x + 0,1096$  dapat dijadikan sebagai dasar pengukuran untuk menentukan konsentrasi akhir Fe. Hal tersebut menunjukkan bahwa hukum Lambert-Beer telah terpenuhi. Sedangkan nilai koefisien korelasi ( $r$ ) menunjukkan hubungan linier antara konsentrasi dan absorbansi. Nilai  $r$  berada terletak pada garis lurus yang lerengnya positif berada pada  $-1 \leq r \leq 1$  dan perkiraan nilai  $R^2$  berada pada  $0,9 < r^2 < 1$  (Hidayati, 2010).

Nilai  $r$  yang didapatkan pada pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  didapatkan sebesar 0,999944 yang menunjukkan saling korelasi dan berhubungan antara konsentrasi dan absorbansi serta didapat nilai  $R^2$  sebesar 0,99989 yang artinya diperoleh garis linier. Kemudian diperoleh nilai  $t_{\text{hitung}}$  sebesar 165,1319. Nilai  $t_{\text{tabel}}$  sebesar 3,18 untuk tingkat kepercayaan 95% dan derajat kebebasan  $n-2$  (Miller, 1991). Percobaan ini memiliki derajat kebebasan sebesar 3 ( $n-2 = 5-2$ ) kemudian dibandingkan dengan nilai  $t_{\text{tabel}}$  dengan selang kepercayaan 95%.

Setelah didapatkan nilai koefisien korelasi maka perlu dilakukan uji-t untuk mengetahui  $H_0$  dan  $H_1$ . Dimana  $H_0$  yang

merupakan tidak adanya korelasi atau hubungan yang linear antara absorbansi ( $y$ ) dan konsentrasi ( $x$ ) sedangkan  $H_i$  merupakan adanya korelasi atau hubungan yang linear antara absorbansi ( $y$ ) dan konsentrasi ( $x$ ) (Walpole, 1992). Apabila setelah dihitung didapatkan hasil bahwa nilai  $t_{hitung} > t_{tabel}$  maka dapat dikatakan bahwa data yang diperoleh menunjukkan adanya korelasi atau hubungan yang linear.

Nilai  $t_{hitung}$  yang didapat lebih besar dibandingkan  $t_{tabel}$  maka dapat disimpulkan bahwa  $H_i$  diterima sedangkan  $H_0$  ditolak dan terdapat korelasi antara absorbansi dengan konsentrasi. Data dan perhitungan disajikan pada lampiran C. Selanjutnya untuk pereduksi  $\text{NaBH}_4$  terlihat perubahan warna yang terjadi pada Gambar 4.6 disertai data absorbansi yang ditampilkan pada Tabel 4.2



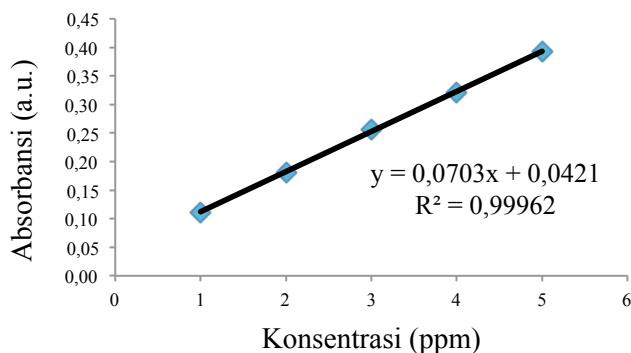
Gambar 4.6 Perubahan Warna dalam Pembuatan Kurva Kalibrasi pada Pereduksi  $\text{NaBH}_4$  dengan Variasi Konsentrasi  $\text{Fe(II)}$  yaitu A) 1 ; B) 2 ; C) 3 ; D) 4 dan E) 5 ppm

Perubahan warna yang terjadi pada pereduksi  $\text{NaBH}_4$  yang tertera dalam Gambar 4.6 dapat dilihat bahwa pada larutan standar  $\text{Fe(III)}$  dengan konsentrasi 5 ppm terlihat warna yang dihasilkan sangat jingga, sedangkan pada konsentrasi 1 ppm warna yang dihasilkan berwarna jingga pudar atau tidak sepekat pada konsentrasi 5 ppm. Hal ini membuktikan bahwa semakin tinggi konsentrasi yang diukur maka semakin pekat pula warna larutan yang dihasilkan. Tabel 4.2 menunjukkan bahwa nilai absorbansi yang dihasilkan semakin tinggi seiring dengan semakin pekatnya larutan yang tertera pada Gambar 4.6. Hasil

absorbansi dan variasi konsentrasi pada Tabel 4.2 diplot yang akan menjadi kurva kalibrasi seperti pada Gambar 4.7.

Tabel 4.2 Data Absorbansi Pembuatan Kurva Kalibrasi dalam Kompleks  $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$  dengan pereduksi  $\text{NaBH}_4$

Konsentrasi Fe (ppm)	Absorbansi (a.u.)
1	0,112
2	0,181
3	0,257
4	0,322
5	0,393



Gambar 4.7 Kurva Kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi  $\text{NaBH}_4$

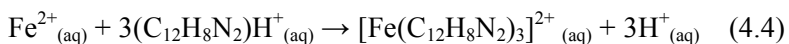
Gambar 4.7 menghasilkan persamaan garis  $y = 0,0703x + 0,042$  dan didapatkan nilai  $R^2 = 0,99962$  yang berarti garis yang didapat linier serta dihitung koefisien korelasi ( $r$ ) didapatkan nilai  $r$  sebesar 0,99981 yang berarti saling korelasi dan berhubungan antara konsentrasi dan absorbansi. Hal ini menunjukkan bahwa hukum Lambert-Beer telah terpenuhi. Persamaan yang didapat dari penentuan kurva kalibrasi ini dapat digunakan sebagai dasar pengukuran untuk menentukan konsentrasi akhir Fe. Hasil dari nilai-nilai tersebut dapat dihitung untuk uji-t supaya  $H_0$  dan  $H_1$  diketahui. Dalam pereduksi ini didapatkan nilai  $t_{hitung}$  sebesar

88,8491. Sama halnya dengan pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ , derajat kebebasan yang digunakan dalam pereduksi ini sebesar 3 yang mana pada  $t_{\text{tabel}}$  memiliki nilai sebesar 3,18 dengan selang kepercayaan sebesar 95%. Terlihat jelas bahwa  $t_{\text{hitung}}$  lebih besar dibandingkan  $t_{\text{tabel}}$  maka dapat disimpulkan bahwa  $H_0$  ditolak dan  $H_1$  diterima sebagaimana bahwa ada korelasi antara absorbansi dengan konsentrasi. Data dan perhitungan telah disajikan pada lampiran C.

### 4.3 Penentuan pH Optimum Buffer Asetat

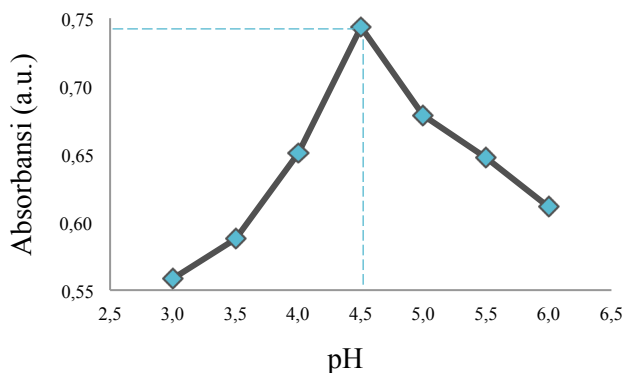
Pada penentuan pH optimum buffer asetat pada kondisi asam berfungsi untuk mengetahui kemampuan pereduksi dalam mereduksi Fe(III) menjadi Fe(II) pada pH tertentu dengan pengompleks 1,10-Fenantrolin dan mendapatkan pH yang paling baik untuk menjaga kestabilan kompleks Fe(II)-fenantrolin. Pada penelitian ini reaksi Fe(II) dikomplekskan dengan pengompleks 1,10-Fenantrolin menjadi warna jingga (orange merah) pada larutan kompleks  $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$  yang stabil dalam kondisi pH rentang 2-9. Penelitian ini menggunakan larutan buffer asetat dalam keadaan asam karena jika dalam keadaan basa terdapat adanya pengaruh dari ion hidroksida ( $\text{OH}^-$ ) (Dian, 2004).

Menurut Pangastuti (2017), ligan  $\text{OH}^-$  dapat mendesak dan menggantikan satu molekul ligan 1,10-Fenantrolin sehingga dapat membentuk senyawa kompleks  $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_2(\text{OH})_2]$  dimana larutan yang terbentuk berwarna kuning kecoklatan. Pada penelitian sebelumnya, Ratna (2005) telah melakukan penelitian mengenai optimasi pH buffer asetat dan diperoleh hasil pH optimum sebesar 4,5. Reaksi yang terjadi ketika ligan 1,10-Fenantrolin direaksikan dengan Fe dalam suasana asam dapat dilihat dalam persamaan reaksi 4.4.



Langkah awal dalam penentuan pH buffer asetat yaitu dengan memvariasikan pH buffer asetat mulai dari 3 ; 3,5 ; 4 ; 4,5 ; 5 ; 5,5 dan 6. Variasi ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh pH optimum terhadap hasil absorbansi dari larutan kompleks

$[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$  yang diukur pada  $\lambda_{\text{max}}$  yaitu 510 nm dimana pereduksi yang digunakan yaitu  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  dan  $\text{NaBH}_4$  dan dilakukan sebanyak dua kali pengulangan (*duplo*). Untuk langkah pengukuran dengan metode spektrofotometri UV-Vis hampir sama dengan penentuan  $\lambda_{\text{max}}$ , hanya saja untuk buffer asetat ada variasi tersendiri, selain buffer asetat perlakuan masih sama. Blanko tetap digunakan sebagai pembanding dan blanko yang digunakan tetap sama dengan blanko saat penentuan  $\lambda_{\text{max}}$ . Gambar 4.8 merupakan kurva penentuan pH optimum dengan pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ .



Gambar 4.8 Kurva Penentuan pH Optimum dengan Pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  pada Kondisi Asam

Gambar 4.8 diatas merupakan hasil plot antara absorbansi dan variasi pH pada buffer asetat dimana terlihat bahwa pada pH 4,5 diperoleh absorbansi sebesar 0,744. Pada pH 3; 3,5; 4; 5; 5,5 dan 6 terlihat absorbansi yang rendah. Hal ini disebabkan karena sedikitnya jumlah kompleks  $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$  yang terbentuk karena ion  $\text{H}^-$  telah berkurang, dengan kata lain tidak semua  $\text{Fe}(\text{II})$  bereaksi dengan ligan 1,10-Fenantrolin untuk membentuk kompleks  $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ . Rentang pH tersebut bukan merupakan pH optimum yang disebabkan karena sedikitnya jumlah kompleks  $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$  (Dian, 2004). Grafik pada

kurva diatas dapat didukung dengan pengamatan pada larutan yang dihasilkan pada Gambar 4.9



Gambar 4.9 Perubahan Warna Kompleks  $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$  dengan Pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$  pada Penentuan pH Optimum yaitu A) pH 3 ; B) pH 3,5 ; C) pH 4 ; D) pH 4,5 ; E) pH 5 ; F) pH 5,5 dan G) pH 6.

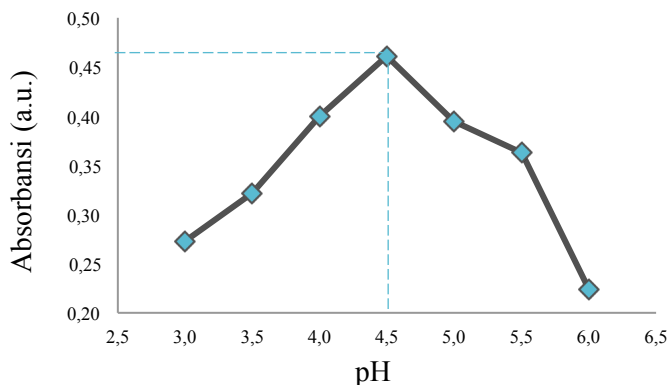
Pada Gambar 4.9 diatas dapat dilihat bahwa perubahan warna kompleks terjadi pada pH 4,5 yang sangat pekat dan dominan jingga diantara lainnya, hal ini menunjukkan bahwa pada pH 4,5 merupakan pH optimum yang menjadi kompleks  $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$  yang sempurna. Pengamatan warna ini hanya merupakan penentuan pH optimum secara kualitatif sehingga perlu dilihat dari nilai absorbansi tertinggi dimana dapat dilihat pada Gambar 4.8.

Absorbansi yang didapat kemudian dihitung sehingga diperoleh nilai SD sebesar  $7,1 \times 10^{-4}$ , nilai CV sebesar 0,0951% dan nilai RSD sebesar 0,951 ppt. Data dan perhitungan disajikan pada lampiran D. Perhitungan nilai RSD dan CV ini perlu dilakukan untuk mengetahui seberapa besar tingkat kepresisian dalam suatu metode. Penelitian yang telah dilakukan oleh Mulya (1998), metode yang baik memiliki tingkat kepresisian yang menghasilkan nilai CV < 2% dan nilai RSD < 20 ppt.

Nilai SD yang dihasilkan cukup kecil (<5) dimana menurut Novianandani dkk (2014) semakin kecil nilai standar deviasi menunjukkan bahwa data cenderung memiliki nilai yang identik dan homogen sehingga data yang dihasilkan tergolong



baik. Pada penelitian ini, nilai SD, CV dan RSD yang didapat dalam kategori metode yang baik maka pH 4,5 merupakan pH optimum pada pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ . Pereduksi selanjutnya dapat dilihat pada Gambar 4.10 yang merupakan hasil kurva penentuan pH optimum pada pereduksi  $\text{NaBH}_4$ .



Gambar 4.10 Kurva Penentuan pH Optimum dengan Pereduksi  $\text{NaBH}_4$  pada Kondisi Asam

Pada Gambar 4.10 nilai pH optimum terlihat pada puncak tertinggi yaitu pada buffer asetat pH 4,5 dengan nilai absorbansi sebesar 0,461. Buffer asetat pH 4,5 merupakan pH optimum dari pereduksi  $\text{NaBH}_4$ . Terlihat bahwa pada pH 3 sampai 4,5 mengalami kenaikan yang menandakan bahwa kompleks  $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$  telah terbentuk dengan baik, namun absorbansi yang dihasilkan tidak tinggi yang disebabkan karena kurangnya ion  $\text{H}^+$  pada larutan buffer. Akan tetapi setelah pH 4,5 terjadi penurunan absorbansi yang menandakan bahwa terdapat ion  $\text{OH}^-$  yang mendesak dalam pembentukan kompleks  $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ .

Hasil absorbansi yang didapatkan kemudian diperoleh nilai SD sebesar  $1,41 \times 10^{-3}$ , CV sebesar 0,3068% dan RSD sebesar 3,068 ppt. Hal ini merupakan metode yang baik karena menurut Mulya (1998), tingkat kepresisiannya menghasilkan nilai  $\text{CV} < 2\%$  dan nilai  $\text{RSD} < 20$  ppt. Nilai SD yang didapat juga

tergolong baik menurut Noviandani dkk (2014). Data dan perhitungan mengenai kepresisian disajikan pada lampiran D. Grafik antara absorbansi dan pH pada Gambar 4.6 merupakan metode kuantitatif yang didukung dengan metode kualitatif berupa perubahan warna yang terjadi pada larutan dapat dilihat pada Gambar 4.11



Gambar 4.11 Perubahan Warna Kompleks  $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$  dengan Pereduksi  $\text{NaBH}_4$  pada Penentuan pH Optimum yaitu A) pH 3 ; B) pH 3,5 ; C) pH 4 ; D) pH 4,5 ; E) pH 5 ; F) pH 5,5 dan G) pH 6.

Pada Gambar 4.11 diatas terlihat bahwa perubahan warna kompleks paling pekat dan dominan jingga terjadi pada buffer asetat pH 4,5. Hal ini menunjukkan bahwa buffer asetat pH 4,5 ini merupakan pH optimum dalam mereduksi Fe(III) menjadi Fe(II). Sama halnya dengan variasi pH buffer asetat pada pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ , selain buffer asetat pH 4,5 terlihat bahwa larutan tidak terlalu pekat. Akan tetapi setelah pH optimum terjadi penurunan pada absorbansi yang didapat karena ion  $\text{H}^+$  berkurang sehingga kompleks yang terbentuk hanya sedikit atau tidak sempurna yang mengakibatkan warna larutan lebih pudar atau tidak sepekat pada pH optimum.

Berdasarkan hasil absorbansi yang didapat dan nilai kepresisian yang telah dihitung maka dapat dinyatakan bahwa buffer asetat pH 4,5 merupakan pH optimum dari kedua pereduksi baik pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$  maupun  $\text{NaBH}_4$  dan baik

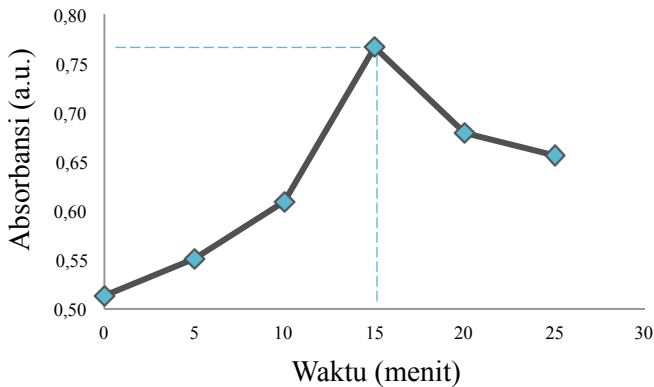
untuk digunakan dalam pengukuran serta penentuan variasi selanjutnya.

#### 4.4 Penentuan Waktu Optimum Fe(II)-Fenantrolin

Penentuan waktu optimum pengompleks dilakukan untuk mengetahui waktu yang dibutuhkan dalam pembentukan kompleks  $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$  serta mencari ketepatan waktu pada pengukuran absorbansi larutan kompleks karena ketepatan waktu sangat berpengaruh dengan nilai absorbansi yang terukur serta berpengaruh pada nilai konsentrasi akhir yang diperoleh. Dalam penentuan waktu optimum ini menjadi salah satu faktor yang mempengaruhi dalam reaksi pembentukan kompleks  $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$  yang stabil dan sempurna.

Langkah yang dilakukan masih sama dengan pengukuran sebelumnya yaitu larutan Fe(III) dicampurkan dengan pereduksi, larutan buffer asetat, larutan 1,10-Fenantrolin dan aseton serta diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas. Kemudian perlu dilakukan variasi terhadap waktu pendiaman untuk lebih memastikan dalam kesempurnaan reaksi Fe(II)-Fenantrolin. Penelitian ini dilakukan variasi waktu pendiaman yaitu 0 menit hingga 25 menit dengan rentang waktu 5 menit. Pengukuran dengan metode spektrofotometri UV-Vis dilakukan dengan  $\lambda_{\text{max}}$  sebesar 510 nm dan dilakukan sebanyak dua kali pengulangan (*duplo*) pada masing-masing pereduksi.

Data yang diperoleh kemudian diplot antara waktu pendiaman (menit) dengan absorbansi yang dihasilkan untuk pembuatan kurva penentuan waktu optimum pada Gambar 4.12 dan Gambar 4.14. Blanko tetap digunakan dalam penentuan ini dimana fungsinya sebagai pembanding. Larutan blanko yang digunakan sama seperti blanko dalam penentuan  $\lambda_{\text{max}}$ . Gambar 4.12 berikut merupakan grafik antara waktu dengan absorbansi yang dihasilkan pada pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ .

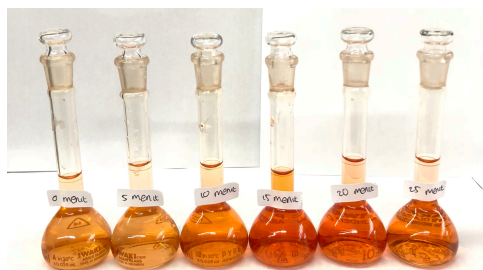


Gambar 4.12 Kurva Penentuan Waktu Optimum dalam Pembentukan Kompleks  $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$  dengan Pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ .

Gambar 4.12 di atas terlihat bahwa pada waktu pendiaman 15 menit mengalami absorbansi tertinggi dalam penentuan waktu optimum yaitu sebesar 0,768. Absorbansi yang dihasilkan mengalami peningkatan hingga waktu pendiaman 15 menit. Kemudian mengalami penurunan absorbansi setelah waktu pendiaman 15 menit, hal ini menunjukkan bahwa Fe(III) belum bereaksi secara sempurna dengan ligan 1,10-Fenantrolin. Penentuan ini memberikan hasil bahwa pada waktu pendiaman 15 menit merupakan waktu optimum dari kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$  dengan didukung perubahan warna yang terjadi pada larutan dilihat pada Gambar 4.13.

Perubahan warna yang terjadi pada Gambar 4.13 terlihat bahwa perubahan warna kompleks yang paling baik dengan pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$  yaitu pada waktu pendiaman 15 menit dengan warna jingga yang paling pekat dibandingkan dengan variasi waktu yang lain. Pengamatan warna kompleks ini merupakan penentuan waktu optimum secara kualitatif sehingga perlu dilakukan penentuan dengan metode kuantitatif yang dapat

dilihat dari nilai absorbansi tertinggi pada Gambar 4.12, sehingga didapat jelas bahwa waktu optimum untuk membentuk kompleks  $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$  pada 15 menit.

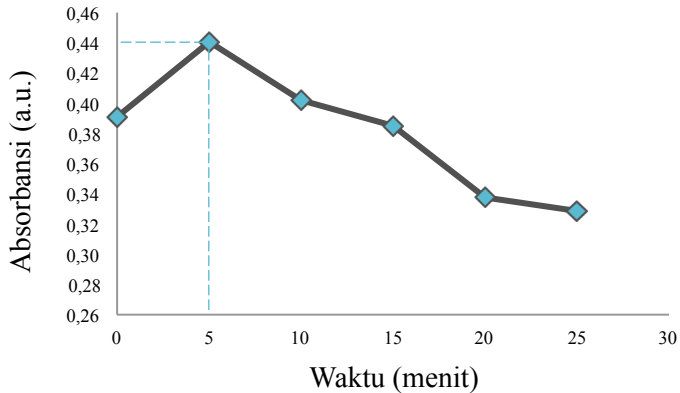


Gambar 4.13 Perubahan Warna Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$  pada Penentuan Waktu Optimum yaitu A) 0 ; B) 5 ; C) 10 ; D) 15 ; E) 20 dan F) 25 menit.

Data absorbansi yang diperoleh dapat digunakan untuk menghitung nilai SD dengan hasil sebesar  $2,12 \times 10^{-3}$ , nilai CV sebesar 0,2768% dan nilai RSD sebesar 2,768 ppt. Data dan perhitungan selengkapnya disajikan pada lampiran D. Dari hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa tingkat kepresisian yang dihasilkan cukup baik dimana hasil  $\text{SD} < 5$ ,  $\text{CV} < 2\%$  dan  $\text{RSD} < 20$  ppt.

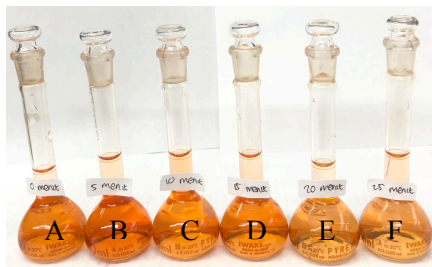
Untuk penentuan selanjutnya menggunakan pereduksi  $\text{NaBH}_4$  dimana kurva yang dihasilkan pada Gambar 4.14. Gambar 4.14 terlihat bahwa absorbansi tertinggi yang dihasilkan dengan pereduksi  $\text{NaBH}_4$  yaitu pada waktu pendiaman 5 menit dengan absorbansi sebesar 0,441. Pada penentuan ini terlihat pula bahwa setelah pendiaman lebih dari 5 menit absorbansi mengalami penurunan bertahap, akan tetapi pada kondisi 0 menit absorbansi yang dihasilkan tidak terlalu tinggi karena kemungkinan Fe(II) belum bereaksi dengan ligan 1,10-Fenantrolin secara sempurna. Data-data absorbansi dalam penentuan waktu optimum ini akan menghasilkan nilai SD sebesar  $7,1 \times 10^{-4}$ , nilai CV sebesar

0,1605% dan nilai RSD sebesar 1,605 ppt. Data dan perhitungan disajikan pada lampiran D.



Gambar 4.14 Kurva Penentuan Waktu Optimum dalam Pembentukan Kompleks  $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$  dengan Pereduksi  $\text{NaBH}_4$ .

Adanya pengukuran absorbansi ini maka didapat bahwa lamanya pendiaman larutan untuk membentuk kompleks  $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$  dengan pereduksi  $\text{NaBH}_4$  adalah 5 menit dengan didukung pada perubahan warna pada larutan yang dilihat pada Gambar 4.15



Gambar 4.15 Perubahan Warna Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi  $\text{NaBH}_4$  pada Penentuan Waktu Optimum yaitu A) 0 ; B) 5 ; C) 10 ; D) 15 ; E) 20 dan F) 25 menit.

Gambar 4.15 terlihat bahwa perubahan warna yang lebih dominan berwarna jingga pekat yaitu pada waktu pendiaman 5 menit, untuk warna larutan pada waktu pendiaman selain 5 menit terlihat warna yang dihasilkan cukup pudar atau tidak berwarna jingga pekat. Metode ini merupakan penentuan secara kualitatif sehingga perlu dilakukan secara kuantitatif untuk lebih akurat yaitu kurva pada Gambar 4.14.

Penentuan waktu pendiaman ini dapat disimpulkan bahwa pada pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$  membutuhkan waktu pendiaman selama 15 menit untuk membentuk kompleks  $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$  yang sempurna, sedangkan untuk pereduksi  $\text{NaBH}_4$  membutuhkan waktu pendiaman selama 5 menit. Hal ini merupakan kondisi optimum dalam penentuan waktu pendiaman sehingga dapat digunakan dalam pengukuran selanjutnya dan tingkat kepresisian yang dihasilkan tergolong baik dimana nilai  $\text{SD} < 5$ ,  $\text{CV} < 2\%$  dan nilai  $\text{RSD} < 20$  ppt.

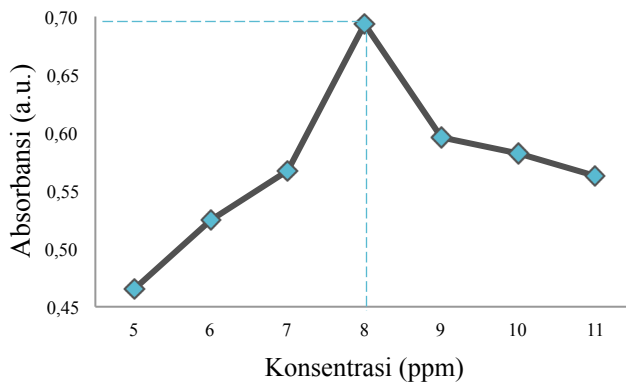
#### **4.5 Penentuan Konsentrasi Optimum Pada Pereduksi**

Penentuan konsentrasi optimum ini menggunakan dua pereduksi yakni  $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$  dan  $\text{NaBH}_4$  yang akan mereduksi 5 ppm Fe(III) menjadi Fe(II) dan membentuk kompleks dengan 1,10-Fenantrolin. Hal ini bertujuan untuk mengetahui kemampuan terbaik pada konsentrasi berapakah kondisi optimum pereduksi mampu mereduksi 5 ppm Fe(III) menjadi Fe(II) dengan bantuan agen pengompleks yaitu 1,10-Fenantrolin pada suasana asam. Penentuan konsentrasi optimum ini sangat berpengaruh terhadap banyaknya ion Fe(II) yang tereduksi dalam pembentukan kompleks  $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$  secara stabil.

Pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$  dalam mereduksi 5 ppm Fe(III) dilakukan beberapa variasi konsentrasi yakni 5, 6, 7, 8, 9, 10 dan 11 ppm, sedangkan pada pereduksi  $\text{NaBH}_4$  dilakukan variasi konsentrasi yakni 120, 135, 150, 165, 180, 195 dan 210 ppm. Langkah dalam pembuatan larutan-pun masih sama dengan pembuatan larutan pada pengukuran sebelumnya, hanya saja larutan pereduksi yang dicampurkan divariasi sedemikian rupa

untuk lebih memastikan lagi pada konsentrasi berapakah Fe(III) dapat tereduksi menjadi Fe(II).

Larutan buffer asetat dan waktu pendiaman yang digunakan adalah kondisi yang paling optimum sesuai pada pengukuran sebelumnya. Hasil larutan kemudian diukur absorbansi dengan spektrofotometer UV-Vis. Absorbansi yang diukur sesuai dengan  $\lambda_{\max}$  yaitu 510 nm dan digunakan larutan buffer asetat pH 4,5 dari masing-masing pereduksi. Kemudian diplot antara konsentrasi dengan absorbansi seperti pada Gambar 4.16.

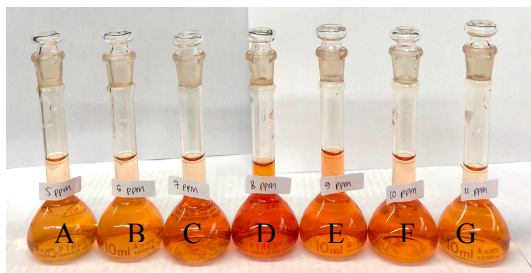


Gambar 4.16 Kurva Penentuan Konsentrasi Optimum dalam Pembentukan Kompleks  $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$  dengan Pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ .

Gambar 4.16 terlihat bahwa kurva mengalami peningkatan dari konsentrasi 5 ppm hingga 8 ppm namun setelah konsentrasi 8 ppm mengalami penurunan absorbansi hingga 11 ppm. Pada konsentrasi 8 ppm memiliki absorbansi sebesar 0,694 dan terlihat bahwa absorbansi menurun dengan meningkatnya konsentrasi reduktor. Hal ini cukup membuktikan bahwa pada konsentrasi 8 ppm merupakan kondisi optimal dalam mereduksi Fe(III) menjadi Fe(II). Sulungbudi (2012) menjelaskan bahwa perlu ditambahkan konsentrasi berlebih untuk menyempurnakan



proses reduksi  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  hingga didapatkan konsentrasi yang optimum. Hasil absorbansi pada Gambar 4.16 terbukti bahwa untuk pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$  konsentrasi 8 ppm telah mereduksi  $\text{Fe(III)}$  menjadi  $\text{Fe(II)}$  dengan didukung adanya perubahan warna larutan pada Gambar 4.17.

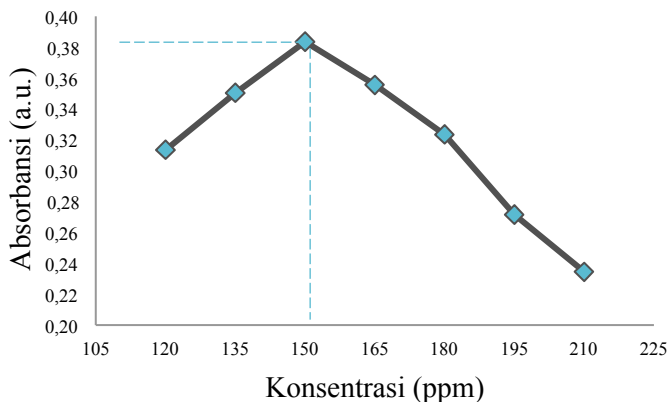


Gambar 4.17 Perubahan Warna Kompleks  $\text{Fe(II)}$ -Fenantrolin dengan Pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$  pada Penentuan Konsentrasi Optimum yaitu A) 5 ; B) 6 ; C) 7 ; D) 8 ; E) 9 ; F) 10 dan G) 11 ppm.

Gambar 4.17 diatas terlihat bahwa pada konsentrasi 8 ppm larutan berwarna sangat jingga (pekat) dibandingkan warna larutan pada konsentrasi yang lain. Pengamatan ini belum bisa dikatakan akurat karena merupakan penentuan konsentrasi optimum secara kualitatif sehingga perlu dilakukan penentuan secara kuantitatif. Metode kuantitatif yang dimaksud yaitu hasil absorbansi pada spektrofotometer UV-Vis yang dilakukan sebanyak dua kali pengulangan (*duplo*) yang tertera pada Gambar 4.16.

Hasil absorbansi yang dihasilkan kemudian didapat beberapa nilai untuk menentukan tingkat kepresisiannya. Pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$  diperoleh nilai SD sebesar  $7,1 \times 10^{-4}$ , CV sebesar 0,1020% dan RSD sebesar 1,02 ppt. Dari hasil yang didapat maka disimpulkan bahwa menghasilkan tingkat kepresisian yang baik dimana nilai  $\text{CV} < 2\%$ ,  $\text{RSD} < 20$  ppt dan  $\text{SD} < 5$ . Data dan perhitungan disajikan pada lampiran D.

Selanjutnya untuk pereduksi  $\text{NaBH}_4$  ditunjukkan pada Gambar 4.18 yang merupakan hasil plot antara konsentrasi dengan absorbansi.

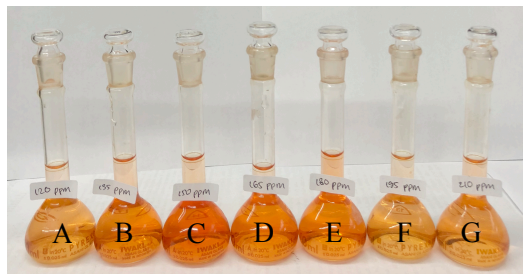


Gambar 4.18 Kurva Penentuan Konsentrasi Optimum dalam Pembentukan Kompleks  $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$  dengan Pereduksi  $\text{NaBH}_4$ .

Gambar 4.18 menunjukkan bahwa absorbansi terlihat mengalami kenaikan dari konsentrasi 120 ppm hingga 150 ppm dan mengalami penurunan setelah konsentrasi 150 ppm. Nilai absorbansi yang dihasilkan semakin tinggi maka menunjukkan bahwa  $\text{Fe(III)}$  yang tereduksi semakin banyak. Akan tetapi semakin mengalami penurunan absorbansi menunjukkan bahwa pereduksi yang digunakan berlebih sehingga dapat mempengaruhi pembentukan kompleks  $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ .

Pereduksi  $\text{NaBH}_4$  menghasilkan konsentrasi optimum pada 150 ppm dengan absorbansi sebesar 0,384. Tingkat kepresisian dari absorbansi yang dihasilkan didapatkan nilai SD sebesar  $7,1 \times 10^{-4}$ , CV sebesar 0,1844% dan RSD sebesar 1,844 ppt. Data dan perhitungan disajikan pada lampiran D. Absorbansi yang dihasilkan menandakan bahwa pada konsentrasi 150 ppm

telah terbentuk kompleks  $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$  dengan didukung perubahan warna larutan yang terlihat pada Gambar 4.19.



Gambar 4.19 Perubahan Warna Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi  $\text{NaBH}_4$  pada Penentuan Konsentrasi Optimum yaitu A) 120 ; B) 135 ; C) 150 ; D) 165 ; E) 180 ; F) 195 dan G) 210 ppm

Gambar 4.19 dapat dilihat bahwa pada konsentrasi 150 ppm terbentuk warna larutan jingga yang sangat pekat dibandingkan pada konsentrasi lainnya, dimana perubahan warna yang terlihat sebelum dan sesudah konsentrasi 150 ppm lebih pudar. Warna pudar yang dihasilkan ada kemungkinan bahwa belum semua Fe(II) terkomplekskan. Pengamatan warna ini merupakan metode kualitatif sehingga perlu adanya penentuan konsentrasi optimum secara kuantitatif yang kemudian diplot menjadi kurva antara absorbansi dengan variasi konsentrasi sesuai Gambar 4.18.

Penentuan konsentrasi optimum pada kedua pereduksi telah didapatkan bahwa pada konsentrasi 8 ppm untuk pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$  dan konsentrasi 150 ppm untuk pereduksi  $\text{NaBH}_4$  mampu mereduksi 5 ppm Fe(III) menjadi Fe(II) secara sempurna dan dapat dikatakan konsentrasi optimum. Tingkat kepresisian yang dihasilkan juga cukup baik karena nilai  $\text{CV} < 2\%$ , nilai  $\text{RSD} < 20$ , nilai  $\text{SD} < 5$  dan cenderung memiliki nilai yang identik. Sehingga untuk pengukuran selanjutnya konsentrasi optimum dapat digunakan untuk pembuatan kurva kalibrasi.

#### 4.6 Penentuan Perolehan Kembali (Persen *Recovery*) Kadar Fe Pada Pereduksi dengan Spektrofotometri UV-Vis

Penentuan kadar Fe dilakukan dengan absorbansi larutan standar Fe(III) yang direduksi dengan pereduksi pada  $\lambda_{\max}$  yaitu 510 nm. Larutan yang dibuat dalam kondisi optimum untuk semua larutan pereaksi dimana untuk pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$  dibutuhkan konsentrasi 8 ppm dan waktu pendiaman selama 15 menit, sedangkan untuk pereduksi  $\text{NaBH}_4$  dibutuhkan konsentrasi 150 ppm dan waktu pendiaman selama 5 menit.

Larutan buffer asetat yang dipakai untuk kedua pereduksi sama yaitu pada kondisi optimum buffer asetat pH 4,5 yang kemudian dikomplekskan dengan larutan 1,10-Fenantrolin supaya terbentuk kompleks  $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$  sehingga dapat ditentukan tingkat akurasi dalam suatu metode yang menghasilkan persen *recovery*.

Kadar Fe diperoleh dari pengolahan data absorbansi hasil penelitian. Tingkat akurasi berfungsi sebagai pengukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Penentuan kadar Fe(III) dibutuhkan konsentrasi sebesar 5 ppm, akan tetapi dalam penelitian ini Fe yang digunakan adalah  $\text{FeCl}_3\cdot 6\text{H}_2\text{O}$  yang bersifat higroskopis, sehingga perlu dilakukan pengukuran lebih akurat menggunakan instrumen AAS untuk mendapatkan konsentrasi murni dari Fe(III) sebesar 5 ppm. Dari hasil AAS didapatkan Fe(III) sebesar 4,55 ppm.

Fe(III) yang didapatkan tidak menghasilkan konsentrasi 5 ppm disebabkan karena larutan standar Fe(III) sangat mudah teroksidasi. Faktor koreksi yang didapat sebesar 0,91 dimana pembagian antara Fe(III) yang didapat (4,55 ppm) dengan yang diinginkan (5 ppm). Penentuan konsentrasi akan menghasilkan persen *recovery* pada masing-masing pereduksi yang dapat dilihat pada Tabel 4.3 dan Tabel 4.4. Nilai persen *recovery* dianggap baik apabila dihasilkan pada rentang kepercayaan sebesar 80-120% untuk sampel berupa batuan (AOAC, 2002).

Tabel 4.3 Data Persen *Recovery* Kadar Fe dengan Pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$

Konsentrasi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ (ppm)	Persen <i>Recovery</i> (%)
5	55,19
6	64,43
7	71,02
8	90,67
9	75,53
10	73,35
11	70,33

Tabel 4.4 Data Persen *Recovery* Kadar Fe dengan Pereduksi  $\text{NaBH}_4$

Konsentrasi $\text{NaBH}_4$ (ppm)	Persen <i>Recovery</i> (%)
120	77,24
135	87,77
150	97,16
165	89,19
180	80,09
195	65,29
210	54,77

Tabel 4.3 merupakan kadar Fe yang diperoleh dari pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ . Hasil yang didapatkan terlihat bahwa pada kondisi optimum *%recovery* yang didapatkan sebesar 90,67% yaitu pada konsentrasi 8 ppm, sedangkan pada Tabel 4.4 merupakan hasil *%recovery* yang dihasilkan oleh pereduksi  $\text{NaBH}_4$ . *%recovery* paling baik didapatkan pada konsentrasi 150 ppm dengan tingkat akurasi sebesar 97,16%. Hasil ini menunjukkan bahwa metode yang digunakan memiliki tingkat akurasi yang baik.

Pereduksi yang paling baik diantara kedua pereduksi yang telah diuji dapat disimpulkan bahwa pereduksi yang lebih baik yaitu pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  dalam mereduksi 5 ppm  $\text{Fe(III)}$  menjadi  $\text{Fe(II)}$ . Pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  mampu mereduksi  $\text{Fe(III)}$  pada konsentrasi 8 ppm sedangkan untuk pereduksi  $\text{NaBH}_4$  baru mampu mereduksi  $\text{Fe(III)}$  pada konsentrasi 150 ppm dengan sempurna. Perhitungan dan data disajikan pada lampiran E.

## **BAB V**

### **KESIMPULAN**

Kesimpulan dari penelitian yang telah dilakukan adalah pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  memiliki kemampuan mereduksi  $\text{Fe(III)}$  menjadi  $\text{Fe(II)}$  yang lebih baik daripada pereduksi  $\text{NaBH}_4$  dalam analisis kadar besi dengan metode spektrofotometri UV-Vis. Kedua pereduksi sama-sama dapat membentuk kompleks  $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$  berwarna jingga dengan  $\lambda_{\text{max}}$  sebesar 510 nm. Keadaan optimum pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  yaitu buffer asetat pH 4,5 dengan waktu pendiaman selama 15 menit dan konsentrasi sebesar 8 ppm. Sedangkan pada pereduksi  $\text{NaBH}_4$  memerlukan keadaan optimum yaitu buffer asetat pH 4,5 dengan waktu pendiaman selama 5 menit dan konsentrasi sebesar 150 ppm. Persen *recovery* yang dihasilkan adalah sebesar 90,67% untuk pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  dan 97,16% untuk pereduksi  $\text{NaBH}_4$ .

***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***



**DAFTAR PUSTAKA**

- Amin, A.S. dan Gouda, A.A., 2008, "Utility of solid-phase spectrophotometry for determination of dissolved iron(II) and iron(III) using 2,3-dichloro-6-(3-carboxy-2-hydroxy-1-naphthylazo)quinoxaline", *Talanta*, **76**: 1241–1245.
- AOAC, 1993, "Peer Verified methods Program", Manual on policies and procedures, Arlington, VA.
- Arsyad, M.N., 2000, "Kamus Kimia: Arti dan Penjelasan Istilah", Jakarta : PT Gramedia Pustaka Utama.
- Arsyad, M.N., 2000, "Kamus Kimia Arti dan Penjelasan Ilmiah", Jakarta : Erlangga.
- ASTM, 2000, "Standard Test Method for Iron in Trace Quantities Using The 1,10 Phenontraline Method" United States : ASTM Commite E15.
- Butler, John M., 2005, "Validation Overview", National Institute of Standards and Technology (NIST).
- Chaerul Anwar, 2007, "Teknik dan Evaluasi Validasi Metode serta Pemilihan Parameter Validasi Metode", Makalah yang disampaikan dalam Pelatihan Validasi Metode Analisis Kuantitatif 14 s/d 15 April 2009, Bogor.
- Chan, Chung Chown., Herman Lam., Y.C. Lee., Zue Ming, 2004, "Analitical Method Validation And Instrument Performance Verification", John Willey dan sons, Inc publication, Ney Jersey.
- Chang Raymond, 2006, "Kimia Dasar Edisi ketiga Jilid 1", Jakarta : Erlangga.
- Citak, D., Tuzen, M., dan Soylak, M., 2009, "Simultaneous Coprecipitation of Lead, Cobalt, Copper, Cadmium, Iron and Nickel in Food Samples with Zirconium(IV)hidroxyde Prior to Their Flame Atomic Absorption Spectrometric Determination", *Food and Chemical Toxicology*, **47**: 2302-2307.
- Cotton, F., dan Wilkinson, G., 1989, "Kimia Anorganik Dasar", Cetakan Pertama. Jakarta: UI-Press

- Day, R.A dan A.L Underwood, 1989, "Analisis Kimia Kuantitatif", ed. 5, terjemahan A.H Pudjaatmaka, Jakarta : Erlangga.
- Day, R. dan Underwood, A., 1992, "Analisa Kimia Kuantitatif", 5th Ed, Jakarta : Penerbit Erlangga.
- Day dan Underwood, 2002, "Analisis Kimia Kualitatif", Jakarta : Penerbit Erlangga.
- Dian, 2004, "Pengaruh Cu(II) dalam Penentuan Fe pada pH 4,5 dan 8,0 dengan Pengompleks 1,10-Fenantrolin secara Spektrofotometri UV-Vis", Skripsi, Surabaya : Jurusan Kimia ITS.
- Eaton, A., Clesceri L., Rice E., Greenberg A., Franson M., 2005, "Standard Methods for Examination of Water and Wastewater", 21st Edition, Marryland – USA : *American Public Health Association*.
- Effendy, 2007, "Perspektif Baru Kimia Koordinasi Jilid 1", Malang : Bayumedia Publishing.
- Fajriati, I., 2006, "Optimasi Metode Penentuan Tanin (Analisa Tanin secara Spektrofotometri dengan Pereaksi Orto-Fenantrolin)", *Food Rev. Int* 5, Kaunia, 2:2, 317.
- Fessenden dan Fessenden, 1986, "Kimia Organik Edisi Ketiga", Jakarta : Erlangga.
- Gandjar, IG dan Rohman, A., 2007, "Kimia Farmasi Analisis", Yogyakarta : Pustaka Pelajar.
- Handayani, A., 2013, "Pembentukan Struktur Nanopartikel Core-Shell Fe/Oksida dengan Proses Kimia dan Fisika", Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN), Badan Tenaga Nuklir Nasional (BATAN), Kawasan Puspipstek, Serpong.
- Harisman, F. R., 2014, "Pengaruh Waktu Penggilingan Terhadap Zat Besi dalam Ampas Sari Kedelai Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis", *J. Sains dan Seni POMITS*. 3(2):2337-3520.
- Harmita, 2004, "Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metoda dan Cara Perhitungannya", *Majalah Ilmu Kefarmasian*, 1:119, 122.
- Harris dan Daniel, C., 2003, "Quantitive Chemical Analysis, 6th Edition", Santa Barbara : Saunders College Publishing.

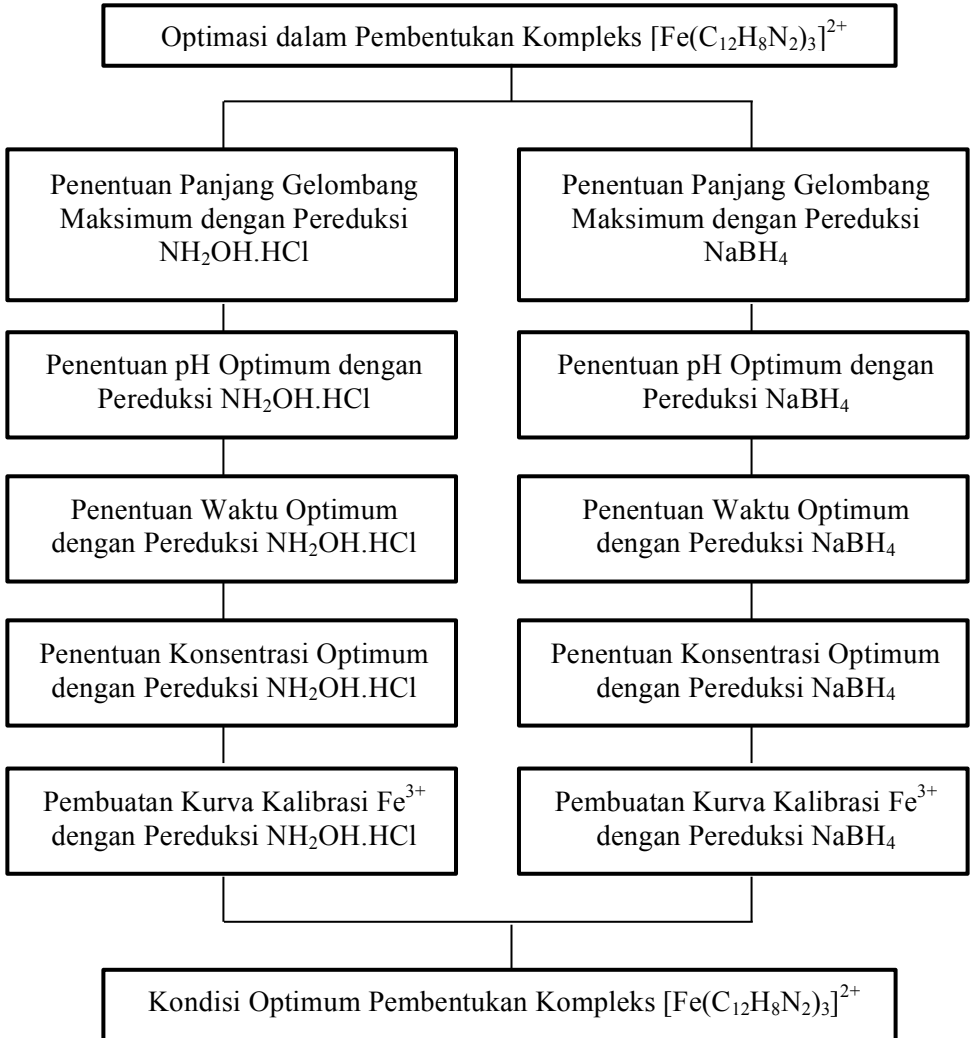
- Hendayana, Sumar., dkk., 1994, "Kimia Analitik Instrumen Edisi Kesatu", Semarang: IKIP Semarang Press.
- Hidayati, N., 2010, "Penentuan Panjang Gelombang Kurva Kalibrasi dan Uji Presisi Terhadap Senyawa Kompleks Fe(II)-1,10-Fenantrolin", *Mulawarman Scientife*, **9**: 111-112.
- Horwitz, W., 1975, "Official Methods of Association of Official Analytical Chemistry", 12<sup>th</sup> ed., New York: Mc Grow-Hill.
- Huheey, J., Keiter, E., dan Keiter, R., 1993, "Inorganic Chemistry: Principle of Structure and Reactivity, 4th Edition", New York : Harper Collins College Publishers.
- Kartasmita, E., Tuslinah, L., Fawaz, M., 2009, "Penentuan Kadar Besi(II) dalam Sediaan Tablet Besi(II) Sulfat Menggunakan Metode Orto-Fenantrolin", *Jurnal Kesehatan*, Jurusan Farmasi Sekolah Tinggi Ilmu Kesehatan Bakti Tunas Husada. Tasikmalaya, **1**(1): 69-78.
- Keenan, C., Kleinfelter, D., Wood, J., dan Pudjaatmaka, A., 1980, "Ilmu Kimia untuk Universitas", Jakarta : Penerbit Erlangga.
- Khopkar, S.M., 1990, "Konsep Kimia Analitik", Jakarta : UI Press.
- Kuswanto, 2001, "Perbandingan Pereaksi Pengompleks Kalium Thiosianat (KSCN) dan 1,10-Fenantrolin pada Penentuan Kadar Besi (Fe) Total dalam Biji Gandum (*Triticum Sativum*) secara Spektrofotometri UV-Vis", Tugas Akhir, Surabaya : Jurusan Kimia, Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Lazic, D., Jelena B. S., Penavin-Skundric, Vasiljevic L., Blagojevic D., dan Obrenovic Z., 2010, "Stability of Tris 1,10-Phenanthroline Iron(II) Complex in Different Composites", *Journal of Chemical Industry and Chemical Engineering Quarterly*, **16**: 193-198.
- Marzuki, A., 2012, "Kimia Analisis Farmasi", Makasar : Dua Satu Press.
- Mayer, V. A., 2011, "Annual Book of ASTM Standard Section 3 Analytical Chemistry for Metal Ores and Related Material e32-lastest", Eagan Mn, USA, 476-477.

- Miller, J. dan Miller, J., 1991, "Statistik Untuk Kimia Analitik Kedua", Bandung : ITB.
- Miller, J.N., dan Miller, J.C., 2010, *Statistic and Chemometrics for Analytical Chemistry*, 6th Edition, Pearson Education Limited, Harlow
- Moliner, N., Gaspar, A., Munoz, M., Niel, V., Canp, J., dan Real, J., 2002, "Inorganic Chemistry", 3986-3991.
- MSDS, 2005, [www.science-lab.com](http://www.science-lab.com), Diakses pada tanggal 4 Oktober 2018 pukul 09.54 pm.
- MSDS, 2013, [www.science-lab.com](http://www.science-lab.com), Diakses pada tanggal 4 Oktober 2018 pukul 10.30 pm.
- Mulya, M., 1998, "Validasi Metode Analisa Instrumental", Surabaya : Laboratorium Analisa Farmasi, Fakultas Farmasi Unair.
- Muzdalifah, 2017, "Perbandingan Kemampuan Pereduksi Natrium Tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) dan Kalium Heksasianoferat ( $\text{K}_4(\text{Fe}(\text{CN})_6$ ) Pada Analisis Kadar Total Besi Secara Spektrofotometer UV-VIS", Skripsi, Surabaya : Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Noviandani, P., Purnawan., dan Wardaya, 2014, "Analisis Hasil Kerja pada Uji Kompetensi Praktik Kejuruan Teknik Pemesinan Siswa SMK", *Journal of Mechanical Engineering Education*, **1**(2).
- Nurhadi, Agus, 2012, "Modul Pelatihan Validasi Metode Uji", AN Training, Bogor.
- Othmer, K., 1993, "Encyclopedia of Chemical Technology", 4th Edition, Vol 10, New York : John Willey dan Sons.
- Pangastuti, D.D. dan Djarot S., 2017, "Perbandingan Kondisi Optimum Pereduksi Natrium Tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) dan Hidroksilamin Hidroklorida ( $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ ) Pada Analisis Kadar Total Besi Secara Spektrofotometri UV-Vis", *Jurnal Sains dan Seni ITS*, Surabaya, **6**(1).
- Pourreza, N., & Mousavi, H., 2004, "Solid Phase Preconcentration of Iron as Methylthymol Blue Complex on Naphthalene Tetraoctylammonium Bromide Adsorbent with Subsequent Flame Atomic Absorption Determination", **64**: 64-267

- Putri, H.A., 2018, "Optimasi Penggunaan Pereduksi Natrium Tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ), Natrium Sulfat ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ), dan Hidroksilamin Hidroklorida ( $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ ) pada Analisis Kadar Besi (Fe)", Skripsi, Surabaya : Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Rahayu, R.Y., 2007, "Komposisi Kimia Rabbit Nugget dengan Komposisi Filler Tepung Tapioka yang Berbeda", Skripsi, Yogyakarta : Fakultas Peternakan Universitas Gajah Mada.
- Ratna, 2005, "Optimasi pH Buffer Asam dan Buffer Basa dalam Penentuan Kadar Besi Secara Spektrofotometri UV-Vis", Skripsi, Surabaya : Jurusan Kimia, FMIPA, ITS.
- Rivai, Harrizul, 1995, "Asas Pemeriksaan Kimia", Jakarta : UI-Press
- Riyadi, W., 2009, "Validasi Metode Analisis", tersedia di [http://www.chemistry.org/artikel\\_kimia/kimia\\_analisis/validasi-metode-analisis/](http://www.chemistry.org/artikel_kimia/kimia_analisis/validasi-metode-analisis/), diakses pada tanggal 12 April 2017.
- Riyanto, 2014, "Validasi dan Verifikasi Metode Uji: Sesuai dengan ISO/IEC Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi", Yogyakarta : Deepublish
- Rohman, Abdul, 2007, "Kimia Farmasi Analisis", Yogyakarta : Pustaka Pelajar.
- Setyowati, 2009, "Validasi dan Pengembangan Kadar Tablet Besi(II)-Sulfat dengan Spektrofotometri Visibel dan Serimetri sebagai Pembanding", Skripsi, Surakarta : Fakultas Farmasi, Universitas Muhammadiyah Surakarta.
- Skoog, Holler, Nieman, 1998, "Principles of Instrumental Analysis", 5<sup>th</sup> ed, USA : Saunders College Publishing.
- Skoog, D., West, D., dan Crouch, S., 2002, "Analytical Chemistry : An Introduction", 7<sup>th</sup> ed, USA : Mc. Graw Hill Company.
- Steel, R.G.D and J.H Torrie, 1980, "Principles and Procedures of Statistics", New York : Mc Graw-Hill Book Company.
- Sukardjo, 1992, "Ikatan Kimia Koordinasi", Jakarta : PT RINEKA CIPTA.
- Sulungbudi, Grace, Tj., Mujamilah and Handayani, A., 2012, "Sintesis Nano Partikel Magnetik Core/Shell Fe/Oksida Fe

- dengan Metode Reduksi Kimia”, *Indonesian Journal of Materials Science*, **13**(3): 182-187.
- Svehla, G., 1985, “Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro”, 5th ed, Jakarta : PT. Kalman Media Pustaka.
- Thomas, M., 1996, “Ultraviolet and Visible Spectroscopy”, John Willey and Sons, Inc, New York.
- Utami B., Nugroho A., Mahardiani L., Yamtinah S. dan Mulyani B., 2009, “Kimia 2 untuk SMA/MA Kelas XI Program Ilmu Alam”, Jakarta : Departemen Pendidikan Nasional.
- Vogel, 1985, “Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro (Terjemahan oleh Setiono I., Paudjatmakan A.H) Edisi Kelima”, Jakarta : PT. Kalman Media Pustaka.
- Vogel, 1990, “Analisis Kualitatif Makro dan Semimikro Jilid 1”, Jakarta : PT. Kalman Media Pustaka
- Walpole, R., 1992, “Pengantar Statistika”, Jakarta : Gramedia.
- Xiong , C., Jiang, Z. dan Hu, B., 2006, “Speciation of Dissolve Fe(II) and Fe(III) in Environmental Water Samples by Micro-column Packed with N-benzoyl-N-phenyl Hydroxylamine Loaded on Microcrystalline Naphthalene and Determination by Electro Thermal Vaporization Inductively Coupled Plasma”, *Anal, Chim, Acta*, **559**: 113-119.
- Xiu, J., dan Yinfa, 1996, “Determination of Iron in Rainwater, Lakewater, and Tapwater by High Performance Capillary Electrophoresis After Precolumn Complexation With 1,10-Phenanthroline”, *Journal of Microcolumn Separation*, **8**(2).
- Yuliana, R., 2009, “Mengatasi Zat Besi (Fe) Tinggi Dalam Air”, Diakses 13 januari 2013 dari [http:// www.advancebpp.com](http://www.advancebpp.com)

**LAMPIRAN A**  
**LANGKAH PENELITIAN**



## LAMPIRAN B

### PERHITUNGAN PEMBUATAN LARUTAN

#### B.1 Pembuatan Larutan Stok Fe (III) 100 ppm

Larutan standar Fe(III) 100 ppm terbuat dari padatan kristal  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  yang dilarutkan dengan aqua DM sebanyak 100 mL. Berikut perhitungan berat kristal  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  yang digunakan sebagai berikut:

$$\begin{aligned} \frac{\text{ppm Fe}}{\text{ppm FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} &= \frac{\text{Ar Fe}}{\text{Mr FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} \\ \text{ppm FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} &= \frac{\text{ppm Fe} \times \text{Mr FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{\text{Ar Fe}} \\ \text{ppm FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} &= \frac{100 \text{ ppm} \times 270,47 \text{ gr/mol}}{55,85 \text{ g/mol}} \\ \text{ppm FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} &= 484,279 \text{ ppm} = 484,279 \text{ mg/L} \\ \text{ppm FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} &= \frac{\text{massa FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{\text{volume aqua DM}} \\ 484,279 \text{ mg/L} &= \frac{\text{massa FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{100 \text{ mL}} \end{aligned}$$

$$\text{massa FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 484,279 \text{ mg/L} \times 0,1 \text{ L}$$

$$\text{massa FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 48,4279 \text{ mg}$$

$$\text{massa FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 0,0484 \text{ gram}$$

Sehingga banyaknya  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  yang harus ditimbang untuk memperoleh larutan  $\text{Fe}^{3+}$  100 ppm dalam 100 mL sebesar 0,0484 gram. Larutan kerja yang digunakan adalah larutan standar  $\text{Fe}^{3+}$  sebesar 5 ppm yang dibuat dengan mengencerkan larutan stock  $\text{Fe}^{3+}$  100 ppm dalam labu ukur 10 mL. Berikut perhitungan larutan Fe 5 ppm yang digunakan:

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

$$100 \text{ ppm} \cdot V_1 = 5 \text{ ppm} \cdot 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,5 \text{ mL}$$

Keterangan:

$V_1$  = volume larutan stock  $\text{Fe}^{3+}$  100 ppm yang diambil

$V_2$  = volume larutan standar  $\text{Fe}^{3+}$  yang digunakan

$M_1$  = konsentrasi larutan stock  $\text{Fe}^{3+}$  100 ppm



$M_2$  = konsentrasi larutan standar  $Fe^{3+}$  yang digunakan

## B.2 Pembuatan Larutan Stok $NH_2OH.HCl$ 100 ppm

Larutan stok  $NH_2OH.HCl$  100 ppm terbuat dari padatan kristal  $NH_2OH.HCl$  yang dilarutkan dengan aqua DM sebanyak 100 mL. Berikut perhitungan berat kristal  $NH_2OH.HCl$

$$\text{ppm } NH_2OH.HCl = \frac{\text{massa } NH_2OH.HCl}{\text{volume aqua DM}}$$

$$100 \text{ mg/L} = \frac{\text{massa } NH_2OH.HCl}{100 \text{ mL}}$$

$$\text{massa } NH_2OH.HCl = 100 \text{ mg/L} \times 0,1 \text{ L}$$

$$\text{massa } NH_2OH.HCl = 10 \text{ mg}$$

$$\text{massa } NH_2OH.HCl = 0,01 \text{ gram}$$

Jadi, massa  $NH_2OH.HCl$  yang dibutuhkan dalam 100 mL larutan sebanyak 0,01 gram untuk mendapatkan konsentrasi 100 ppm. Adapun larutan  $NH_2OH.HCl$  dilakukan variasi konsentrasi yakni 5; 6; 7; 8; 9; 10 dan 11 ppm. Berikut merupakan contoh perhitungan larutan  $NH_2OH.HCl$  konsentrasi 5 ppm

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

$$100 \text{ ppm} \cdot V_1 = 5 \text{ ppm} \cdot 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,5 \text{ mL}$$

Dengan cara yang sama dapat diketahui volume yang diambil dalam larutan stok  $NH_2OH.HCl$  100 ppm pada tabel berikut

Tabel B.1 Volume  $NH_2OH.HCl$  yang diambil

Konsentrasi larutan $NH_2OH.HCl$ (ppm)	Volume ambil larutan $NH_2OH.HCl$ (mL)
5	0,5
6	0,6
7	0,7
8	0,8
9	0,9
10	1,0

11	1,1
----	-----

### B.3 Pembuatan Larutan Stok NaBH<sub>4</sub> 1500 ppm

Larutan stok NaBH<sub>4</sub> 1500 ppm terbuat dari padatan kristal NaBH<sub>4</sub> yang dilarutkan dengan aqua DM sebanyak 100 mL. Berikut perhitungan berat kristal NaBH<sub>4</sub>

$$\text{ppm NaBH}_4 = \frac{\text{massa NaBH}_4}{\text{volume aqua DM}}$$

$$1500 \text{ mg/L} = \frac{\text{massa NaBH}_4}{100 \text{ mL}}$$

$$\text{massa NaBH}_4 = 1500 \text{ mg/L} \times 0,1 \text{ L}$$

$$\text{massa NaBH}_4 = 150 \text{ mg}$$

$$\text{massa NaBH}_4 = 0,15 \text{ gram}$$

Jadi, massa NaBH<sub>4</sub> yang dibutuhkan dalam 100 mL larutan sebanyak 0,15 gram untuk mendapatkan konsentrasi 1500 ppm. Adapun larutan NaBH<sub>4</sub> dilakukan variasi konsentrasi yakni 120; 135; 150; 165; 180; 195 dan 210 ppm. Berikut merupakan contoh perhitungan larutan NaBH<sub>4</sub> konsentrasi 150 ppm

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

$$1500 \text{ ppm} \cdot V_1 = 150 \text{ ppm} \cdot 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 1,0 \text{ mL}$$

Dengan cara yang sama dapat diketahui volume yang diambil dalam larutan stok NaBH<sub>4</sub> 1500 ppm pada tabel berikut

Tabel B.2 Volume NaBH<sub>4</sub> yang diambil

Konsentrasi larutan NaBH <sub>4</sub> (ppm)	Volume ambil larutan NaBH <sub>4</sub> (mL)
120	0,8
135	0,9
150	1,0
165	1,1
180	1,2

195	1,3
210	1,4

#### B.4 Pembuatan Larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm

Larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm dibuat dari padatan 1,10-Fenantrolin anhidrat yang dilarutkan dalam aqua DM sebanyak 100 mL. Berikut perhitungan berat padatan 1,10-Fenantrolin

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

$$1000 \text{ mg/L} = \frac{\text{massa 1,10-Fenantrolin}}{100 \text{ mL}}$$

$$\text{massa 1,10-Fenantrolin} = 1000 \text{ mg/L} \times 0,1 \text{ L}$$

$$\text{massa 1,10-Fenantrolin} = 100 \text{ mg}$$

$$\text{massa 1,10-Fenantrolin} = 0,1 \text{ g}$$

Jadi, massa 1,10-Fenantrolin 1000 ppm yang dibutuhkan sebanyak 0,1 gram dalam 100 mL aqua DM untuk mendapatkan konsentrasi 1,10-Fenantrolin 1000 ppm.

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

Larutan buffer asetat pH 4,5 terbuat dari padatan natrium asetat ( $\text{CH}_3\text{COONa}$ ) yang dilarutkan dengan 1 mL asam asetat ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) dan aqua DM. Berikut perhitungan buffer asetat

$$\bullet \quad \text{CH}_3\text{COOH } 99\% = \frac{99}{100} \times \rho \text{ CH}_3\text{COOH}$$

$$= 0,99 \times 1,049 \text{ kg/L}$$

$$= 1,0385 \text{ kg/L}$$

$$= 1038,5 \text{ g/L}$$

Konsentrasi tersebut kemudian diubah dalam bentuk molaritas (M)

$$\bullet \quad \text{M CH}_3\text{COOH} = \frac{1038,5 \text{ g/L}}{\text{Mr CH}_3\text{COOH}}$$

$$= \frac{1038,5 \text{ g/L}}{60,05 \text{ g/mol}}$$

$$= 17,3 \text{ mol/L}$$

$$= 17,3 \text{ M}$$

Dari  $\text{CH}_3\text{COOH}$  diambil sebanyak 1 mL kemudian diencerkan dalam labu ukur 25 mL sehingga dapat diketahui mol  $\text{CH}_3\text{COOH}$  dengan perhitungan berikut

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

$$M_1 \cdot 25 \text{ mL} = 17,3 \text{ mol/L} \cdot 1 \text{ mL}$$

$$M_1 = 0,692 \text{ M}$$

$$\text{mol CH}_3\text{COOH} = M \text{ CH}_3\text{COOH} \cdot V \text{ CH}_3\text{COOH}$$

$$\text{mol CH}_3\text{COOH} = 0,692 \text{ M} \cdot 0,025 \text{ L}$$

$$\text{mol CH}_3\text{COOH} = 0,0173 \text{ mol}$$

Kemudian dapat dihitung mol  $\text{CH}_3\text{COONa}$  dan massanya yang dibutuhkan untuk membuat buffer pH 4,5

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

$$10^{-4,5} = 1,75 \times 10^{-5} \cdot \left( \frac{0,0173 \text{ mol}}{\text{mol CH}_3\text{COONa}} \right)$$

$$\text{mol CH}_3\text{COONa} = 0,00957 \text{ mol}$$

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

$$0,00957 \text{ mol} = \frac{\text{massa CH}_3\text{COONa}}{82,03 \text{ g/mol}}$$

$$\text{massa CH}_3\text{COONa} = 0,7853 \text{ g}$$

Jadi,  $\text{CH}_3\text{COONa}$  yang dibutuhkan sebanyak 0,7853 gram untuk membuat larutan buffer asetat pH 4,5 kemudian ditambahkan 1 mL  $\text{CH}_3\text{COOH}$  dalam labu ukur 25 mL.

## LAMPIRAN C PERHITUNGAN LINEARITAS

### C.1 Perhitungan Persamaan Regresi Linear Kurva

Berdasarkan hukum Lambert-Beer yang menyatakan bahwa:

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

Keterangan: A = absorbansi  
 $\epsilon$  = tetapan absorptivitas molar  
 b = tebal medium penyerap dalam satuan cm  
 c = konsentrasi besi (III) dengan satuan ppm

Jika absorbansi (A) sebagai koordinat X dan konsentrasi besi (III) sebagai koordinat Y pada kurva standar besi, maka:

$$B = \frac{n (\sum x \cdot y) - \sum x \cdot \sum y}{n \sum x^2 - (\sum x)^2}$$

$$A = \frac{\sum y - B \sum x}{n}$$

Tabel C.1 Perhitungan persamaan regresi linear kurva kalibrasi pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$

$[\text{Fe}^{3+}]$ (ppm) (x)	Absorbansi (y)	$(x^2)$	(x.y)
1,000	0,2365	1,000	0,2365
2,000	0,3675	4,000	0,7350
3,000	0,4995	9,000	1,4985
4,000	0,6245	16,000	2,4980
5,000	0,7520	25,000	3,7600
$\Sigma x = 15,000$	$\Sigma y = 2,48$	$\Sigma x^2 = 55,000$	$\Sigma x \cdot y = 8,728$

$$B = \frac{n (\sum x \cdot y) - \sum x \cdot \sum y}{n \sum x^2 - (\sum x)^2}$$

$$B = \frac{5(8,728) - (15 \times 2,48)}{(5 \times 55) - (15)^2}$$

$$B = \frac{43,64 - 37,2}{275 - 225}$$

$$B = \frac{6,44}{50}$$

$$B = 0,1288$$

$$A = \frac{\sum y - B \sum x}{n}$$

$$A = \frac{2,48 - (0,1288 \times 15)}{5}$$

$$A = \frac{2,48 - 1,932}{5}$$

$$A = \frac{0,548}{5}$$

$$A = 0,1096$$

Maka, persamaan regresi linear kurva kalibrasi larutan standar besi adalah:

$$y = Bx + A$$

$$y = 0,1288x + 0,1096$$

Tabel C.2 Perhitungan persamaan regresi linear kurva kalibrasi pereduksi  $\text{NaBH}_4$

$[\text{Fe}^{3+}]$ (ppm) (x)	Absorbansi (y)	$(x^2)$	$(x.y)$
1,000	0,112	1,000	0,112
2,000	0,181	4,000	0,362

3,000	0,257	9,000	0,771
4,000	0,322	16,000	1,288
5,000	0,393	25,000	1,965
$\Sigma x = 15,000$	$\Sigma y = 1,265$	$\Sigma x^2 = 55,000$	$\Sigma x.y = 4,498$

$$B = \frac{n (\Sigma x.y) - \Sigma x. \Sigma y}{n \Sigma x^2 - (\Sigma x)^2}$$

$$B = \frac{5 (4,498) - (15 \times 1,265)}{(5 \times 55) - (15)^2}$$

$$B = \frac{22,49 - 18,975}{275 - 225}$$

$$B = \frac{3,515}{50}$$

$$B = 0,0703$$

$$A = \frac{\Sigma y - B \Sigma x}{n}$$

$$A = \frac{1,265 - (0,0703 \times 15)}{5}$$

$$A = \frac{1,265 - 1,0545}{5}$$

$$A = \frac{0,2105}{5}$$

$$A = 0,042$$

Maka, persamaan regresi linear kurva kalibrasi larutan standar besi adalah:

$$y = Bx + A$$

$$y = 0,0703x + 0,042$$

## C.2 Perbandingan Koefisien Korelasi Kurva Kalibrasi

Koefisien korelasi ( $r$ ) digunakan untuk mengetahui seberapa baik kumpulan titik penelitian yang sesuai dengan garis lurus. Nilai  $r$  dihitung dengan persamaan:

$$r = \frac{\sum(x - \bar{x})(y - \bar{y})}{\sqrt{\sum(x - \bar{x})^2 \sum(y - \bar{y})^2}}$$

Keterangan :  $r$  = koefisien korelasi  
 $y$  = absorbansi  
 $\bar{x}$  = rata-rata konsentrasi besi (III)  
 $\bar{y}$  = rata-rata absorbansi

Tabel C.3 Data Perhitungan Koefisien Korelasi Kurva Kalibrasi pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$

x	y	$(x - \bar{x})^2$	$(y - \bar{y})^2$	$(x - \bar{x})(y - \bar{y})$
1,000	0,2365	4	0,067340	0,519
2,000	0,3675	1	0,016512	0,1285
3,000	0,4995	0	0,000012	0
4,000	0,6245	1	0,016512	0,1285
5,000	0,7520	4	0,065536	0,512
$\bar{x} = 3$	$\bar{y} = 0,496$	$\Sigma = 10$	$\Sigma = 0,165913$	$\Sigma = 1,288$

$$r = \frac{\sum(x - \bar{x})(y - \bar{y})}{\sqrt{\sum(x - \bar{x})^2 \sum(y - \bar{y})^2}}$$

$$r = \frac{1,288}{\sqrt{(10)(0,165913)}}$$



$$r = \frac{1,288}{\sqrt{1,65913}}$$

$$r = \frac{1,288}{1,2880722}$$

$$r = 0,9999439$$

$$r = 0,999944$$

$$r^2 = 0,99989$$

Tabel C.4 Data Perhitungan Koefisien Korelasi Kurva Kalibrasi pereduksi  $\text{NaBH}_4$

x	y	$(x - \bar{x})^2$	$(y - \bar{y})^2$	$(x - \bar{x})(y - \bar{y})$
1,000	0,112	4	0,01982464	0,2816
2,000	0,181	1	0,00515524	0,0718
3,000	0,257	0	0,00001369	0
4,000	0,322	1	0,00471969	0,0687
5,000	0,393	4	0,01965604	0,2804
$\bar{x} = 3$	$\bar{y} = 0,253$	$\Sigma = 10$	$\Sigma = 0,0493693$	$\Sigma = 0,7025$

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

$$r = \frac{0,7025}{\sqrt{(10)(0,0493693)}}$$

$$r = \frac{0,7025}{\sqrt{0,493693}}$$

$$r = \frac{0,7025}{0,702631}$$

$$r = 0,999813$$

$$r = 0,99981$$

$$r^2 = 0,99962$$

### C.3 Perhitungan Uji-t terhadap Kurva Kalibrasi

Uji-t digunakan untuk mengetahui ada atau tidak dalam suatu hubungan korelasi dengan persamaan:

$$t = |r| \frac{\sqrt{(n-2)}}{\sqrt{(1-r^2)}}$$

Keterangan:

$H_0$  = tidak ada korelasi antara absorbansi dengan konsentrasi

$H_i$  = Ada korelasi antara absorbansi dengan konsentrasi

1. Uji-t terhadap Kurva Kalibrasi dengan pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$

Diketahui bahwa nilai  $r = 0,999944$  dan  $r^2 = 0,99989$  maka nilai t hitung ditunjukkan pada perhitungan berikut:

$$t = |r| \frac{\sqrt{(n-2)}}{\sqrt{(1-r^2)}}$$

$$t = |0,999944| \frac{\sqrt{5-2}}{\sqrt{1-0,99989}}$$

$$t = |0,999944| \frac{1,732}{0,010488}$$

$$t = |0,999944| \times 165,1411$$

$$t = 165,1319$$

Nilai derajat kebebasan:

$$n - 2 = (5 - 2) = 3$$

Setelah dilakukan perhitungan untuk  $t_{\text{hitung}}$  kemudian dibandingkan hasil dengan nilai  $t_{\text{tabel}}$  dari nilai kritik sebaran t yaitu 3,18 untuk derajat kebebasan 3 dengan selang kepercayaan 95% dan hasil yang didapat sebesar 165,1319. Karena nilai  $t_{\text{hitung}}$  lebih besar dibandingkan  $t_{\text{tabel}}$  maka  $H_0$  ditolak dan dapat

disimpulkan bahwa terdapat korelasi terhadap absorbansi dengan konsentrasi.

2. Uji-t terhadap Kurva Kalibrasi dengan pereduksi  $\text{NaBH}_4$   
Dimana diketahui bahwa nilai  $r = 0,99981$  dan  $r^2 = 0,99962$   
maka nilai t hitung ditunjukkan pada perhitungan dibawah ini:

$$t = |r| \frac{\sqrt{(n-2)}}{\sqrt{(1-r^2)}}$$

$$t = |0,99981| \frac{\sqrt{5-2}}{\sqrt{1-0,99962}}$$

$$t = |0,99981| \frac{1,732}{0,01949}$$

$$t = |0,99981| \times 88,866$$

$$t = 88,8491$$

Nilai derajat kebebasan:

$$n - 2 = (5 - 2) = 3$$

Setelah dilakukan perhitungan untuk  $t_{\text{hitung}}$  kemudian dibandingkan hasil dengan nilai  $t_{\text{tabel}}$  dari nilai kritik sebaran t yaitu 3,18 untuk derajat kebebasan 3 dengan selang kepercayaan 95% dan hasil yang didapat sebesar 88,8491. Karena nilai  $t_{\text{hitung}}$  lebih besar dibandingkan  $t_{\text{tabel}}$  maka  $H_0$  ditolak dan dapat disimpulkan bahwa terdapat korelasi terhadap absorbansi dengan konsentrasi.

## LAMPIRAN D

### PERHITUNGAN KECERMATAN (PRESISI)

#### D.1 Penentuan pH Optimum Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi

##### 1. Pereduksi hidroksilamin hidroklorida (NH<sub>2</sub>OH.HCl)

Untuk mengetahui tingkat presisi maka dilakukan dengan menghitung *Relative Standar Deviation (RSD)* dan *Coefficient of Variation (CV)*. Sebagai contoh perhitungan pada pH 4,5. Maka dapat dihitung sebagai berikut:

Tabel D.1 Perhitungan buffer asetat pH 4,5

n	x	$\bar{x}$	$x - \bar{x}$	$(x - \bar{x})^2$
1	0,743	0,7435	-0,0005	0,00000025
2	0,744	0,7435	0,0005	0,00000025
n = 2				$\Sigma = 0,00000050$

Maka dilakukan perhitungan dengan formula sebagai berikut:

$$s = \sqrt{\frac{\sum (x - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

Keterangan :  
 s = Simpangan baku  
 x = Hasil pengukuran ke n  
 $\bar{x}$  = Rata-rata hasil pengukuran  
 n = Jumlah pengulangan

$$s = \sqrt{\frac{0,00000050}{2 - 1}}$$

$$s = \sqrt{\frac{0,00000050}{1}}$$

$$s = 7,1 \times 10^{-4} = 0,00071$$

Dari hasil perhitungan rata-rata dan standar deviasi tersebut dapat diperoleh nilai CV dan RSD sebagai berikut:

$$CV = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \%$$

$$CV = \frac{7,1 \times 10^{-4}}{0,7435} \times 100 \%$$

$$CV = 0,0951 \%$$

Dan nilai RSD sebesar:

$$RSD = \frac{s}{\bar{x}} \times 1000 \text{ ppt}$$

$$RSD = \frac{7,1 \times 10^{-4}}{0,7435} \times 1000 \text{ ppt}$$

$$RSD = 0,951 \text{ ppt}$$

Dari penelitian yang telah dilakukan, maka diperoleh data sebagai berikut:

Tabel D.2 Data Hasil Penentuan pH Optimum Buffer Asetat  
Pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$

n	pH	Absorbansi	SD	CV (%)	RSD (ppt)
1	3	0,558	0,00071	0,1266	1,266
2		0,559			
1	3,5	0,588	0,00071	0,1204	1,204
2		0,587			
1	4	0,650	0,00071	0,1087	1,087
2		0,651			
1	4,5	0,743	0,00071	0,0951	0,951
2		0,744			
1	5	0,679	0,00071	0,1042	1,042
2		0,678			
1	5,5	0,647	0,00071	0,1092	1,092
2		0,648			
1	6	0,610	0,00141	0,2315	2,315

2		0,612			
---	--	-------	--	--	--

## 2. Pereduksi natrium borohidrida ( $\text{NaBH}_4$ )

Untuk mengetahui tingkat presisi maka dilakukan dengan menghitung *Relative Standar Deviation (RSD)* dan *Coefficient of Variation (CV)*. Sebagai contoh perhitungan pada pH 4,5. Maka dapat dihitung sebagai berikut:

Tabel D.3 Perhitungan buffer asetat pH 4,5

n	x	$\bar{x}$	$x - \bar{x}$	$(x - \bar{x})^2$
1	0,460	0,461	-0,001	0,000001
2	0,462	0,461	0,001	0,000001
n = 2				$\Sigma = 0,000002$

Dilakukan perhitungan dengan formula sebagai berikut:

$$s = \sqrt{\frac{\sum (x - \bar{x})^2}{n-1}}$$

Keterangan :  
 s = Simpangan baku  
 x = Hasil pengukuran ke n  
 $\bar{x}$  = Rata-rata hasil pengukuran  
 n = Jumlah pengulangan

$$s = \sqrt{\frac{0,000002}{2 - 1}}$$

$$s = \sqrt{\frac{0,000002}{1}}$$

$$s = 1,41 \times 10^{-3} = 0,00141$$

Dari hasil perhitungan rata-rata dan standar deviasi tersebut dapat diperoleh nilai CV dan RSD sebagai berikut:

$$CV = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \%$$

$$CV = \frac{1,41 \times 10^{-3}}{0,461} \times 100 \%$$

$$CV = 0,3068 \%$$

Dan nilai RSD sebesar:

$$RSD = \frac{s}{\bar{x}} \times 1000 \text{ ppt}$$

$$RSD = \frac{1,41 \times 10^{-3}}{0,461} \times 1000 \text{ ppt}$$

$$RSD = 3,068 \text{ ppt}$$

Dari penelitian yang telah dilakukan, maka diperoleh data sebagai berikut:

Tabel D.4 Data Hasil Penentuan pH Optimum Buffer Asetat  
Pereduksi  $\text{NaBH}_4$

n	pH	Absorbansi	SD	CV (%)	RSD (ppt)
1	3	0,273	0	0	0
2		0,273			
1	3,5	0,322	0,00071	0,2199	2,199
2		0,321			
1	4	0,397	0,00424	1,0607	10,607
2		0,403			
1	4,5	0,460	0,00141	0,3068	3,068
2		0,462			
1	5	0,395	0,00071	0,1792	1,792
2		0,394			
1	5,5	0,362	0,00071	0,1951	1,951
2		0,363			
1	6	0,224	0	0	0
2		0,224			

## D.2 Penentuan Waktu Optimum Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi

### 1. Pereduksi hidrosilamin hidroklorida (NH<sub>2</sub>OH.HCl)

Sebagai contoh perhitungan pada waktu pendiaman 15 menit. Maka dapat dihitung sebagai berikut:

Tabel D.5 Perhitungan Pada Waktu Pendiaman 15 Menit

n	x	$\bar{x}$	$x - \bar{x}$	$(x - \bar{x})^2$
1	0,768	0,7665	0,0015	0,00000225
2	0,765	0,7665	-0,0015	0,00000225
n = 2				$\Sigma = 0,00000450$

Maka dilakukan perhitungan dengan formula sebagai berikut:

$$s = \sqrt{\frac{\sum (x - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

Keterangan :  
 s = Simpangan baku  
 x = Hasil pengukuran ke n  
 $\bar{x}$  = Rata-rata hasil pengukuran  
 n = Jumlah pengulangan

$$s = \sqrt{\frac{0,00000450}{2 - 1}}$$

$$s = \sqrt{\frac{0,00000450}{1}}$$

$$s = 2,12 \times 10^{-3} = 0,00212$$

Dari hasil perhitungan rata-rata dan standar deviasi tersebut dapat diperoleh nilai CV dan RSD sebagai berikut:

$$CV = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \%$$

$$CV = \frac{2,12 \times 10^{-3}}{0,7665} \times 100 \%$$



$$CV = 0,2768 \%$$

Dan nilai RSD sebesar:

$$RSD = \frac{s}{\bar{x}} \times 1000 \text{ ppt}$$

$$RSD = \frac{2,12 \times 10^{-3}}{0,7665} \times 1000 \text{ ppt}$$

$$RSD = 2,768 \text{ ppt}$$

Dari penelitian yang telah dilakukan, maka diperoleh data sebagai berikut:

Tabel D.6 Data Hasil Penentuan Waktu Optimum Pereduksi  
NH<sub>2</sub>OH.HCl

n	Waktu	Absorbansi	SD	CV (%)	RSD (ppt)
1	0	0,510	0,00495	0,9639	9,639
2		0,517			
1	5	0,550	0,00141	0,2567	2,567
2		0,552			
1	10	0,608	0,00141	0,2322	2,322
2		0,610			
1	15	0,768	0,00212	0,2768	2,768
2		0,765			
1	20	0,676	0,00424	0,6248	6,248
2		0,682			
1	25	0,659	0,00424	0,6467	6,467
2		0,653			

## 2. Pereduksi natrium borohidrida (NaBH<sub>4</sub>)

Sebagai contoh perhitungan pada waktu pendiaman 5 menit.  
Maka dapat dihitung sebagai berikut:

Tabel D.7 Perhitungan Pada Waktu Pendiaman 5 Menit

n	x	$\bar{x}$	$x - \bar{x}$	$(x - \bar{x})^2$
---	---	-----------	---------------	-------------------

1	0,440	0,4405	-0,0005	0,00000025
2	0,441	0,4405	0,0005	0,00000025
n = 2				$\Sigma = 0,00000050$

Maka dilakukan perhitungan dengan formula sebagai berikut:

$$s = \sqrt{\frac{\sum (x - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

Keterangan :  
 s = Simpangan baku  
 x = Hasil pengukuran ke n  
 $\bar{x}$  = Rata-rata hasil pengukuran  
 n = Jumlah pengulangan

$$s = \sqrt{\frac{0,00000050}{2 - 1}}$$

$$s = \sqrt{\frac{0,00000050}{1}}$$

$$s = 7,1 \times 10^{-4} = 0,00071$$

Dari hasil perhitungan rata-rata dan standar deviasi tersebut dapat diperoleh nilai CV dan RSD sebagai berikut:

$$CV = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \%$$

$$CV = \frac{7,1 \times 10^{-4}}{0,4405} \times 100 \%$$

$$CV = 0,1605 \%$$

Dan nilai RSD sebesar:

$$RSD = \frac{s}{\bar{x}} \times 1000 \text{ ppt}$$

$$RSD = \frac{7,1 \times 10^{-4}}{0,4405} \times 1000 \text{ ppt}$$

$$RSD = 1,605 \text{ ppt}$$

Dari penelitian yang telah dilakukan, maka diperoleh data sebagai berikut:

Tabel D.8 Data Hasil Penentuan Waktu Optimum Pereduksi  
NaBH<sub>4</sub>

n	Waktu	Absorbansi	SD	CV (%)	RSD (ppt)
1	0	0,395	0,00566	1,4468	14,468
2		0,387			
1	5	0,440	0,00071	0,1605	1,605
2		0,441			
1	10	0,402	0	0	0
2		0,402			
1	15	0,384	0,00141	0,3673	3,673
2		0,386			
1	20	0,338	0,00071	0,2095	2,095
2		0,337			
1	25	0,328	0,00071	0,2153	2,153
2		0,329			

### D.3 Penentuan Konsentrasi Optimum Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi

#### 1. Pereduksi hidroksilamin hidroklorida (NH<sub>2</sub>OH.HCl)

Sebagai contoh perhitungan pada konsentrasi 8 ppm. Maka dapat dihitung sebagai berikut:

Tabel D.9 Perhitungan Pada Konsentrasi 8 ppm

n	x	$\bar{x}$	$x - \bar{x}$	$(x - \bar{x})^2$
1	0,693	0,6935	-0,0005	0,00000025
2	0,694	0,6935	0,0005	0,00000025
n = 2				$\Sigma = 0,00000050$

Maka dilakukan perhitungan dengan formula sebagai berikut:

$$s = \sqrt{\frac{\sum (x - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

Keterangan :  
 s = Simpangan baku  
 x = Hasil pengukuran ke n  
 $\bar{x}$  = Rata-rata hasil pengukuran  
 n = Jumlah pengulangan

$$s = \sqrt{\frac{0,00000050}{2 - 1}}$$

$$s = \sqrt{\frac{0,00000050}{1}}$$

$$s = 7,1 \times 10^{-4} = 0,00071$$

Dari hasil perhitungan rata-rata dan standar deviasi tersebut dapat diperoleh nilai CV dan RSD sebagai berikut:

$$CV = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \%$$

$$CV = \frac{7,1 \times 10^{-4}}{0,6935} \times 100 \%$$

$$CV = 0,1020 \%$$

Dan nilai RSD sebesar:

$$RSD = \frac{s}{\bar{x}} \times 1000 \text{ ppt}$$

$$RSD = \frac{7,1 \times 10^{-4}}{0,6935} \times 1000 \text{ ppt}$$

$$RSD = 1,020 \text{ ppt}$$

Dari penelitian yang telah dilakukan, maka diperoleh data sebagai berikut:

Tabel D.10 Data Hasil Penentuan Konsentrasi Optimum  
 Pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$

n	Konsentrasi	Absorbansi	SD	CV (%)	RSD (ppt)
1	5	0,465	0	0	0
2		0,465			

1	6	0,526	0,00212	0,4044	4,044
2		0,523			
1	7	0,568	0,00141	0,2494	2,494
2		0,566			
1	8	0,693	0,00071	0,1020	1,020
2		0,694			
1	9	0,596	0	0	0
2		0,596			
1	10	0,580	0,00283	0,4860	4,860
2		0,584			
1	11	0,561	0,00212	0,3771	3,771
2		0,564			

## 2. Pereduksi natrium borohidrida ( $\text{NaBH}_4$ )

Sebagai contoh perhitungan pada konsentrasi 150 ppm. Maka dapat dihitung sebagai berikut:

Tabel D.11 Perhitungan Pada Konsentrasi 150 ppm

n	x	$\bar{x}$	$x - \bar{x}$	$(x - \bar{x})^2$
1	0,383	0,3835	-0,0005	0,00000025
2	0,384	0,3835	0,0005	0,00000025
n = 2				$\Sigma = 0,00000050$

Maka dilakukan perhitungan dengan formula sebagai berikut:

$$s = \sqrt{\frac{\sum (x - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

Keterangan :  
 s = Simpangan baku  
 x = Hasil pengukuran ke n  
 $\bar{x}$  = Rata-rata hasil pengukuran

n = Jumlah pengulangan

$$s = \sqrt{\frac{0,00000050}{2 - 1}}$$

$$s = \sqrt{\frac{0,00000050}{1}}$$

$$s = 7,1 \times 10^{-4} = 0,00071$$

Dari hasil perhitungan rata-rata dan standar deviasi tersebut dapat diperoleh nilai CV dan RSD sebagai berikut:

$$CV = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \%$$

$$CV = \frac{7,1 \times 10^{-4}}{0,4045} \times 100 \%$$

$$CV = 0,1748 \%$$

Dan nilai RSD sebesar:

$$RSD = \frac{s}{\bar{x}} \times 1000 \text{ ppt}$$

$$RSD = \frac{7,1 \times 10^{-4}}{0,4045} \times 1000 \text{ ppt}$$

$$RSD = 1,748 \text{ ppt}$$

Dari penelitian yang telah dilakukan, maka diperoleh data sebagai berikut:

Tabel D.12 Data Hasil Penentuan Konsentrasi Optimum  
Pereduksi  $\text{NaBH}_4$

n	Konsentrasi	Absorbansi	SD	CV (%)	RSD (ppt)
1	120	0,314	0,00071	0,2256	2,256
2		0,313			
1	135	0,352	0,00212	0,6052	6,052
2		0,349			
1	150	0,383	0,00071	0,1844	1,844
2		0,385			

1	165	0,355	0,00071	0,1989	1,989
2		0,356			
1	180	0,323	0,00071	0,2186	2,186
2		0,324			
1	195	0,271	0,00071	0,2604	2,604
2		0,272			
1	210	0,235	0,00071	0,3015	3,015
2		0,234			

**LAMPIRAN E**  
**DATA PERHITUNGAN KADAR BESI (Fe<sup>2+</sup>) DAN**  
**KETEPATAN (AKURASI)**

**E.1. Penentuan Kadar Besi dan Ketepatan (Akurasi) dengan Pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida (NH<sub>2</sub>OH.HCl)**

Kadar besi diperoleh dari pengolahan data absorbansi hasil penelitian. Kemudian disubstitusikan ke persamaan kurva kalibrasi NH<sub>2</sub>OH.HCl dimana y adalah absorbansi dan x adalah konsentrasi. Dimana diketahui bahwa nilai  $y = 0,1288x + 0,1096$

$$y = 0,1288x + 0,1096$$

$$y - 0,1096 = 0,1288x$$

$$x = \frac{y - 0,1096}{0,1288}$$

Misalkan perhitungan pada pereduksi NH<sub>2</sub>OH.HCl pada konsentrasi 8 ppm dengan absorbansi (y) = 0,6935

$$x = \frac{y - 0,1096}{0,1288}$$

$$x = \frac{0,6935 - 0,1096}{0,1288}$$

$$x = \frac{0,5839}{0,1288}$$

$$x = 4,53 \text{ ppm}$$

Keakuratan penggunaan suatu metode dapat ditentukan dari nilai persen *recovery* yang diperoleh. Perhitungan %*Recovery* dilakukan sebagai berikut:

$$\%Recovery = \frac{\text{konsentrasi Fe}^{2+} \text{ terukur}}{\text{konsentrasi Fe}} \times 100\%$$



Konsentrasi  $\text{Fe}^{2+}$  terukur dapat diperoleh dari persamaan garis kurva kalibrasi pada perhitungan sebelumnya. Konsentrasi Fe awal (mula-mula) adalah 5 ppm, akan tetapi Fe yang dipakai dalam percobaan ini terbuat dari  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  yang bersifat higroskopis. Maka dari itu dilakukan pengukuran menggunakan instrumen AAS untuk mendapatkan konsentrasi murni dari Fe 5 ppm. Dari hasil AAS yang dilakukan didapatkan Fe awal (mula-mula) sebesar 4,55 ppm. Kemudian didapat pula faktor koreksi sebesar 0,91.

Dari hasil yang telah dilakukan maka nilai %Recovery dapat dihitung sebagai berikut:

$$\%recovery = \frac{4,53}{4,55} \times 100\%$$

$$\%recovery = 99,56\%$$

Selanjutnya dikalikan dengan faktor koreksi sebesar 0,91 sehingga didapatkan hasil akhir sebagai berikut:

$$\%recovery = 99,56\% \times 0,91$$

$$\%recovery = 90,67\%$$

Untuk data perhitungan pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$  secara keseluruhan dapat dilihat pada tabel E.1 berikut:

Tabel E.1 Data Konsentrasi  $\text{Fe}^{2+}$  dan %Recovery Kadar Besi dengan pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$  Metode Spektrofotometri Uv-Vis

Konsentrasi $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$	Absorbansi $\text{Fe}^{2+}$	$[\text{Fe}^{3+}]$ awal (ppm)	$[\text{Fe}^{2+}]$ terukur (ppm)	%recovery
5	0,4650	4,55	2,76	55,19
6	0,5245	4,55	3,22	64,43
7	0,5670	4,55	3,55	71,02
8	0,6935	4,55	4,53	90,67
9	0,5960	4,55	3,78	75,53

10	0,5820	4,55	3,67	73,35
11	0,5625	4,55	3,52	70,33

## E.2. Penentuan Kadar Besi dan Ketepatan (Akurasi) dengan Pereduksi Natrium Borohidrida ( $\text{NaBH}_4$ )

Kadar besi diperoleh dari pengolahan data absorbansi hasil penelitian. Kemudian disubstitusikan ke persamaan kurva kalibrasi  $\text{NaBH}_4$  dimana  $y$  adalah absorbansi dan  $x$  adalah konsentrasi. Dimana diketahui bahwa nilai  $y = 0,0703x + 0,042$

$$y = 0,0703x + 0,042$$

$$y - 0,042 = 0,0703x$$

$$x = \frac{y - 0,042}{0,0703}$$

Misalkan perhitungan pada pereduksi  $\text{NaBH}_4$  pada konsentrasi 150 ppm dengan absorbansi ( $y$ ) = 0,4045

$$x = \frac{y - 0,042}{0,0703}$$

$$x = \frac{0,3835 - 0,042}{0,0703}$$

$$x = \frac{0,3415}{0,0703}$$

$$x = 4,86 \text{ ppm}$$

Keakuratan penggunaan suatu metode dapat ditentukan dari nilai persen *recovery* yang diperoleh. Perhitungan *%recovery* dilakukan sebagai berikut:

$$\%recovery = \frac{\text{konsentrasi Fe}^{2+} \text{ terukur}}{\text{konsentrasi Fe}} \times 100\%$$

Konsentrasi  $\text{Fe}^{2+}$  terukur dapat diperoleh dari persamaan garis kurva kalibrasi pada perhitungan sebelumnya. Konsentrasi Fe awal (mula-mula) adalah 5 ppm, akan tetapi Fe yang dipakai dalam percobaan ini terbuat dari  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  yang bersifat higroskopis. Maka dari itu dilakukan pengukuran menggunakan instrumen AAS untuk mendapatkan konsentrasi murni dari Fe 5 ppm. Dari hasil AAS yang dilakukan didapatkan Fe awal (mula-mula) sebesar 4,55 ppm. Kemudian didapat pula faktor koreksi sebesar 0,91.

Dari hasil yang telah dilakukan maka nilai %Recovery dapat dihitung sebagai berikut:

$$\%recovery = \frac{4,86}{4,55} \times 100\%$$

$$\%recovery = 106,81\%$$

Selanjutnya dikalikan dengan faktor koreksi sebesar 0,91 sehingga didapatkan hasil akhir sebagai berikut:

$$\%recovery = 106,81\% \times 0,91$$

$$\%recovery = 97,16\%$$

Untuk data perhitungan pereduksi  $\text{NaBH}_4$  secara keseluruhan dapat dilihat pada tabel E.2 berikut:

Tabel E.2 Data Konsentrasi  $\text{Fe}^{2+}$  dan %recovery Kadar Besi dengan pereduksi  $\text{NaBH}_4$  Metode Spektrofotometri Uv-Vis

Konsentrasi $\text{NaBH}_4$	Absorbansi $\text{Fe}^{2+}$	$[\text{Fe}^{3+}]$ awal (ppm)	$[\text{Fe}^{2+}]$ terukur (ppm)	%recovery
120	0,3135	4,55	3,86	77,24
135	0,3505	4,55	4,39	87,77
150	0,4045	4,55	4,86	97,16
165	0,3675	4,55	4,46	89,19
180	0,3235	4,55	4,00	80,09

195	0,2715	4,55	3,26	65,29
210	0,2345	4,55	2,74	54,77

**LAMPIRAN F**  
**TABEL NILAI KRITIK SEBARAN t**

Nilai t untuk batas kepercayaan	90%	95%	98%	99%
Nilai  t  untuk nilai P	0,1	0,05	0,02	0,01
Banyaknya nilai a				
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, 2010)

***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***

## BIODATA PENULIS



Penulis bernama Annisa Rahmayanti. Dilahirkan di Surabaya pada tanggal 5 September 1996. Penulis merupakan anak pertama dari tiga bersaudara. Penulis pernah menempuh pendidikan di SD Muhammadiyah 4 Pucang Surabaya (2003-2009), SMP Negeri 19 Surabaya (2009-2012) dan SMA Negeri 2 Surabaya (2012-2015). Penulis melanjutkan pendidikan tinggi di Departemen Kimia Fakultas Sains Institut Teknologi sepuluh Nopember (ITS) Surabaya melalui jalur Mandiri pada tahun 2015 dan terdaftar dengan Nomor Registrasi Pokok (NRP) 01211540000113. Selama menempuh pendidikan di ITS, penulis aktif berorganisasi, diantaranya Himpunan Mahasiswa Kimia (HIMKA) ITS periode 2016/2017 sebagai staff pelatihan departemen Pengembangan Sumber Daya Mahasiswa (PSDM). Selain mengikuti kegiatan organisasi, penulis juga aktif mengikuti kepanitiaan acara di ITS seperti Chemistry Week, event fakultas (GEMPA), IFC, Gerigi ITS dan ITS Expo. Penulis juga aktif mengikuti beberapa pelatihan seperti LKMM Pra-TD FMIPA ITS 2015, LKMM TD HIMKA-ITS 2016, Pelatihan Elemen Pengader ITS, dan Pelatihan ISO 9001:2015, ISO 45001:2018, ISO 17025:2017. Penulis pernah melakukan kerja praktik di Laboratorium PDAM Ngagel Surabaya selama 1 bulan 2 minggu. Selama kerja praktik penulis ditempatkan di Laboratorium uji kimia dan uji mikrobiologi. Penulis menyelesaikan program sarjana dengan mengambil skripsi di bidang Kimia Analit yang berjudul “Pengembangan Metode Analisis Besi Melalui Optimasi Kemampuan Agen Pereduksi  $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$  dan  $\text{NaBH}_4$  dalam Mereduksi Besi(III) Menjadi Besi(II)” dibawah bimbingan Bapak Drs. R. Djarot Sugiarto, K.S., M.S. Penulis dapat dihubungi melalui email [annisarahmayanti596@gmail.com](mailto:annisarahmayanti596@gmail.com).