



SKRIPSI

**PENGEMBANGAN METODE ANALISIS BESI
MELALUI OPTIMASI KEMAMPUAN AGEN
PEREDUKSI $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ DAN $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ UNTUK
MENGUBAH BESI (III) MENJADI BESI (II)**

**AISYA RATRI FATIKA
NRP.01211540000118**

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

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



SCRIPT

**IRON ANALYSIS BY OPTIMIZING THE ABILITY
OF REDUCING AGENT $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ AND $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ TO
REDUCE IRON (III) BECOME IRON (II)**

**AISYA RATRI FATIKA
NRP.0121154000118**

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

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

**PENGEMBANGAN METODE ANALISIS BESI MELALUI
OPTIMASI KEMAMPUAN AGEN PEREDUKSI $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
DAN $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ UNTUK MENGUBAH BESI (III) MENJADI
BESI (II)**

SKRIPSI

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

Oleh:

AISYA RATRI FATIKA
NRP. 01211540000118

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

**LEMBAR PENGESAHAN
PENGEMBANGAN METODE ANALISIS BESI MELALUI
OPTIMASI KEMAMPUAN AGEN PEREDUKSI $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
DAN $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ UNTUK MENGUBAH BESI (III) MENJADI
BESI (II)**

SKRIPSI


Oleh:

AISYA RATRI FATIKA

NRP. 012 1 15 4000 0118

Surabaya, 08 Juli 2019

Dosen Pembimbing,



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

NIP. 19650419 199803 1 001

Mengetahui,
Kepala Departemen Kimia



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

PENGEMBANGAN METODE ANALISIS BESI MELALUI OPTIMASI KEMAMPUAN AGEN PEREDUKSI $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ DAN $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ UNTUK MENGUBAH BESI (III) MENJADI BESI (II)

Nama : Aisya Ratri Fatika
NRP : 0121154000118
Departemen : Kimia
Pembimbing : Drs. R. Djarot Sugiarso K.S.,M.S.

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui aktivitas optimum pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ dalam mereduksi Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} yang meliputi pH, waktu dan konsentrasi. Penentuan kadar besi total dilakukan dengan Spektrofotometer UV-VIS. Panjang gelombang maksimum Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ diperoleh sebesar 510 nm. Optimasi pH buffer kondisi asam untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ diperoleh pada pH 4,5. Selanjutnya optimasi waktu pendiaman untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ diperoleh pada waktu 15 menit dan optimasi waktu pendiaman untuk pereduksi $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ diperoleh pada waktu 45 menit. Konsentrasi optimum untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ diperoleh sebesar 11 ppm dan 90 ppm untuk mereduksi 5 ppm larutan Fe^{3+} . Tingkat akurasi suatu metode dapat dilihat dari %perolehan kembali atau persen . %perolehan kembali dari pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ secara berturut-turut sebesar 86,02% dan 126,47% pada saat kondisi pH buffer asetat optimum, waktu pembentukan kompleks optimum, dan konsentrasi pereduksi optimum.

Kata Kunci: Besi, Fe(II)-Fenantrolin, Spektrofotometer UV-Vis, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$

IRON ANALYSIS BY OPTIMIZING THE ABILITY OF REDUCING AGENT $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ AND $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ TO REDUCE IRON (III) BECOME IRON (II)

Name : Aisya Ratri Fatika
NRP : 0121154000118
Department : Chemistry
Advisor Lecturer 1 : Drs. R. Djarot Sugiarso K.S.,M.S.

ABSTRACT

This research aims to determine the optimum process of reducing agent $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ and $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ which includes pH, time and concentration to reduce Fe^{3+} . Determination of total iron in solution was carried out using UV-VIS Spectrophotometer. The maximum wavelength of Fe(II)-Phenantroline with $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ and $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ reductor were obtained at 510 nm. Optimization of buffer pH in acidic conditions was pH 4,5 for $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ and $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$. The optimum reaction time of complex formation was 15 minutes for $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ and 45 minutes for $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$. Determination of optimum concentration was 11 ppm for $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ and 90 ppm for $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ to reduce 5 ppm of Fe^{3+} . The accuracy level of the method can be seen from % Recovery. % Recovery from $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ and $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ were 86,02% and 126,47% at optimum pH, time of complex formation and optimum concentration for reductor.

Keyword : Iron, Phenantrolin, UV-VIS Spectrophotometer,
 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$

KATA PENGANTAR

Alhamdulillahirabbil'alamin, puji syukur atas limpahan rahmat Allah SWT sehingga naskah yang berjudul **“PENGEMBANGAN METODE ANALISIS BESI MELALUI OPTIMASI KEMAMPUAN AGEN PEREDUKSI $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ DAN $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ UNTUK MEREDUKSI BESI (III) MENJADI BESI (II) ”** dapat diselesaikan. Tulisan ini terwujud dengan baik atas bantuan dan dukungan dari semua pihak. Untuk itu penulis menyampaikan terimakasih kepada :

1. Drs. R. Djarot Sugiarso, K.S., M.S., selaku dosen pembimbing yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan selama proses penyusunan tugas akhir ini.
2. Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc., Kepala Departemen Kimia atas fasilitas yang telah diberikan hingga tugas akhir ini dapat terselesaikan.
3. Dr. Yuly Kusumawati, S.Si., M.Si. selaku dosen wali yang telah memberikandukungan dan bimbingan selama ini
4. Ayah, Ibu dan Adik yang selalu memberi dukungan dan doa yang tiada henti.
5. Mas Faris Hadyan, S.Akt. yang selalu memberi semangat dalam keadaan apapun serta tak pernah lupa mengingatkan makan sehingga penulis semakin gendut.
6. Gilbert, Anin, Fitri, Viklol, Bagus, Nanda dan Riki yang telah mendukung dan memberi semangat.
7. Teman-teman Laboratorium ISA dan angkatan Goldschmidt yang sudah membantu selama ini.

Penulis menyadari bahwa masih terdapat kekurangan dalam penyusunan naskah ini. Semoga naskah ini memberikan manfaat terutama bagi pihak-pihak yang menekuni bidang terkait dengan yang penulis kerjakan.

Surabaya, 08 Juli 2019

Penulis

DAFTAR ISI

KATA PENGANTAR.....	iv
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan	3
1.4 Manfaat	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Tinjauan Umum tentang Besi.....	5
2.2 Tinjauan Umum tentang Natrium Tiosulfat	6
2.3 Tinjauan Umum tentang Fenilhidrazin	7
2.4 Orto Fenantrolin	8
2.5 Tinjauan Umum tentang Senyawa Kompleks	9
2.6 Senyawa Kompleks Fe(II)-Fenantrolin.....	10
2.7 Larutan Buffer	12
2.8 Tinjauan Umum tentang Spektrofotometri UV-Vis.....	13
2.9 Tinjauan Umum tentang Validasi Metode Analisis	14
2.9.1 Linearitas	15
2.9.2 Akurasi.....	15
2.9.3 Presisi.....	16
BAB III METODOLOGI	17
3.1 Alat dan Bahan	17
3.1.1 Alat	17
3.1.2 Bahan	17
3.2 Prosedur Penelitian.....	17
3.2.1 Pembuatan Larutan Standar Fe (III) 100 ppm	17
3.2.2 Pembuatan Larutan Na ₂ S ₂ O ₃ 100 ppm.....	17

3.2.3 Pembuatan Larutan $C_6H_8N_2$ 1000 ppm	17
3.2.4 Pembuatan Larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm.....	18
3.2.5 Pembuatan Larutan Buffer Asetat	18
3.2.6 Pembuatan Larutan Blanko.....	18
3.2.7 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum	18
3.2.8 Penentuan pH Optimum Larutan Buffer Asetat	18
3.2.9 Penentuan Konsentrasi Optimum Pereduksi.....	19
3.2.10 Penentuan Waktu Optimum Pereduksi.....	19
3.2.11 Penentuan Kurva Kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin.....	20
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	21
4.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Fe(II)-Fenantrolin	21
4.2 Penentuan pH Optimum Buffer Asetat.....	24
4.3 Penentuan Waktu Optimum Pembentukan Kompleks Fe(II)-Fenantrolin.....	28
4.4 Penentuan Konsentrasi Optimum Pembentukan Kompleks Fe(II)-Fenantrolin.....	32
4.5 Penentuan Kurva kalibrasi Pembentukan Kompleks Fe(II)- Fenantrolin	37
BAB V KESIMPULAN	43
DAFTAR PUSTAKA.....	45

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1 Besi.....	5
Gambar 2. 2 Struktur Natrium Tiosulfat.....	7
Gambar 2. 3 Struktur Fenilhidrazin	7
Gambar 2. 4 Struktur 1,10-Fenantrolin.....	9
Gambar 2.5 Hibridisasi Pembentukan Senyawa Kompleks Fe(II)- Fenantrolin	11
Gambar 2.6 Struktur Kimia Senyawa Kompleks Fe(II) Fenantrolin	12
Gambar 4.1 Kurva Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	22
Gambar 4.2 Kurva Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$	23
Gambar 4.3 Kurva pH Optimum Buffer Asetat dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	25
Gambar 4.4 Perubahan Warna Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	25
Gambar 4.5 Kurva pH Optimum Buffer Asetat dengan Pereduksi $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$	27
Gambar 4.6 Perubahan Warna Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan Pereduksi $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$	27
Gambar 4.7 Kurva Waktu Optimum Pembentukan Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	29
Gambar 4.8 Perubahan Warna Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	30
Gambar 4.9 Kurva Waktu Optimum Pembentukan Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$	31
Gambar 4.10 Perubahan Warna Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$	31
Gambar 4.11 Kurva Konsentrasi Optimum Kompleks Fe(II)- Fenantrolin dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	33
Gambar 4.12 Perubahan Warna Kompleks Kompleks Fe(II)- Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	34

Gambar 4.13 Perubahan Warna Kompleks Kompleks Fe(II)- Fenantrolin dengan Pereduksi $C_6H_8N_2$	35
Gambar 4.14 Perubahan Warna Kompleks Kompleks Fe(II)- Fenantrolin dengan Pereduksi $C_6H_8N_2$	36

DAFTAR TABEL

Tabel 2. 1 Panjang Gelombang dan Warna Komplementer	14
Tabel 4. 1 Data Absorbansi Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi Na ₂ S ₂ O ₃	37
Tabel 4. 2 Data Absorbansi Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi C ₆ H ₈ N ₂	39
Tabel 4. 3 Data persen dengan pereduksi Na ₂ S ₂ O ₃	40
Tabel 4. 4 Data persen dengan pereduksi C ₆ H ₈ N ₂	41
Tabel B. 1 Tabel volume Na ₂ S ₂ O ₃ yang diambil.....	62
Tabel C.1 Perhitungan Persamaan Regresi Linier Kurva Kalibrasi dengan Pereduksi Na ₂ S ₂ O ₃	65
Tabel C. 2 Perhitungan Persamaan Regresi Linier Kurva Kalibrasi dengan Pereduksi C ₆ H ₈ N ₂	66
Tabel C. 3 Data Perhitungan Koefisien Korelasi Kurva Kalibrasi dengan Pereduksi Na ₂ S ₂ O ₃	67
Tabel C. 4 Data Perhitungan Koefisien Korelasi Kurva Kalibrasi dengan Pereduksi C ₆ H ₈ N ₂	68
Tabel D. 1 Perhitungan Buffer Asetat pH 4,5	71
Tabel D.2 Data Penentuan pH Optimum Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi Na ₂ S ₂ O ₃	72
Tabel D.3 Perhitungan pada Waktu Pendiaman 15 menit.....	73
Tabel D.4 Data Penentuan Waktu Optimum Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi Na ₂ S ₂ O ₃	74
Tabel D. 5 Perhitungan pada Waktu Pendiaman 15 menit.....	74
Tabel D. 6 Data Penentuan Konsentrasi Optimum Fe(II)- Fenantrolin dengan Pereduksi Na ₂ S ₂ O ₃	75
Tabel D. 7 Perhitungan Buffer Asetat pH 4,5	76
Tabel D. 8 Data Penentuan pH Optimum Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi C ₆ H ₈ N ₂	77
Tabel D. 9 Perhitungan pada Waktu Pendiaman 15 menit.....	77
Tabel D. 10 Data Penentuan Waktu Optimum Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi C ₆ H ₈ N ₂	79
Tabel D. 11 Perhitungan pada Waktu Pendiaman 15 menit.....	79
Tabel D. 12 Data Penentuan Konsentrasi Optimum Fe(II)- Fenantrolin dengan Pereduksi C ₆ H ₈ N ₂	81

Tabel E. 1 Data perhitungan % terhadap kurva kalibrasi Fe(II)- Fenantrolin dengan pereduksi Na ₂ S ₂ O ₃	82
Tabel E. 2 Data perhitungan % terhadap kurva kalibrasi Fe(II)- Fenantrolin dengan pereduksi C ₆ H ₈ N ₂	83

DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN A SKEMA KERJA.....	51
LAMPIRAN B PERHITUNGAN PEMBUATAN LARUTAN	61
LAMPIRAN C PERHITUNGAN LINEARITAS.....	65
LAMPIRAN D PERHITUNGAN PRESISI	71
LAMPIRAN E PERHITUNGAN PERSEN	82

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Keberadaan besi dalam jumlah besar di alam banyak dimanfaatkan dalam pembuatan baja dan bidang farmasi karena pengolahan besi sederhana, mudah dimodifikasi dan ekonomis (Canham dan Overtone, 2003). Penentuan besi sangat penting untuk perlindungan lingkungan, proses kimia dan studi kesehatan masyarakat. Penentuan kadar besi dengan menggunakan spektrofotometri UV-Vis telah banyak dilakukan karena prosesnya cepat, mudah dan memiliki akurasi yang baik (Shyla, dkk. 2012). Salah satu syarat analisis dengan spektrofotometri UV-Vis yaitu larutan uji harus berwarna sehingga besi direduksi dahulu kemudian dikomplekskan dengan pengompleks besi untuk membentuk suatu warna yang spesifik (Vogel, 1985). Senyawa-senyawa yang dapat digunakan untuk mereduksi antara lain hidrosilamin klorida, natrium tiosulfat dan asam askorbat (Othmer, 1978). Pada penelitian ini pengompleks yang digunakan adalah 1,10-fenantrolin, karena reagen 1,10-fenantrolin dapat membentuk kompleks dengan warna yang stabil (Malik, 1997). Secara umum fenantrolin dapat digunakan sebagai pengompleks besi tanpa menggunakan zat pengadsorpsi dan tidak membutuhkan waktu yang lama (Malik, 2000).

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan Dianararum (2013), reagen pereduksi yang baik digunakan untuk mereduksi Besi (III) menjadi Besi (II) adalah natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) karena merupakan pereduksi kuat untuk senyawa besi dan bahannya mudah didapat. Pada penelitian sebelumnya, besi direduksi dengan hidrosilamin hidroklorida namun reagen tersebut memiliki beberapa kekurangan, seperti dalam penggunaannya dibutuhkan konsentrasi yang besar dan memerlukan perlakuan khusus yakni setelah dibuat harus langsung digunakan saat itu juga, sehingga dibutuhkan alternatif pereduksi besi dengan kemampuan yang lebih baik (Amin dan Gouda, 2008). Seperti pada penelitian yang dilakukan Rahayu

(2007) yang menggunakan hidrosilamin hidroklorida sebagai pereduksi besi namun memiliki kelemahan yaitu harus langsung digunakan dan dibutuhkan pemanasan sebelum pengompleksan. Penelitian yang dilakukan Hapsoro (2012) dengan menggunakan pereduksi natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) dan kalium oksalat ($\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$) untuk mereduksi Fe(III) menjadi Fe(II). Penelitian ini diketahui bahwa natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) memiliki kemampuan lebih baik dalam mereduksi besi sebesar 77,95% dibandingkan dengan kalium oksalat ($\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$) yaitu sebesar 72,77%. Penelitian yang dilakukan Firdausi (2011) menggunakan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$ untuk analisis besi dalam multivitamin menunjukkan keakuratan yang kurang baik, dilihat dari nilai % perolehan kembali $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$ pada larutan Fe standar 100 ppm, yaitu 66,8% sedangkan pada pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ menunjukkan keakuratan yang baik, dengan % perolehan kembali sebesar 103,6%. Berdasarkan penelitian-penelitian tersebut dan kemudahan dalam memperoleh $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ maka pada penelitian ini digunakan natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) sebagai pereduksi besi. Analisis kandungan besi dalam sampel menggunakan spektrofotometri UV-Vis dalam penelitian ini dilakukan dengan mengkomplekskan besi dengan 1,10-fenantrolin. Tetapi sebelum dikomplekskan dengan 1,10-fenantrolin, besi direduksi terlebih dahulu untuk mengubah Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} dengan menggunakan natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$). Pembentukan kompleks besi dengan 1,10-fenantrolin akan menghasilkan warna merah jingga dan stabil karena adanya kation kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$. Pembentukan kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dipengaruhi oleh pH larutan dan adanya logam lain. Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ berada pada panjang gelombang 500-600 nm dan stabil pada kisaran pH 2-9 (Lazic, dkk. 2010). Pemilihan pereduksi $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ karena fenilhidrazin sangat sensitif untuk teroksidasi dan fenilhidrazin dapat mereduksi Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} (Al-Subu, dkk. 1990). Pereduksi Fenilhidrazin ($\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$) ini belum pernah ditentukan aktivitas optimumnya baik pH, waktu, maupun konsentrasi, sehingga dalam tugas akhir ini dilakukan analisa untuk

mengetahui aktivitas optimum pereduksi natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) dibandingkan dengan Fenilhidrazin ($\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$).

1.2 Rumusan Masalah

Permasalahan dalam penelitian ini adalah untuk mengetahui kondisi optimum agen pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, dan $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ untuk mengubah Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} , dengan menentukan pH optimum, waktu optimum, dan konsentrasi optimum pada analisa kadar total besi yang dianalisis dengan metode spektrofotometri UV-Vis.

1.3 Tujuan

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui perbandingan optimasi kemampuan agen pereduksi yaitu natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) dan Fenilhidrazin ($\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$) yang meliputi pH, waktu, dan konsentrasi pada analisa kadar total besi yang dianalisis dengan metode spektrofotometri UV-Vis.

1.4 Manfaat

Manfaat dari penelitian ini adalah untuk mengetahui aktivitas pereduksi natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) dan Fenilhidrazin ($\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$) dalam mereduksi Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} pada analisa kadar total besi yang dianalisis dengan metode spektrofotometri UV-Vis.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Tinjauan Umum tentang Besi

Besi (Fe) adalah logam yang berwarna putih keperakan. Keberadaan besi pada kerak bumi menempati posisi keempat terbesar. Besi termasuk ke dalam golongan VIII B memiliki nomor atom 26, berat molekul sebesar 55,847 g/mol. Besi (Fe) adalah logam yang dihasilkan dari bijih besi yang banyak digunakan untuk kehidupan sehari-hari. Besi mempunyai kemampuan yang baik sebagai penghantar listrik, penghantar panas, dan dapat membentuk alloy dengan logam lain. Besi dapat dilelehkan dan diolah menjadi berbagai jenis baja (Patnaik, 2003). Mineral besi dapat dilihat seperti pada Gambar 2.1.



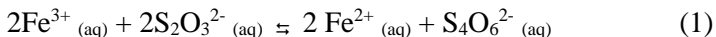
Gambar 2. 1 Besi

Besi sering dijumpai dalam bentuk bilangan oksidasi 2 dan 3 yaitu Fe^{2+} (Ferro) dan Fe^{3+} (Ferri) (Kirk dan Othmer, 1993). Hal ini tergantung kondisi pH dan oksigen terlarut dalam air. Besi terlarut dapat berbentuk senyawa tersuspensi, seperti $\text{Fe}(\text{OH})_3$, FeO , dan Fe_2O_3 . Konsentrasi besi terlarut yang masih diperbolehkan dalam air adalah 0,3 mg/L (Yuliana, 2009). Sumber besi di alam adalah *pyrite* (FeS_2), *hematite* (Fe_2O_3), *magnetite* (Fe_3O_4), terkadang besi juga terdapat sebagai senyawa *siderite* (FeCO_3) yang bersifat mudah larut dalam air (Cole, 1988). Besi sering dijumpai dalam bentuk bilangan oksidasi 2 dan 3 yaitu Fe^{2+} (Ferro) dan Fe^{3+} (Ferri) (Kirk dan Othmer, 1993). Senyawa

besi pada umumnya bersifat sukar larut dan cukup banyak terdapat di dalam tanah. Logam Fe merupakan logam yang keberadaannya dalam jumlah tertentu sangat dibutuhkan oleh organisme hidup, namun dalam jumlah berlebih dapat menimbulkan efek racun. Gangguan fisik yang ditimbulkan oleh adanya besi yang terlarut dalam air adalah timbulnya warna, bau, dan rasa. Air akan berasa tidak enak bila konsentrasi besi yang terlarut $> 1,0$ mg/L (Sutrisno, 2004). Senyawa besi dalam tubuh manusia berfungsi sebagai pembentuk sel-sel darah merah, dimana tubuh memerlukan $7 - 35$ mg/hari. Tetapi zat besi yang melebihi dosis yang diperlukan oleh tubuh dapat menimbulkan masalah kesehatan seperti dapat merusak dinding usus. Tingginya kandungan logam Fe akan berdampak terhadap kesehatan manusia diantaranya bisa menyebabkan keracunan (muntah), kerusakan usus, penuaan dini hingga kematian mendadak, radang sendi, cacat lahir, gusi berdarah, kanker, sirosis ginjal, sembelit, diabetes, diare, pusing, mudah lelah, hepatitis, hipertensi, insomnia (Parulian, 2009).

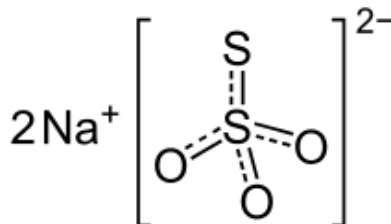
2.2 Tinjauan Umum tentang Natrium Tiosulfat

Natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) berbentuk padatan kristal berwarna putih. Natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) merupakan padatan yang bersifat larut dalam air namun tidak larut dalam etanol, dan biasanya dijumpai dalam bentuk pentahidrat, mempunyai berat molekul $248,19$ g/mol. Titik didih dalam keadaan pentahidrat yaitu >100 °C dan titik leleh dalam keadaan pentahidrat yaitu 48 °C. (MSDS,2013). Natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) dapat berfungsi sebagai pereduksi Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} dan termasuk pereduksi kuat. Senyawa ini dikenal pula dengan nama sodium hiposulfit (Parker, 1997). Reaksi reduksi yang terjadi antara besi (III) dengan natrium tiosulfat yakni :



Pada pH rendah, tiosulfat akan mengalami perubahan menjadi asam sulfit, namun kesalahan terhadap pH sangat kecil sehingga tidak mengubah tiosulfat menjadi asam sulfit hal ini dikarenakan reaksi pembentukannya sangat lambat. pH optimum

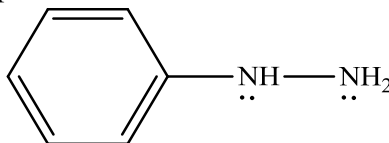
larutan ini adalah 9-10, sedangkan adanya bakteri yang memakan belerang akhirnya masuk ke dalam larutan itu dan proses metabolisme akan mengakibatkan pembentukan SO_3^{2-} , SO_4^{2-} dan belerang koloidal. Belerang ini akan menyebabkan kekeruhan sehingga larutan harus dibuang. Akibat pengaruh tersebut, larutan natrium tiosulfat ini tidak stabil dalam waktu lama (Sugiarso, 1999). Gambar 2.2 menunjukkan struktur kimia dari senyawa natrium tiosulfat.



Gambar 2. 2 Struktur Natrium Tiosulfat

2.3 Tinjauan Umum tentang Fenilhidrazin

Fenilhidrazin ($\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$) mempunyai berat molekul 108,14 g/mol, terdapat sebagai kristal kuning hingga coklat pucat atau sebagai cairan berminyak kekuningan, dengan massa jenis 1,1848 g/mL, titik beku $19,5^\circ\text{C}$ dan titik didih $243,5^\circ\text{C}$. larut dalam air (rentang nilai 145-837 g/L pada 24°C) dan dapat bercampur dengan aseton (Stephanie, 2015). Adapun struktur dari fenilhidrazin seperti Gambar 2.3 berikut ini:



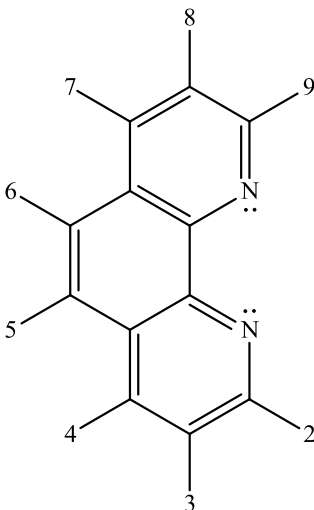
Gambar 2. 3 Struktur Fenilhidrazin

Fenilhidrazin menyerap dengan kuat sinar ultraviolet dalam rentang yang signifikan di lingkungan dan kemungkinan akan berubah warna jika terkena cahaya matahari, lambat terjadi penguraian warna dalam difusi siang hari tanpa adanya oksigen.

Adanya oksigen menyebabkan fenilhidrazin mengalami autooksidasi, reaksi dipercepat oleh cahaya dan panas, substansi akan menjadi coklat kemerahan pada udara terbuka sebagai hasil dari autooksidasi ini (WHO, 2000).

2.4 Orto Fenantrolin

Orto Fenantrolin mempunyai bentuk berupa serbuk berwarna putih, yang sering dijumpai dalam bentuk monohidratnya. Dalam keadaan monohidrat mempunyai berat molekul sebesar 198,22 g/mol dan titik leleh 93,5°C. (MSDS, 2013). Orto fenantrolin adalah senyawa kimia yang merupakan pengkhelat organik yang dapat membentuk senyawa kompleks stabil dan berwarna dengan kation besi. Ligan orto fenantrolin termasuk dalam ligan feroin. Ligan tersebut dapat membentuk warna senyawa kompleks dengan intensitas warna yang kuat dengan besi (II), sehingga kompleks yang terbentuk akan stabil (Moliner, 2001). Ion Fe^{2+} sebagai ion logam pusat memiliki konfigurasi $[\text{Ar}] 4s^2 3d^6$, dimana ketika berikatan dengan fenantrolin, terjadi penataan ulang pada orbital d atom pusat karena adanya dorongan kuat dari ligan fenantrolin (ligan kuat) (Sukardjo, 1992). Orto fenantrolin tergolong dalam salah satu ligan medan yang kuat, sehingga mengakibatkan elektron mengalami delokalisasi yang menyebabkan kompleks ligan menjadi stabil terutama dengan logam yang memiliki bilangan oksidasi rendah seperti Fe^{2+} . Senyawa 1,10-Fenantrolin mempunyai 2 buah atom nitrogen yang terletak sedemikian rupa dalam molekulnya sehingga kedua atom nitrogen dapat membentuk ikatan kovalen dengan ion besi (II) (Rivai, 1995). Besi (II) bereaksi dengan 1,10- fenantrolin membentuk kompleks merah jingga. Gambar 2.4 menunjukkan struktur dari senyawa 1,10-fenantrolin.



Gambar 2. 4 Struktur 1,10-Fenantrolin

Ligan 1,10 fenantrolin apabila disubstitusikan akan dapat membentuk kompleks ion besi (II) dan ion besi (II) sehingga dapat bertindak sebagai indikator dalam reaksi redoks (Day & A.L, 1999).

2.5 Tinjauan Umum tentang Senyawa Kompleks

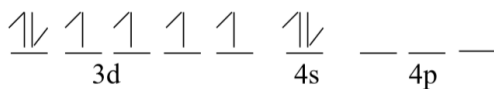
Senyawa kompleks merupakan senyawa yang tersusun atas atom pusat atau logam dengan ligan yang mengelilinginya membentuk molekul netral atau ion dengan ikatan kovalen koordinasi (Farianti, 2000). Senyawa kompleks terdiri dari suatu atom pusat dengan satu atau lebih ligan yang mengelilinginya yang menyumbangkan pasangan elektron bebasnya kepada atom pusat. Donasi pasangan elektron ligan kepada ion logam pusat menghasilkan ikatan kovalen koordinasi sehingga senyawa kompleks juga disebut senyawa koordinasi (Cotton dan Wilkinson, 1989). Atom pusat didefinisikan sebagai logam bermuatan positif, masih terdapat orbital d yang kosong, dan bertindak sebagai akseptor pasangan elektron. Sedangkan ligan didefinisikan sebagai molekul netral atau anion yang memiliki

sekurang-kurangnya satu pasang elektron bebas dan bertindak sebagai donor pasangan elektron (Jolly, 1991). Jumlah dari ligan yang terikat langsung oleh atom pusat disebut bilangan koordinasi. Senyawa kompleks memiliki bilangan koordinasi dan struktur bermacam-macam. Bilangan koordinasi dan ion logam dari senyawa kompleks dapat membentuk geometri. Geometri ion kompleks tergantung pada bilangan koordinasinya dengan struktur seperti linear, tetrahedral, segi empat planar, trigonal bipiramidal, dan oktahedral (Effendy, 2007). Kestabilan suatu kompleks merupakan faktor penting yang harus diperhatikan dalam pembentukan senyawa kompleks, karena banyak variabel yang berkaitan dengan atom logam pusat dan ligan disamping variabel yang muncul dari pelarut yang berbeda. Ada dua jenis kestabilan pada pembentukan senyawa kompleks yaitu kestabilan termodinamika dan kestabilan kinetika. Kestabilan termodinamika menyangkut energi ikatan antara logam dengan ligan, tetapan kestabilan dan beberapa tetapan termodinamika lainnya yang diturunkan dari kedua besaran tersebut. Kestabilan kinetika pada senyawa kompleks dalam larutan berhubungan dengan laju reaksi, mekanisme reaksi kimia serta besaran-besaran yang terlibat dalam pembentukan kompleks. Syarat terbentuknya senyawa kompleks adalah sebagai berikut :

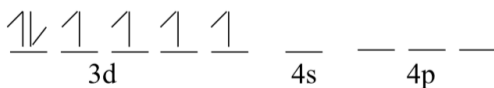
- a. Lebih mudah terbentuk jika ukuran atau jari-jari ion atas atom pusatnya kecil, namun memiliki muatan besar
- b. Ion tersebut mempunyai orbital kosong dengan tingkat energi yang kurang lebih sama (Arsyad, 2000).

2.6 Senyawa Kompleks Fe(II)-Fenantrolin

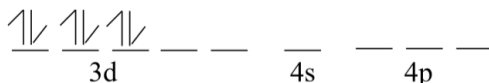
Analisis besi (II) dengan fenantrolin akan membentuk kompleks Fe(II)-fenantrolin tanpa bantuan zat pengadsorpsi. Kompleks Fe(II)-fenantrolin akan membentuk warna merah jingga, karena adanya ion $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$. Warna merah jingga akan stabil pada rentang pH 2-9 (Lazic, dkk. 2010). Konfigurasi dan hibridisasi dari pembentukan kompleks Fe(II)-fenantrolin yaitu:



Keadaan dasar :



Eksitasi :



Kompleks Fe(II)-Fenantrolin :



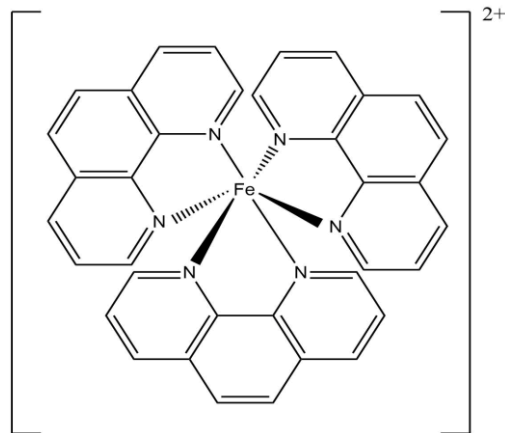
Keterangan

$\uparrow\downarrow$ = Pasangan elektron dari ion Fe^{2+}

•• = Pasangan elektron bebas dari ligan 1,10-Fenantrolin

Gambar 2.5 Hibridisasi Pembentukan Senyawa Kompleks Fe(II)-Fenantrolin

Konfigurasi di atas membentuk kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan hibridisasi d^2sp^3 yang bentuk geometrinya yaitu oktahedral. Tiga molekul 1,10-fenantrolin dapat bersenyawa dengan satu ion besi $\text{Fe}(\text{II})$ sehingga terbentuk senyawa kompleks seperti pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6 Struktur Kimia Senyawa Kompleks Fe(II)-Fenantrolin

2.7 Larutan Buffer

Larutan penyangga atau larutan buffer atau merupakan larutan yang dapat mempertahankan nilai pH pada penambahan sedikit asam, basa, dan pengenceran. Larutan buffer terbentuk dari asam lemah dengan garamnya atau basa lemah dengan garamnya (Skoog, 2002). Pada larutan buffer, apabila diperlukan suasana asam (pH 0-2) maupun suasana basa (pH 12-14) maka perlu dilakukan penambahan asam maupun basa yang sesuai dengan kebutuhan. Apabila pH suatu larutan harus dipertahankan antara pH 2-12 maka tidak perlu dilakukan penambahan asam maupun basa melainkan penambahan larutan penyangga (larutan buffer) (Oxtoby, dkk. 2001). Larutan buffer dapat dibuat dengan berbagai cara. Larutan buffer asam dapat dibuat dengan cara mencampurkan larutan asam lemah dengan larutan basa konjugasi secara langsung, atau dengan mencampurkan sejumlah larutan basa kuat yang di campur dengan asam lemah berlebih

2.8 Tinjauan Umum tentang Spektrofotometri UV-Vis

Spektrofotometri Sinar Tampak (UV-Vis) adalah pengukuran energi cahaya oleh suatu sistem kimia pada panjang gelombang tertentu (Day, 2002). Sinar ultraviolet (UV) mempunyai panjang gelombang antara 200-350 nm, dan sinar tampak (visible) mempunyai panjang gelombang 350-700 nm. Spektrofotometri digunakan untuk mengukur besarnya energi yang diabsorpsi atau diteruskan. Sinar radiasi monokromatik akan melewati larutan yang mengandung zat yang dapat menyerap sinar radiasi tersebut (Harmita, 2006).

Pengukuran spektrofotometri menggunakan alat spektrofotometer yang melibatkan energi elektronik yang cukup besar pada molekul yang dianalisis, sehingga spektrofotometer UV-Vis lebih banyak dipakai untuk analisis kuantitatif dibandingkan kualitatif. Spektrum UV-Vis sangat berguna untuk pengukuran secara kuantitatif. Konsentrasi dari analit di dalam larutan bisa ditentukan dengan mengukur absorbansi pada panjang gelombang tertentu dengan menggunakan hukum Lambert-Beer (Rohman, 2007). Hukum Lambert menyatakan intensitas sinar radiasi monokromatis paralel berkurang secara eksponensial saat melewati media dengan ketebalan yang homogen. Sedangkan menurut hukum Beer menyatakan bahwa intensitas sinar radiasi monokromatis paralel berkurang secara eksponensial dengan jumlah molekul yang diserap, dengan kata lain absorbansi sebanding dengan konsentrasi. Sehingga kombinasi dari kedua hukum tersebut menghasilkan hukum Lambert Beer (Skoog, et al., 2007). Hukum Lambert Beer menyatakan jumlah radiasi cahaya tampak (ultraviolet) yang diserap atau ditransmisikan oleh suatu larutan merupakan suatu fungsi eksponen dari konsentrasi zat dan tebal larutan. Dengan demikian, spektrofotometer UV-Vis dapat digunakan untuk menentukan konsentrasi yang terserap dalam larutan dimana panjang gelombang dan warna komplementer pada UV-Vis dapat ditunjukkan pada Tabel 2.1.

Tabel 2. 1 Panjang Gelombang dan Warna Komplementer

Panjang Gelombang	Warna yang diserap	Warna komplementer
380-435	Ungu	Hijau kekuningan
435-480	Biru	Kuning
480-490	Biru kehijauan	Jingga
490-500	Hijau kebiruan	Merah
500-560	Hijau	Ungu kemerahan
560-595	Hijau kekuningan	Ungu
595-650	Jingga	Biru kehijauan
650-780	Merah	Hijau Kebiruan

(Skoog, 1996)

Prinsip kerja spektrofotometri UV-Vis adalah Cahaya yang berasal dari lampu deuterium maupun wolfram yang bersifat polikromatis di teruskan melalui lensa menuju ke monokromator pada spektrofotometer dan filter cahaya pada fotometer. Monokromator kemudian akan mengubah cahaya polikromatis menjadi cahaya monokromatis (tunggal). Berkas-berkas cahaya dengan panjang tertentu kemudian akan dilewatkan pada sampel yang mengandung suatu zat dalam konsentrasi tertentu. Oleh karena itu, terdapat cahaya yang diserap (diabsorpsi) dan ada pula yang dilewatkan. Cahaya yang dilewatkan ini kemudian di terima oleh detector. Detektor kemudian akan menghitung cahaya yang diterima dan mengetahui cahaya yang diserap oleh sampel. Cahaya yang diserap sebanding dengan konsentrasi zat yang terkandung dalam sampel sehingga akan diketahui konsentrasi zat dalam sampel secara kuantitatif (Triyati, 1985).

2.9 Tinjauan Umum tentang Validasi Metode Analisis

Validasi metode analisis adalah suatu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu berdasarkan percobaan dari laboratorium, untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk penggunaannya (Harmita, 2004).

Parameter yang dipertimbangkan dalam validasi metode analisis yaitu:

2.9.1 Linearitas

Linearitas adalah kemampuan metode analisis yang memberikan respon yang secara langsung atau dengan bantuan transformasi matematik yang baik, proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel (Harmita, 2004). Linearitas biasanya dinyatakan dalam istilah variansi sekitar arah garis regresi yang dihitung berdasarkan persamaan matematik data yang diperoleh dari hasil uji analit dalam sampel dengan berbagai konsentrasi analit. Sebagai parameter dengan adanya hubungan yang linier digunakan *koefisien korelasi* (r) pada analisis regresi linear dengan persamaan $y=bx+a$. Hubungan linear yang ideal dicapai jika nilai $a = 0$ dan $r = +1$ atau -1 tergantung pada arah garis. Nilai b menunjukkan kepekaan analisis terutama instrumen yang digunakan (Harmita, 2004). Koefisien korelasi ini berfungsi untuk menaksir seberapa baik kumpulan titik percobaan yang sesuai dengan garis lurus. Berikut merupakan rumus dari koefisien korelasi sebagai berikut :

$$r = \frac{\Sigma(x-\bar{x})(y-\bar{y})}{\sqrt{\Sigma(x-\bar{x})^2\Sigma(y-\bar{y})^2}} \quad (5)$$

Nilai r hitung yang dibandingkan dengan r tabel pada taraf kepercayaan dan derajat kebebasan tertentu yang menunjukkan r hitung $>$ r tabel dapat dikatakan linearitasnya baik, dan dapat digunakan untuk perhitungan.

2.9.2 Akurasi

Akurasi adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit sebenarnya. Kecermatan dinyatakan sebagai persen (*recovery*) analit yang ditambahkan. Kecermatan hasil analisis sangat tergantung kepada sebaran galat sistematis didalam keseluruhan tahapan analisis. Oleh karena itu untuk mencapai kecermatan yang tinggi hanya dapat dilakukan dengan cara mengurangi galat sistematis tersebut

seperti menggunakan peralatan yang telah dikalibrasi, menggunakan pelarut yang baik, pengontrolan suhu, dan pelaksanaan yang tepat sesuai prosedur (Harmita, 2004). Akurasi dapat dihitung dengan menggunakan persamaan:

$$\% \text{Recovery} = \frac{C_x}{C_s} \times 100\% \quad (6)$$

Keterangan :

C_x = konsentrasi logam yang ditentukan dalam cuplikan

C_s = konsentrasi larutan standar logam yang ditambahkan pada cuplikan

(Mulya, 1998)

2.9.3 Presisi

Presisi dapat dinyatakan sebagai keterulangan (*repeatability*) atau ketertiruan (*reproducibility*). Presisi dapat dievaluasi dengan menentukan standar deviasi relatif tiap konsentrasi (Rohman A, 2009). Untuk menentukan ketepatan suatu data dapat digunakan standar deviasi (SD), *Relative Standard Deviation* (RSD). Berikut persamaan dengan menggunakan SD yakni sebagai berikut :

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad (7)$$

$$RSD = \frac{s}{\bar{x}} \times 1000 \text{ ppt} \quad (8)$$

$$CV = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \% \quad (9)$$

BAB III METODOLOGI

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini antara lain gelas beaker, gelas ukur, erlenmeyer, neraca analitik, pipet ukur, propipet, kaca arloji, corong, termometer, pH meter digital, spatula, hotplate, botol semprot, kuvet, spektrofotometer UV-Vis.

3.1.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain besi (III) klorida heksahidrat ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) (*Merck*), 1,10-Fenantroline monohidrat ($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2$) (*Merck*), Natrium Tiosulfat Pentahidrat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), Fenilhidrazin ($\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$), Natrium Asetat (CH_3COONa) (*Merck*), Asam asetat glasial (CH_3COOH) (*Merck*), Aseton (CH_3COCH_3) (*SPAM Chemical*) dan Aqua DM.

3.2 Prosedur Penelitian

3.2.1 Pembuatan Larutan Standar Fe (III) 100 ppm

Larutan standar Fe^{3+} dibuat dengan cara melarutkan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 0,0484 gram dalam gelas kimia yang berisi aqua DM. Larutan tersebut kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Kemudian diencerkan dengan menambahkan aqua DM hingga tanda batas.

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

Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dibuat dengan melarutkan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 0,0157 gram dalam gelas kimia yang berisi aqua DM. Larutan tersebut kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Kemudian diencerkan dengan menambahkan aqua DM hingga tanda batas.

3.2.3 Pembuatan Larutan $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ 1000 ppm

Larutan $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ dibuat dengan melarutkan $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ sebanyak 102 μL dalam labu ukur 100 mL yang berisi aqua DM. Kemudian diencerkan dengan menambahkan aqua DM hingga tanda batas.

3.2.4 Pembuatan Larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm

Larutan 1,10-Fenantrolin ($C_{12}H_8N_2$) dibuat dengan melarutkan 0,1 gram padatan Fenantrolin ke dalam gelas kimia 100 mL dan ditambahkan 50 mL aqua DM. Campuran tersebut dipanaskan dengan suhu $60^\circ C$ sambil diaduk. Lalu larutan didiamkan hingga dingin dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml. Lalu diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas.

3.2.5 Pembuatan Larutan Buffer Asetat

Larutan Buffer Asetat pH 4,5 dibuat dengan melarutkan padatan natrium asetat (CH_3COONa) sebanyak 0,7853 gram dalam gelas kimia dengan sedikit aqua DM hingga larut. Larutan buffer asetat pH 4,5 dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml kemudian ditambahkan 0,5 ml asam asetat glasial dan diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas.

3.2.6 Pembuatan Larutan Blanko

Larutan $Na_2S_2O_3$ atau $C_6H_8N_2$ diambil sebanyak 1,1 ml dan dimasukkan ke dalam labu ukur 10 ml, lalu ditambah 1,5 ml 1,10-Fenantrolin 1000 ppm, 1,5 mL buffer asetat pH 4,5 dan 5 ml aseton. Lalu diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas.

3.2.7 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Larutan standar Fe (III) 100 ppm sebanyak 0,5 ml dimasukkan ke dalam labu ukur 10 ml, lalu ditambahkan 1,1 ml larutan $Na_2S_2O_3$ atau $C_6H_8N_2$, 1,5 mL larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm dan 1,5 mL buffer asetat pH 4,5. Kemudian campuran ditambah 5 ml aseton dan diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas. Setelah itu di kocok dan di diamkan selama 15 menit lalu diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan larutan blanko. Data yang diperoleh dibuat kurva untuk menentukan besarnya panjang gelombang maksimum yaitu absorbansi terhadap panjang gelombang yang diperoleh.

3.2.8 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 1,1 ml

larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ atau $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ 100 ppm dan 1,5 ml buffer asetat dengan variasi pH 3,0 ; 3,5 ; 4,0 ; 4,5 ; 5,0 ; 5,5. Kemudian campuran ditambah 1,5 ml Fenantrolin 1000 ppm dan 5 ml aseton lalu diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas. Setelah itu di kocok dan di diamkan 15 menit lalu diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis sebanyak dua kali. Data absorbansi yang diperoleh digunakan untuk pembuatan kurva kalibrasi antara absorbansi dengan pH buffer asetat, sehingga dari kurva tersebut diperoleh pH optimum dari buffer asetat.

3.2.9 Penentuan Konsentrasi Optimum Pereduksi

Larutan standar Fe (III) 100 ppm sebanyak 0,5 ml dimasukkan ke dalam labu ukur 10 ml, lalu ditambahkan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ atau $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ dengan variasi 0,5 ; 0,7 ; 0,9 ; 1,1 ; 1,3 ml sebagai pereduksi dan 1,5 ml buffer asetat dengan pH optimum. Kemudian campuran ditambah 1,5 ml Fenantrolin 1000 ppm dan 5 ml aseton lalu diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas. Setelah itu dikocok dan di diamkan 15 menit lalu diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis sebanyak dua kali. Data absorbansi yang diperoleh digunakan untuk pembuatan kurva kalibrasi antara absorbansi dengan konsentrasi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ atau $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$, sehingga dari kurva tersebut diperoleh konsentrasi optimum dari $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ atau $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$.

3.2.10 Penentuan Waktu Optimum Pereduksi

Larutan standar Fe(III) 100 ppm diambil sebanyak 0,5 mL kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, ditambah 1,1 mL larutan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ atau $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ 100 ppm dan 1,5 mL larutan buffer asetat dengan pH optimum kemudian ditambahkan 1,5 mL larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm, dan 5 mL aseton dan diencerkan dengan menggunakan aqua DM hingga tanda batas. Campuran tersebut dikocok dan didiamkan dengan variasi waktu untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ yaitu 0; 5; 10; 15; 20; 25 menit, dan untuk pereduksi $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ didiamkan dengan variasi waktu 5; 10; 15 ; 30 ; 45 ; 60 dan 75 menit dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum menggunakan spektrofotometer

UV-Vis. Data absorbansi yang telah diperoleh digunakan untuk pembuatan kurva antara absorbansi dengan waktu pendiaman kompleks sehingga dari kurva tersebut dapat diperoleh waktu optimum dari pereduksi.

3.2.11 Penentuan Kurva Kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin

Larutan standar Fe (III) 100 ppm sebanyak 0,1 mL ke dalam labu ukur 10 mL lalu ditambahkan 1,1 mL larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ atau $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$. Lalu ditambahkan larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm sebanyak 1,5 mL, larutan buffer asetat sebanyak 1,5 mL, 5 mL aseton dan aqua DM hingga tanda batas. Kemudian diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis sebanyak dua kali. Data absorbansi yang diperoleh digunakan untuk pembuatan kurva kalibrasi hubungan antara absorbansi dengan variasi konsentrasi larutan Fe (III). Kemudian dilakukan kembali untuk larutan Fe (III) yaitu 0,2 ; 0,3 ; 0,4 dan 0,5 mL.

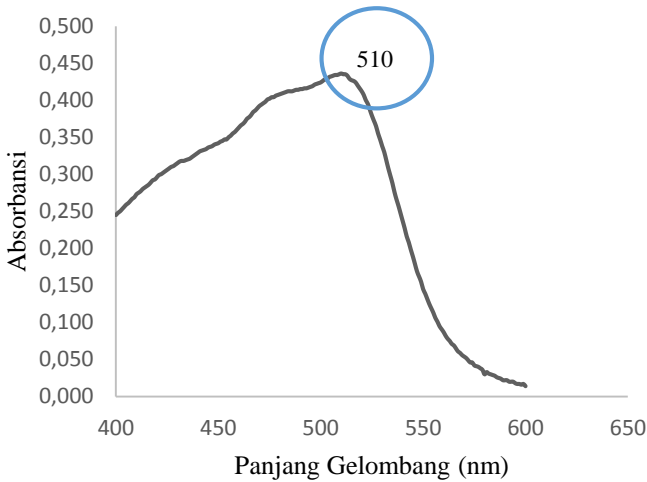
BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Fe(II)-Fenantrolin

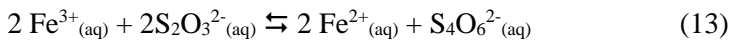
Penentuan panjang gelombang ini ditentukan dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Penentuan panjang gelombang dilakukan pada rentang 400-600 nm. Panjang gelombang maksimum ditentukan dari nilai absorbansi tertinggi. Penentuan panjang gelombang maksimum dilakukan pada larutan yang mengandung $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 5 ppm yang dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL dan ditambahkan dengan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 11 ppm atau $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ 110 ppm yang bertujuan untuk mereduksi Fe. Larutan tersebut kemudian ditambahkan dengan 1,5 mL larutan buffer asetat pH 4,5 untuk menyangga pH larutan. Selanjutnya, larutan ditambahkan dengan 1,5 mL 1,10-fenantrolin 1000 ppm. Pengompleksan besi dengan menggunakan 1,10-fenantrolin akan menghasilkan pewarnaan merah jingga, yang disebabkan pembentukan kation kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$. Campuran larutan tersebut kemudian ditambahkan 5 mL aseton. Aseton berfungsi menjaga kestabilan kompleks. Kemudian diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas pada labu ukur 10 mL.

Larutan tersebut diuji dengan spektrofotometer UV-Vis GENESYS tipe 10s dengan rentang panjang gelombang 400-600 nm. Larutan blanko yang digunakan pada pengujian ini adalah semua pereaksi kecuali zat yang akan di tentukan (besi), antara lain 1,1 ml larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ atau $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$, lalu ditambahkan 1,5 ml larutan Fenantrolin 1000 ppm, 1,5 ml larutan buffer asetat pH 4,5 serta ditambahkan aseton 5 ml yang kemudian diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas. Pada Gambar 4.1 menunjukkan gambar panjang gelombang maksimum kompleks Fe(II)-Fenantrolin terhadap pereduksi natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) pada rentang antara 400-600 nm dengan interval 1 nm.

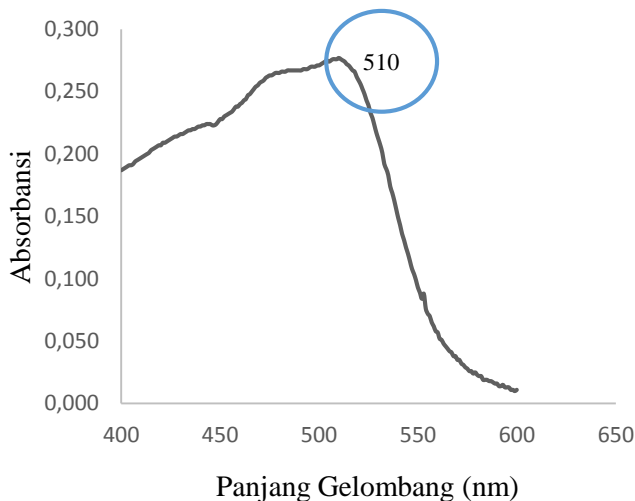


Gambar 4.1 Kurva Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Berdasarkan Gambar 4.1 dapat diketahui bahwa panjang gelombang maksimum dari kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ terletak pada panjang gelombang 510 nm dengan nilai absorbansi sebesar 0,436. Reaksi yang terjadi saat Fe(III) tereduksi menjadi Fe(II) oleh $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ adalah sebagai berikut :

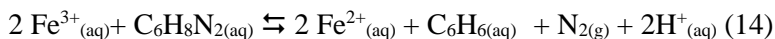


Pada Gambar 4.2 merupakan kurva hasil penentuan panjang gelombang maksimum kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, pada rentang panjang gelombang 400-600 nm dengan interval 1 nm.



Gambar 4.2 Kurva Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $C_6H_8N_2$

Berdasarkan Gambar 4.2 menunjukkan bahwa puncak tertinggi dengan absorbansi 0,277 terdapat pada panjang gelombang 510 nm yang merupakan panjang gelombang maksimum. Reaksi yang terjadi saat Fe(III) tereduksi menjadi Fe(II) oleh $C_6H_8N_2$ adalah sebagai berikut :



Panjang gelombang maksimum merupakan panjang gelombang dimana terjadinya eksitasi elektronik yang memberikan absorbansi maksimum (Rivai, 1995). Panjang gelombang ini selanjutnya digunakan sebagai patokan untuk pengukuran absorbansi maksimum pada tahap-tahap selanjutnya. Pengukuran selanjutnya dilakukan pada panjang gelombang maksimum karena perubahan absorbansi untuk setiap satuan konsentrasi paling besar terletak pada panjang gelombang maksimum sehingga diperoleh kepekaan analisis yang maksimal. Untuk pengujian selanjutnya dilakukan

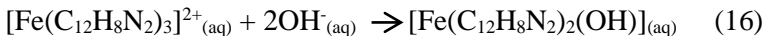
pada panjang gelombang 510 nm untuk mendapatkan nilai absorbnansi yang paling tinggi.

4.2 Penentuan pH Optimum Buffer Asetat

Pada penelitian ini larutan kompleks Fe(II)-Fenantrolin yang terbentuk menghasilkan warna jingga stabil dalam kondisi asam maupun basa pada rentang pH 2-9. Namun untuk penelitian ini dilakukan dalam keadaan asam dengan menggunakan larutan buffer asetat sebagai buffer asam untuk menjaga kestabilan yang terbentuk. Buffer asam dipilih karena buffer basa terdapat ion OH⁻. Ion OH⁻ termasuk salah satu ligan yang dapat berkompetisi dengan ligan 1,10-Fenantrolin dalam pembentukan kompleks [Fe(C₁₂H₈N₂)₃]²⁺. Ligan 1,10-Fenantrolin sifatnya lebih kuat dibandingkan dengan ligan OH⁻ namun ligan OH⁻ dapat mendesak dan menggantikan satu molekul ligan 1,10-Fenantrolin dan membentuk senyawa kompleks [(Fe(C₁₂H₈N₂)₂(OH)₂] yang menunjukkan warna larutan kuning kecoklatan (Pangastuti, 2017). Ligan 1,10-fenantrolin merupakan reagen organik dan reaksi besi (II) dengan pengompleks 1,10-fenantrolin akan membentuk kompleks stabil berwarna merah jingga yang disebut ferrand. Reaksi yang terbentuk ketika ligan 1,10-Fenantrolin bereaksi dalam suasana asam adalah :

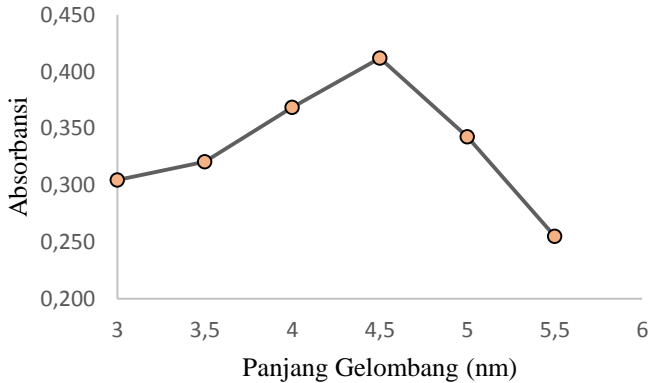


Sedangkan jika ligan 1,10-Fenantrolin bereaksi dengan kondisi basa yang berlebih akan terjadi reaksi sebagai berikut :



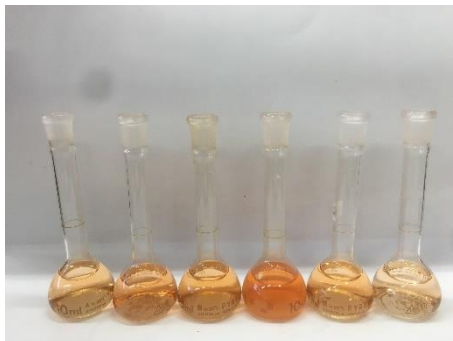
Penentuan pH optimum dilakukan untuk mendapatkan pH yang paling baik dalam menjaga kestabilan kompleks [Fe(C₁₂H₈N₂)₃]²⁺. Variasi buffer asetat dilakukan mulai dari 3,0; 3,5; 4,0; 4,5; 5,0; dan 5,5 untuk mengetahui pengaruhnya terhadap absorbansi dari larutan kompleks [Fe(C₁₂H₈N₂)₃]²⁺ yang diukur pada panjang gelombang maksimum. Penentuan pH optimum ini dilakukan dengan menggunakan pereduksi Na₂S₂O₃ dan C₆H₈N₂ yang terukur pada panjang gelombang maksimum 510 nm.

Gambar 4.3 merupakan kurva hasil penentuan pH optimum buffer asetat dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.



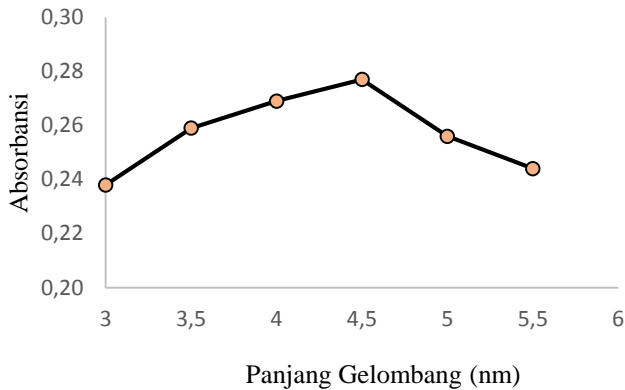
Gambar 4.3 Kurva pH Optimum Buffer Asetat dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Berdasarkan Gambar 4.3 menunjukkan bahwa puncak tertinggi dengan absorbansi 0,412 pada pH 4,5 dan nilai Standar Deviasi (SD) sebesar $1,4 \times 10^{-3}$. Hal ini dapat dibuktikan dengan terjadinya perubahan warna kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ yang ditunjukkan pada Gambar 4.4.



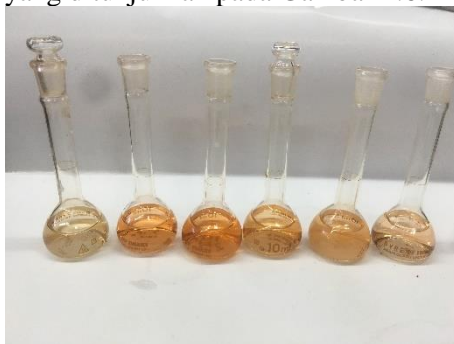
Gambar 4.4 Perubahan Warna Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Berdasarkan Gambar 4.4 dapat dilihat perubahan warna kompleks yang terjadi dimana pada kondisi buffer pH 4,5 kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ berwarna merah jingga pekat dibandingkan dengan yang lainnya, sehingga dapat dikatakan bahwa pada buffer asetat pH 4,5 kondisi optimum. Hal tersebut menunjukkan pH 4,5 merupakan pH optimum dari kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. Untuk menentukan pH optimum, dapat dilihat dari nilai absorbansi tertinggi. Kondisi optimum dapat dibuktikan dari warna jingga yang paling pekat, sedangkan ketika kondisi buffer asetat di bawah kondisi optimum, warna kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ belum pekat, hal ini disebabkan adanya pengaruh ion H^+ dalam larutan buffer sehingga belum semua Fe^{2+} bereaksi dengan ligan 1,10-fenantrolin. Selanjutnya dilakukan perhitungan untuk mencari nilai *Coefficient Variation* (CV) dan *Relative Standard Deviation* (RSD) untuk mengetahui tingkat kepresisian suatu metode. Metode dikatakan baik tingkat kepresisiannya apabila nilai $\text{CV} < 2\%$ dan nilai $\text{RSD} < 20$ ppt (Miller & Miller, 1991). Berdasarkan hasil penelitian ini, untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ pada kondisi pH buffer asetat 4,5 didapatkan nilai RSD sebesar 3,4326 ppt dan nilai CV sebesar 0,3433%. Berdasarkan nilai batas yang dapat diterima, dimana $\text{RSD} < 20$ ppt dan $\text{CV} < 2\%$ maka pH optimum buffer asetat untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ merupakan pH optimum dengan kepresisian yang baik dan dapat digunakan untuk pengukuran selanjutnya.



Gambar 4.5 Kurva pH Optimum Buffer Asetat dengan Pereduksi $C_6H_8N_2$

Pada gambar 4.5 dapat dilihat bahwa pH optimum untuk mereduksi Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} dengan pereduksi $C_6H_8N_2$ terletak pada pH 4,5 karena mempunyai nilai absorbansi paling baik yaitu 0,277 dengan nilai Standar Deviasi (SD) = $7,07 \times 10^{-4}$. Hal ini dapat dibuktikan dengan terjadinya perubahan warna kompleks $[Fe(C_{12}H_8N_2)_3]^{2+}$ yang ditunjukkan pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6 Perubahan Warna Kompleks $[Fe(C_{12}H_8N_2)_3]^{2+}$ dengan Pereduksi $C_6H_8N_2$

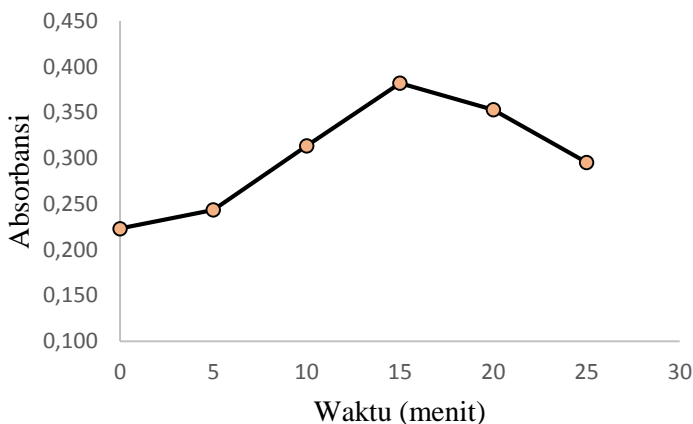
Berdasarkan Gambar 4.6 dapat dilihat perubahan warna kompleks yang terjadi dimana pada kondisi buffer pH 4,5 kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ berwarna merah jingga pekat dibandingkan dengan yang lainnya, hal tersebut menunjukkan pH 4,5 merupakan pH optimum dari kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$. Dibuktikan dengan nilai absorbansi tertinggi pada kondisi buffer asetat pH 4,5. Ketika kondisi buffer asetat di bawah pH optimum, absorbansi kurang optimum karena adanya pengaruh ion H^+ pada larutan buffer sehingga kompleks yang terbentuk kurang stabil. Ketika pH di atas pH optimum, absorbansi menurun dikarenakan berkurangnya ion H^+ sehingga kompleks yang terbentuk hanya sedikit ditandai dengan warna jingga yang terbentuk lebih pudar.

Selanjutnya dilakukan perhitungan untuk mencari nilai *Coefficient Variation* (CV) dan *Relative Standard Deviation* (RSD) untuk mengetahui tingkat kepresisian suatu metode. Metode dikatakan baik tingkat kepresisiannya apabila nilai $\text{CV} < 2\%$ dan nilai $\text{RSD} < 20$ ppt. Berdasarkan hasil penelitian ini, untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ pada kondisi pH buffer asetat 4,5 didapatkan nilai RSD sebesar 2,5527 ppt dan nilai CV sebesar 0,2553 %. Berdasarkan nilai batas yang dapat diterima, dimana $\text{RSD} < 20$ ppt dan $\text{CV} < 2\%$ maka pH optimum buffer asetat untuk pereduksi $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ baik digunakan untuk pengukuran selanjutnya.

4.3 Penentuan Waktu Optimum Pembentukan Kompleks Fe(II)-Fenantrolin

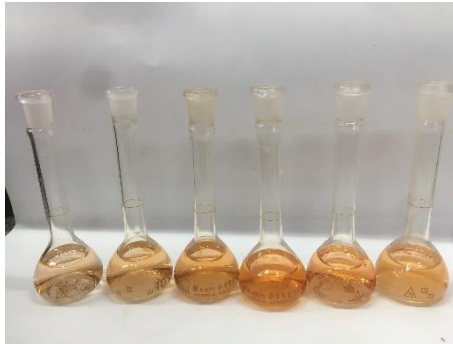
Penentuan waktu optimum pembentukan kompleks Fe(II)-Fenantrolin bertujuan untuk mengetahui waktu yang paling baik yang dibutuhkan agar semua ion Fe^{2+} dapat berikatan dengan ligan 1,10-Fenantrolin. Dilakukan variasi waktu pendiaman untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ yaitu 0; 5; 10; 15; 20 dan 25 menit. Untuk pereduksi $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ dilakukan variasi waktu pendiaman yaitu 5; 10; 15; 30; 45; 60 dan 75 menit. Penentuan waktu optimum pembentukan kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ atau $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ dilakukan pada pH optimum yaitu pH 4,5.

Pengukuran dilakukan pada panjang gelombang maksimum yaitu 510 nm. Data yang diperoleh berupa nilai absorbansi yang kemudian di plot terhadap waktu membentuk kurva. Gambar 4.7 merupakan kurva penentuan waktu optimum kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}$



Gambar 4.7 Kurva Waktu Optimum Pembentukan Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

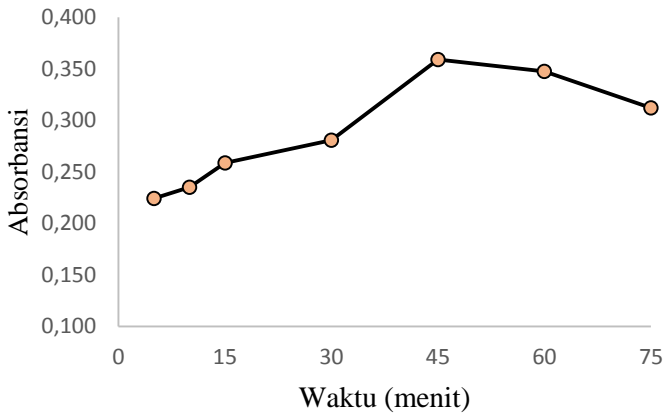
Berdasarkan Gambar 4.7 waktu optimum pembentukan kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ yaitu 15 menit dengan absorbansi tertinggi sebesar 0,382 dan nilai SD sebesar 0. Hal tersebut dapat dibuktikan dengan perubahan warna kompleks Fe(II)-Fenantrolin yang ditunjukkan pada Gambar 4.8.



Gambar 4.8 Perubahan Warna Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

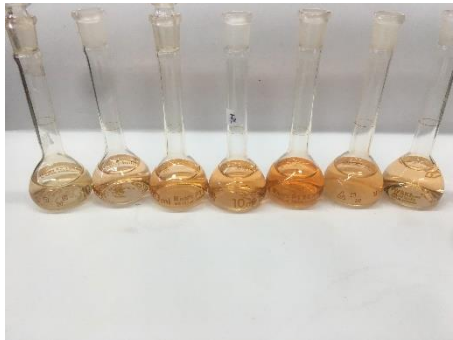
Berdasarkan Gambar 4.8 di atas maka dapat dilihat perubahan warna kompleks Fe(II)-Fenantrolin yang terjadi pada waktu pendiaman 15 menit berwarna merah jingga pekat dibandingkan dengan lainnya. Hal ini dibuktikan dengan nilai absorbansi mengalami kenaikan sampai waktu pendiaman 15 menit dan setelah 15 menit nilai absorbansi mengalami penurunan. Waktu optimum dapat dilihat dari nilai absorbansi tertinggi, sehingga dapat dikatakan bahwa waktu pendiaman 15 menit merupakan waktu optimum untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

Selanjutnya dilakukan perhitungan untuk mencari nilai *Coefficient Variation* (CV) dan *Relative Standard Deviation* (RSD) untuk mengetahui tingkat kepresisian suatu metode dari waktu pendiaman. Nilai RSD untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ pada waktu pendiaman 15 menit sebesar 0 ppt dan nilai CV untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ pada waktu pendiaman 15 menit sebesar 0 %. Berdasarkan nilai batas yang dapat diterima, dimana $\text{RSD} < 20$ ppt dan $\text{CV} < 2$ % maka dapat dikatakan bahwa waktu pendiaman 15 menit merupakan waktu optimum dengan kepresisian yang baik. Gambar 4.9 merupakan kurva penentuan waktu optimum kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$.



Gambar 4.9 Kurva Waktu Optimum Pembentukan Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $C_6H_8N_2$

Berdasarkan Gambar 4.9 waktu optimum pembentukan kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi $C_6H_8N_2$ yaitu 45 menit dengan absorbansi tertinggi sebesar 0,359 dan nilai SD adalah 0. Hal tersebut dapat dibuktikan dengan perubahan warna kompleks Fe(II)-Fenantrolin yang ditunjukkan pada Gambar 4.10.



Gambar 4.10 Perubahan Warna Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $C_6H_8N_2$

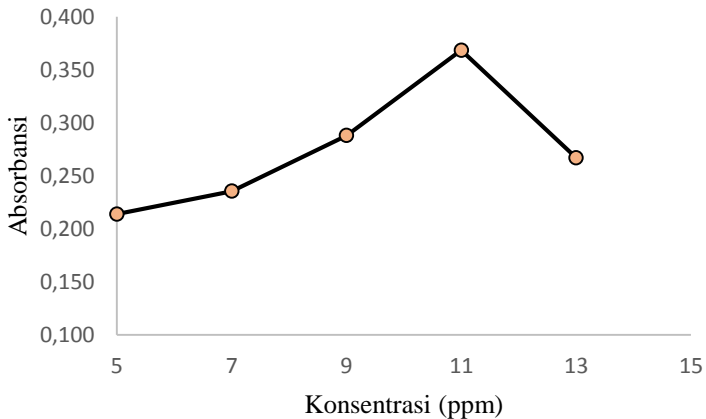
Berdasarkan Gambar 4.10 diatas maka dapat dilihat perubahan warna kompleks Fe(II)-Fenantrolin yang terjadi pada waktu pendiaman 45 menit berwarna merah jingga pekat dibandingkan dengan lainnya. Hal ini dibuktikan dengan nilai absorbansi mengalami kenaikan sampai waktu pendiaman 45 menit dan setelah 45 menit nilai absorbansi mengalami penurunan. Waktu optimum dapat dilihat dari nilai absorbansi tertinggi, sehingga dapat dikatakan bahwa waktu pendiaman 45 menit merupakan waktu optimum untuk pereduksi $C_6H_8N_2$.

Selanjutnya dilakukan perhitungan untuk mencari nilai *Coefficient Variation (CV)* dan *Relative Standard Deviation (RSD)* untuk mengetahui tingkat kepresisian suatu metode dari waktu pendiaman. Nilai RSD untuk pereduksi $C_6H_8N_2$ pada waktu pendiaman 45 menit sebesar 0 ppt dan nilai CV untuk pereduksi $C_6H_8N_2$ pada waktu pendiaman 45 menit sebesar 0 %. Berdasarkan nilai batas yang dapat diterima, dimana $RSD < 20$ ppt dan $CV < 2$ % maka dapat dikatakan bahwa waktu pendiaman 45 menit merupakan waktu optimum dengan kepresisian yang baik dan dapat digunakan untuk pengukuran selanjutnya.

4.4 Penentuan Konsentrasi Optimum Pembentukan Kompleks Fe(II)-Fenantrolin

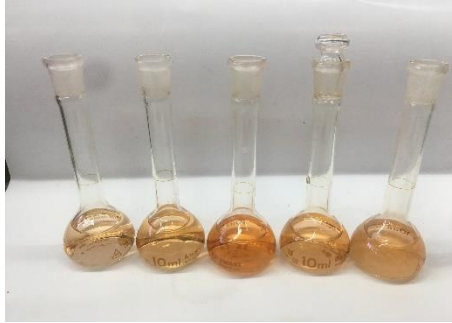
Penentuan konsentrasi optimum dari pereduksi bertujuan untuk mengetahui pada konsentrasi berapa pereduksi optimum untuk mereduksi ion Fe^{3+} menjadi ion Fe^{2+} dengan pengompleks 1,10 fenantrolin. Pereduksi $Na_2S_2O_3$ dilakukan beberapa variasi konsentrasi yaitu 5, 7, 9, 11 dan 13 ppm. Larutan Fe^{3+} ditambahkan pereduksi $Na_2S_2O_3$ pada kondisi pH optimum yaitu pH 4,5 selama waktu optimum yaitu 15 menit. Untuk pereduksi $C_6H_8N_2$ dilakukan beberapa variasi konsentrasi yaitu 50, 70, 90, 110 dan 130 ppm. Larutan Fe^{3+} ditambahkan pereduksi pada kondisi pH optimum yaitu pH 4,5 selama waktu optimum yaitu 45 menit. Gambar 4.11 merupakan kurva penentuan konsentrasi

optimum kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.



Gambar 4.11 Kurva Konsentrasi Optimum Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

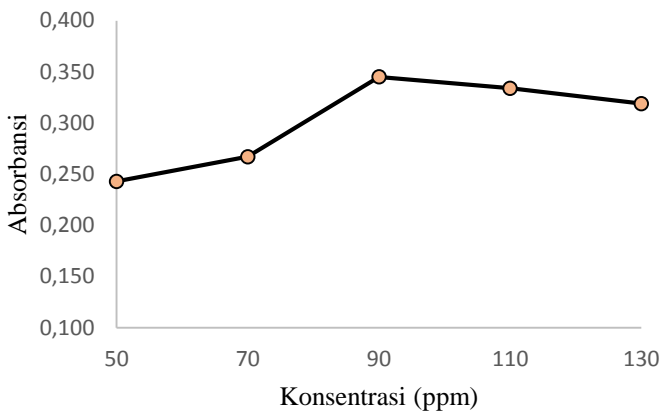
Berdasarkan Gambar 4.11 menunjukkan bahwa pada konsentrasi 5 ppm hingga 11 ppm, absorbansi mengalami peningkatan dan pada konsentrasi 13 ppm absorbansi mengalami penurunan. Pada konsentrasi 11 ppm menunjukkan puncak absorbansi tertinggi dengan nilai 0,369 dan nilai SD yaitu sebesar 7×10^{-4} . Hal tersebut dapat dibuktikan dengan perubahan warna kompleks Fe(II)-Fenantrolin yang ditunjukkan pada Gambar 4.12.



Gambar 4.12 Perubahan Warna Kompleks Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Berdasarkan Gambar 4.12 dapat disimpulkan bahwa konsentrasi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 11 ppm merupakan konsentrasi optimum mereduksi Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} , dapat dibuktikan dengan warna kompleks yang paling pekat dari yang lain. Nilai absorbansi dibawah konsentrasi optimum menunjukkan bahwa konsentrasi pereduksi yang digunakan untuk mereduksi Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} masih belum tereduksi keseluruhan. Sedangkan nilai absorbansi diatas konsentrasi optimum menunjukkan nilai absorbansi yang mengalami penurunan karena pereduksi yang digunakan berlebih sehingga berkompetisi dengan pengompleks 1,10 fenantrolin yang dapat mempengaruhi pembentukan kompleks Fe(II)-Fenantrolin. Sehingga menyebabkan warna merah jingga pada larutan kompleks Fe(II)-Fenantrolin terbentuk semakin kurang pekat (Itodo dkk, 2012). Data yang telah diperoleh digunakan untuk menentukan harga *Coefficient Variation* (CV) dan *Relative Standard Deviation* (RSD) untuk mengetahui kepresisian suatu metode. Nilai CV untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ pada konsentrasi 11 ppm sebesar 0,1919 % dimana untuk kepresisian yang baik nilai $\text{CV} < 5 \%$, sedangkan nilai RSD untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ pada konsentrasi 11 ppm sebesar 1,9189 ppt dimana untuk kepresisian yang baik $\text{RSD} < 20 \text{ ppt}$. Sehingga konsentrasi 11 ppm merupakan konsentrasi optimum dengan kepresisian yang baik. Gambar 4.13

merupakan kurva penentuan konsentrasi optimum kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi $C_6H_8N_2$.



Gambar 4.13 Perubahan Warna Kompleks Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $C_6H_8N_2$

Berdasarkan Gambar 4.13 menunjukkan bahwa pada konsentrasi 50 ppm hingga 130 ppm, absorbansi mengalami peningkatan dan pada konsentrasi 90 ppm absorbansi mengalami penurunan. Pada konsentrasi 90 ppm menunjukkan puncak absorbansi tertinggi dengan nilai 0,345 dan nilai SD sebesar 0. Hal tersebut dapat dibuktikan dengan perubahan warna kompleks Fe(II)-Fenantrolin yang ditunjukkan pada Gambar 4.14.



Gambar 4.14 Perubahan Warna Kompleks Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $C_6H_8N_2$

Berdasarkan Gambar 4.14 dapat disimpulkan bahwa konsentrasi $C_6H_8N_2$ 90 ppm merupakan konsentrasi optimum mereduksi Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} , dapat dibuktikan dengan warna kompleks yang paling pekat dari yang lain. Nilai absorbansi dibawah konsentrasi optimum menunjukkan bahwa konsentrasi pereduksi yang digunakan untuk mereduksi Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} masih belum tereduksi keseluruhan. Sedangkan nilai absorbansi diatas konsentrasi optimum menunjukkan nilai absorbansi yang mengalami penurunan karena pereduksi yang digunakan berlebih sehingga berkompetisi dengan pengompleks 1,10 fenantrolin yang dapat mempengaruhi pembentukan kompleks Fe(II)-Fenantrolin. Sehingga menyebabkan warna merah jingga pada larutan kompleks Fe(II)-Fenantrolin terbentuk semakin kurang pekat (Itodo dkk, 2012). Data yang telah diperoleh digunakan untuk menentukan harga *Coefficient Variation* (CV) dan *Relative Standard Deviation* (RSD) untuk mengetahui kepresisian suatu metode. Nilai CV untuk pereduksi $C_6H_8N_2$ pada konsentrasi 90 ppm sebesar 0 % dimana untuk kepresisian yang baik nilai CV < 2 %, sedangkan nilai RSD untuk pereduksi $C_6H_8N_2$ pada konsentrasi 90 ppm sebesar 0 ppt dimana untuk kepresisian yang baik RSD < 20 ppt. Sehingga konsentrasi 90 ppm merupakan konsentrasi optimum dengan kepresisian yang baik.

4.5 Penentuan Kurva kalibrasi Pembentukan Kompleks Fe(II)-Fenantrolin

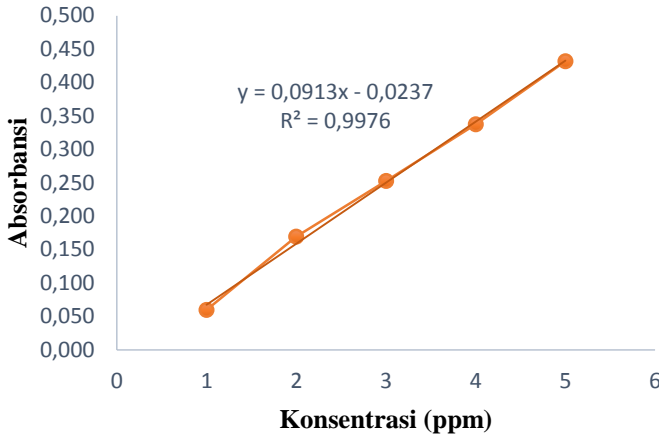
Kurva kalibrasi merupakan suatu metode yang digunakan sebagai validasi suatu metode yang berguna sebagai pembuktian untuk mengetahui kesesuaian data yang diperoleh. Garis kurva yang diperoleh berasal dari titik-titik menyatakan hubungan antara konsentrasi sebagai sumbu x dan absorbansi sebagai sumbu y. Kurva kalibrasi ini dilakukan untuk menentukan besarnya konsentrasi Fe^{3+} yang tereduksi berdasarkan besarnya absorbansi dan membuktikan hukum Lambert-Beer. Hukum Lambert-Beer yang menyatakan bahwa absorbansi suatu larutan akan berbanding lurus dengan konsentrasi sampel yang diserap oleh larutan. Kurva kalibrasi dari kompleks Fe(II)-Fenantrolin ditentukan dengan pengukuran variasi konsentrasi Fe^{3+} yakni 1, 2, 3, 4, dan 5 ppm, kemudian dilakukan pengukuran absorbansi pada panjang gelombang maksimum yaitu 510 nm dengan menggunakan spektrofotometri UV-Vis.

Tabel 4. 1 Data Absorbansi Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Konsentrasi Fe^{3+} (ppm)	A1	A2	A rata-rata
1	0,059	0,060	0,060
2	0,170	0,169	0,170
3	0,252	0,253	0,253
4	0,337	0,338	0,338
5	0,432	0,432	0,432

Dari data absorbansi yang telah di dapat, maka dibuat grafik kurva standar dengan sumbu x adalah konsentrasi dan

sumbu y adalah absorbansi rata-rata. Grafik kurva standar dapat di lihat pada Gambar 4.15.



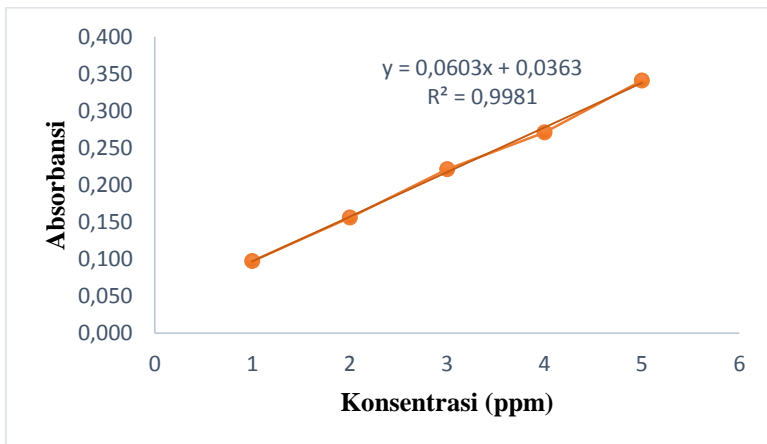
Gambar 4. 15 Kurva Kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Berdasarkan Gambar 4.15 dapat diketahui bahwa kurva kalibrasi dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ mempunyai persamaan yaitu $y = 0,0913x - 0,0237$ dengan nilai $r = 0,9988$ dan $R^2 = 0,9976$. Nilai koefisien relasi (r) menunjukkan hubungan linier antara konsentrasi dan absorbansi dimana menurut (Butler, 2005) rentang nilai r dikatakan baik berada pada $-1 \leq r \leq 1$ dan rentang nilai r^2 sebesar $0,9 \leq r^2 \leq 1$. Selain itu, uji t perlu dilakukan untuk mengetahui ada atau tidaknya korelasi antara absorbansi dan konsentrasi. Jika $t_{hitung} > t_{tabel}$, maka H_0 ditolak. Untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ didapatkan t_{hitung} sebesar 35,31. Untuk selang kepercayaan 95% dengan derajat kebebasan 3 maka $t_{tabel} = 3,18$ sehingga $t_{hitung} > t_{tabel}$ jadi H_0 di tolak dan dapat disimpulkan bahwa ada korelasi antara absorbansi dengan konsentrasi.

Tabel 4. 2 Data Absorbansi Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $C_6H_8N_2$

Konsentrasi Fe^{3+} (ppm)	A1	A2	A rata-rata
1	0,097	0,096	0,097
2	0,156	0,156	0,156
3	0,220	0,221	0,221
4	0,271	0,270	0,271
5	0,341	0,340	0,341

Dari data absorbansi yang telah di dapat, maka dibuat grafik kurva standar dengan sumbu x adalah konsentrasi dan sumbu y adalah absorbansi rata-rata. Grafik kurva standar dapat di lihat pada Gambar 4.16.



Gambar 4.16 Kurva Kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $C_6H_8N_2$

Berdasarkan Gambar 4.15 dapat diketahui bahwa kurva kalibrasi dengan pereduksi $C_6H_8N_2$ mempunyai persamaan yaitu y

$= 0,0603x + 0,0363$ dengan nilai $r = 0,9991$ dan $R^2 = 0,9981$. Nilai koefisien relasi (r) menunjukkan hubungan linier antara konsentrasi dan absorbansi dimana menurut (Butler, 2005) rentang nilai r dikatakan baik berada pada $-1 \leq r \leq 1$ dan rentang nilai r^2 sebesar $0,9 \leq r^2 \leq 1$. Selain itu, uji t perlu dilakukan untuk mengetahui ada atau tidaknya korelasi antara absorbansi dan konsentrasi. Jika $t_{hitung} > t_{tabel}$, maka H_0 ditolak. Untuk pereduksi $C_6H_8N_2$ didapatkan t_{hitung} sebesar 39,68. Untuk selang kepercayaan 95% dengan derajat kebebasan 3 maka $t_{tabel} = 3,18$ sehingga $t_{hitung} > t_{tabel}$ jadi H_0 di tolak dan dapat disimpulkan bahwa ada korelasi antara absorbansi dengan konsentrasi.

Akurasi merupakan ukuran perbedaan antara harapan hasil tes dan nilai referensi yang diterima karena metode sistematis dan kesalahan laboratorium. Akurasi juga dapat digambarkan sampai sejauh mana hasil tes yang dilakukan oleh metode (Rajendra, 2014). Akurasi menunjukkan derajat kedekatan hasil yang diperoleh dengan hasil yang sebenarnya dan biasanya dinyatakan sebagai persentase. Sehingga dari masing-masing kurva kalibrasi yang dihasilkan dapat ditentukan persennya dengan menggunakan persamaan garis yang dihasilkan. Nilai *recovery* hasil pengukuran analit pada level ppm dengan tingkat kepercayaan sebesar 95% dianggap baik jika berada pada rentang 80-120%. Tabel 4.3 merupakan hasil perhitungan persen dari kurva kalibrasi pereduksi $Na_2S_2O_3$.

Tabel 4. 3 Data persen dengan pereduksi $Na_2S_2O_3$

Konsentrasi Pereduksi (ppm)	% <i>recovery</i>
5	52,07
7	56,89
9	68,28
11	86,02
13	63,68

Berdasarkan Tabel 4.4, konsentrasi optimum pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ berada pada konsentrasi 11 ppm, sehingga dari konsentrasi optimum tersebut diperoleh persen untuk mereduksi Fe^{3+} sebesar 86,02%. Sehingga dapat dikatakan bahwa pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ baik digunakan untuk pengukuran selanjutnya.

Tabel 4. 4 Data persen dengan pereduksi $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$

Konsentrasi Pereduksi (ppm)	% <i>recovery</i>
50	92,64
70	100,60
90	126,47
110	122,82
130	117,84

Berdasarkan Tabel 4.4, konsentrasi optimum pereduksi $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ berada pada konsentrasi 90 ppm, sehingga dari konsentrasi optimum tersebut diperoleh persen untuk mereduksi Fe^{3+} sebesar 126,47%. Sehingga dapat dikatakan bahwa pereduksi $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ baik digunakan untuk pengukuran selanjutnya.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB V

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa analisa besi dengan pengompleks orto fenantrolin dan pereduksi natrium tiosulfat dan fenilhidrazin menggunakan spektrofotometer UV-Vis dapat membentuk kompleks berwarna merah jingga pada panjang gelombang 510 nm. Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ paling optimum dibandingkan dengan pereduksi $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ untuk mereduksi Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} dalam analisis kadar besi dengan metode spektrofotometer UV-VIS. Keadaan optimum $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ yaitu pH 4,5 dengan waktu pendiaman 15 menit dan konsentrasi optimum pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 11 ppm untuk mereduksi 5 ppm Fe^{3+} . Keadaan optimum $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ yaitu pH 4,5 dengan waktu pendiaman 45 menit dan konsentrasi optimum pereduksi $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ 90 ppm untuk mereduksi 5 ppm Fe^{3+} . Pereduksi $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ kurang efektif dalam mereduksi karena konsentrasi yang dibutuhkan cukup besar yaitu 90 ppm dan waktu pendiaman lebih lama yaitu 45 menit. Pada percobaan didapatkan persen yaitu 86,02% untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 126,47% untuk pereduksi $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR PUSTAKA

- Al-Subu, M. M., El-Hawala, R. A., dan Abed, H. M . (1990). Kinetics and Mechanism of Oxidation of Phenylhydrazine and P-Bromophenylhydrazine by Hexacyanoferrate(III) in Acidic Medium. Departement of Chemistry, An-Najah University, P.O. Box 7, Nablus, West Bank-via Israel.
- 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-1naphthylazo) quinoxaline. *Talanta* 76, 1241–1245.
- Arsyad, M. 2000. Kamus Kimia: Arti dan Penjelasan Istilah. Jakarta: PT. Gramedia Pustaka Utama.
- Birch GG, KJ Parker. 1979. Sugar : Science and Technology. London. Applied Science Publisher LTD.
- Butler, J. M., 2005. Validation Overview. s.l.:National Institute of Standars and Technology (NIST).
- Canham, G. R. dan Overtone, T. 2003. Descriptive Inorganic Chemistry. 3rd Edition. New York : WH Freeman Accompany.
- Cole, G.A. 1988. Textbook of Limnology. Third Edition. Waveland Press, Inc., Illinois, USA. pp: 401.
- Cotton, F. & Wilkinson, G. 1989. Kimia Anorganik Dasar. Cetakan Pertama. Jakarta : UI Press.
- Day, R.A dan Underwood, A.L. 1989. Analisis Kimia Kuantitatif. Jakarta: Erlangga
- Day, R.A. dan Underwood, A.L. 1999. Analisis Kimia Kuantitatif. Jakarta: Erlangga
- Day, R.A. dan Underwood, A.L. 2002. Analisis Kimia Kuantitatif. Edisi keenam. Jakarta: Erlangga.

- Dinararum, R. R. 2013. Studi Gangguan Krom (III) pada Analisa Besi dengan Pengompleksan 1,10-Fenantrolin pada pH 4,5 secara Spektrofotometri UV-Tampak. Skripsi. Institut Teknologi Sepuluh Nopember. Surabaya.
- Eaton, A. 2005. Standard Methods For Examination Of Water And Wastewater. 21st Edition. Marryland–USA. American Public Health Association.
- Effendy. 2007. Kimia Koordinasi Jilid 1. Malang : Banyumedia.
- Farianti, (2000), Kriteria Pembentukan Struktur Senyawa Kompleks Logam, Institut Teknologi Bandung, Bandung.
- Firdausi, D. I. (2011). Perbandingan Pereduksi Natrium Tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) dan Kalium Oksalat ($\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$) pada Analisis Kadar Besi dalam Multivitamin Secara Spektrofotometri UV-Vis. Skripsi. Jurusan Kimia ITS. Surabaya
- Hapsoro, R. A. (2011) Perbandingan kemampuan pereduksi natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) dengan kalium oksalat ($\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$) pada analisis kadar total besi secara spektrofotometer UV-Vis. Skripsi. Institut Teknologi Sepuluh Nopember. Surabaya.
- Harmita. (2006). Analisis Kuantitatif Bahan Baku dan Sediaan Farmasi. Jakarta: Departemen Farmasi FMIPA Universitas Indonesia.
- Harmita. 2004. Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya. Majalah Ilmu Kefarmasian. Vol. I. No. 3.
- Harris, D.C. 2003. Determination of Iron with 1,10-Phenantroline , in : Quantitative Chemical Analysis. New York: W.H. Freeman and Company, pp. 258-261 , 407-422 , 461-476 , 707-709.
- Jolly, W. L. 1991. Konsep Dasar Kimia Analitik. Universitas Indonesia Press. Jakarta.
- Khopkar, S.M. (1990). Konsep Kimia Analitik. Jakarta : UI Press.

- Kirk R.E. dan Othmer, D.F., (1993), *Encyclopedia of Chemical Technology*, Vol.5, fourth edition, A Willey Interscience Publication, New York : John Wiley and Sons Co.
- Lazic, D. dkk. 2010. Stability of Tris 1,10 Phenanthroline Iron(II) Complex in Different Composites. *Journal of Chemical Industry and Chemical Engineering Quarterly*, Volume 16, pp. 193-198.
- Malik A. K. & Rao A. L. J. 1997. Spectrophotometric determination of iron(III) dimethyldithiocarbamate (ferbam). *Talanta* 44, 177–183.
- Malik, A. K. 2000. Direct Spectrophotometric Determination of Ferbam Iron (III) Dymethyldithiocarbamat in Commercial Sample and Wheat Grains after Extraction of its Bathophenantroline Tetraphenilborate Complex into Molten Naphtalen. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. Vol. 48. No. 10.
- Mohan H. 2003. Comparative antioxidant activity of individual herbal components used in ayurvedic medicine. *Phytochemistry*. 63 (1): 97-104.
- Moliner, M.A., 2009. Loyalty, Perceived Value and Relationship Quality in Healthcare Services. *Journal of Service Management*. Vol. 20 No. 1, pp. 76-97
- Miller, J. & Miller, J., 1991. *Statistik Untuk Kimia Analitik Kedua*. Bandung: ITB.
- MSDS. 2013. Material Safety retnoData Sheet Ascorbic Acid. Online. Tersedia : www.sciencelab.com/msds.
- Mulya, M. 1998. *Validasi Metode Analisis Instrumentasi Lab. Farmasi*. Surabaya : Fakultas Farmasi UNAIR.
- Othmer, D. F. dan Kirk, R. E. 1978. *Encyclopedia of Chemical Technology*. Vol 1. 2nd Edition. New York : A Willey Interscience Publication, John Willey and Sons Co.

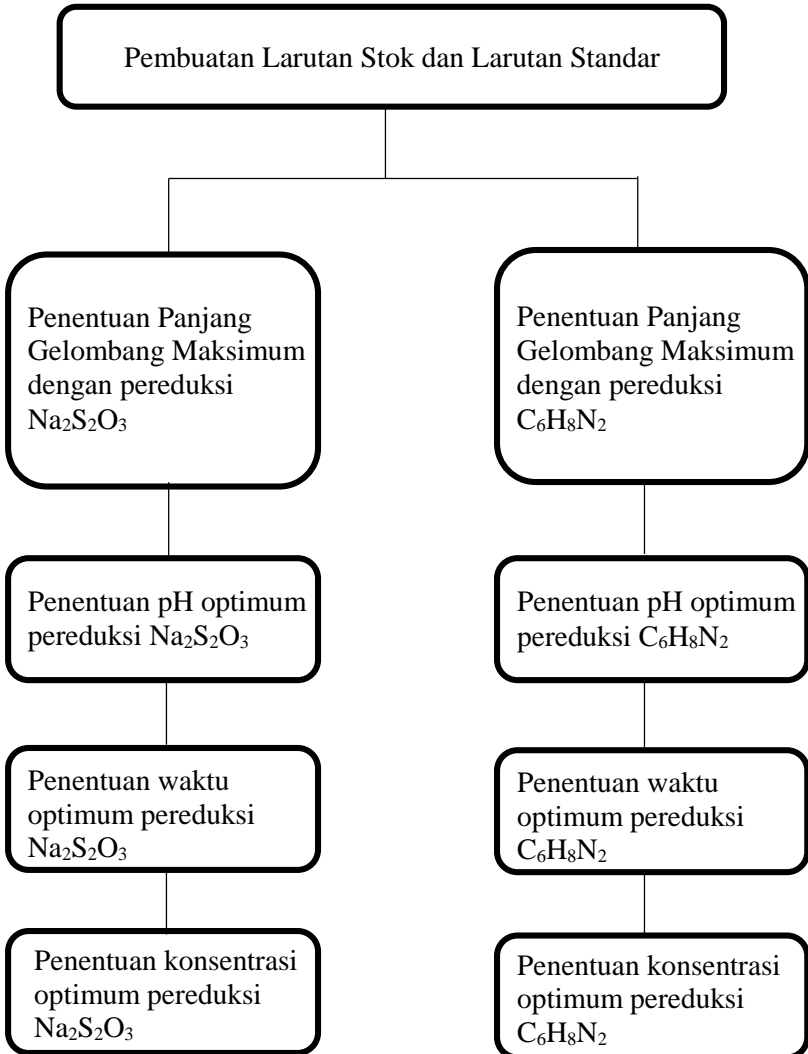
- Oxtoby, D., Gillis, H. & Nachtrieb, N., 2003. *Prinsip-Prinsip Kimia Modern*. Edisi Keempat Jilid 2 penyunt. Jakarta: Erlangga.
- Pangastuti, D.D., 2017. Perbandingan Kondisi Optimum Pereduksi Natrium Tiosulfat dan Hidrosilamin Hidroklorida Pada Analisa Total Besi Secara Spektrofotometri UV-Vis. Skripsi. Jurusan Kimia ITS. Surabaya.
- Parulian, A. 2009. Monitoring dan Analisis Kadar Aluminium (Al) dan Besi (Fe) Pada Pengolahan Air Minum PDAM Tirtanadi Sunggal. Medan : Pascasarjana Universitas Sumatera Utara (USU).
- Patnaik, P., 2003, Handbook of Inorganic Chemical, p. 867-870, 899-902, Mc Graw Hill company, Inc. New york.
- Pecsok, Robert. L, dkk, 1976. Modern Methods of Chemical Analysis. edisi kedua, John Wiley and Sons Inc, New York.
- Rahayu, W. S., Djalil, A. D & Fauziah (2007). Validasi Penetapan Kadar Besi dalam Sediaan Tablet Multivitamin dengan Metode Spektrofotometri UV-Vis. Jurnal Farmasi. Universitas Muhamadiyah. Purwokerto.
- Rajendra, T., 2014. Review on Analytical Method Development and Validation Journal of Pharmaceutical Analysis. pp. 1-10.
- Raymond, C,(2006), Kimia Dasar Edisi ketiga Jilid 1, Penerbit Erlangga, Jakarta
- Rivai, H. (1995). Asas Pemeriksaan Kimia. Jakarta: UI-Press.
- Rohman, A. (2007). Kimia Farmasi Analisis. Yogyakarta: Pustaka Pelajar
- Rohman, A. (2009). Memahami Pendidikan dan Ilmu Pendidikan. Yogyakarta: LaksBang Mediatama.
- Shyla B., Bhaskar C. V. and Nagendrappa G. 2012. Iron (III) Oxidized Nucleophilic Coupling of Catechol with o-

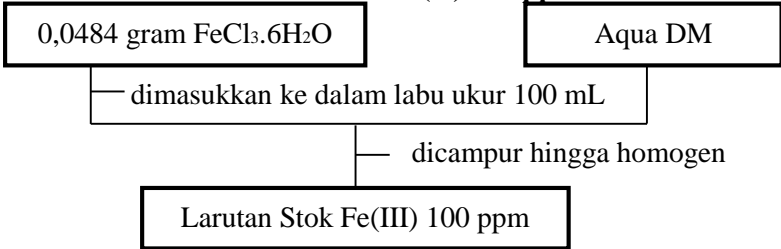
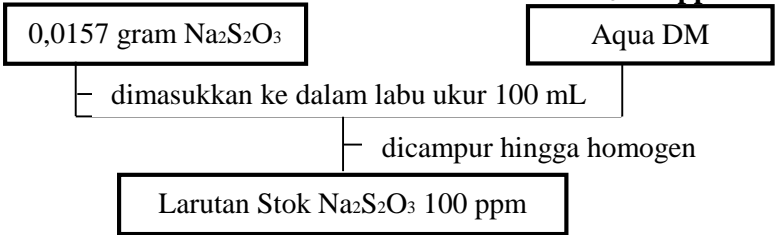
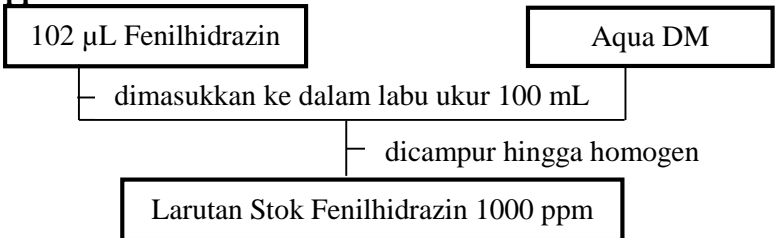
- tolidine/p-toluidine Followed by 1,10-Phenanthroline as New and Sensitivity Improved Spectrophotometric Methods for Iron Present in Chemical. Pharmaceutical. *Spechtrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy* 86, 152-158.
- Skoog, D.A, West, D.M & Crouch S.R, 2002. *Analytical Chemistry :An Introduction 7th* . Dalam: USA: Mc. Graw Hill Company.
- Skoog. D.A, West, D.M & Haller, J. 2007. *Fundamentals of Analytical Chemistry* . Hardcover: 992 pages, Publisher: Brooks Cole.
- Stephani, L. 2015. *Sintesis Basa Schiff Melalui Kondensasi Aldehida Hasil Ozonolisis Metil Ester Asam Lemak Minyak Kelapa Sawit dengan Anilina dan Fenilhidrazin yang Berfungsi Sebagai Bahan Antibakteri maupun Inhibitor Korosi pada Logam Seng*. Skripsi. Universitas Sumatera Utara. Medan.
- Sugiarso, D. et al., 1999. *Kimia Analitik I*. Surabaya: ITS Press
- Suharsimi, A. & Yuliana, L. 2009, *Manajemen Pendidikan*. Aditya Media bekerjasama dengan Fakultas Ilmu Pendidikan Universitas Negeri Yogyakarta. Yogyakarta.
- Sukardjo. 1992. *Ikatan Kimia Koordinasi*. Jakarta: PT Rineka Cipta.
- Sutrisno, H. 2004. *Penelitian Research*. Yogyakarta: BPFE.
- Torowati & Galuh, B. S. 2014. *Penentuan Nilai Limit Deteksi dan Kuantitasi Alat Titrasi Potensiometri Untuk Analisis Uranium*. Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir Kawasan Puspittek. Serpong.
- Triyati, E. 1985. *Spektrofotometer Ultra Violet dan Sinar Tampak Serta Aplikasinya Dalam Oseanologi*. 10 (1): 39-47.

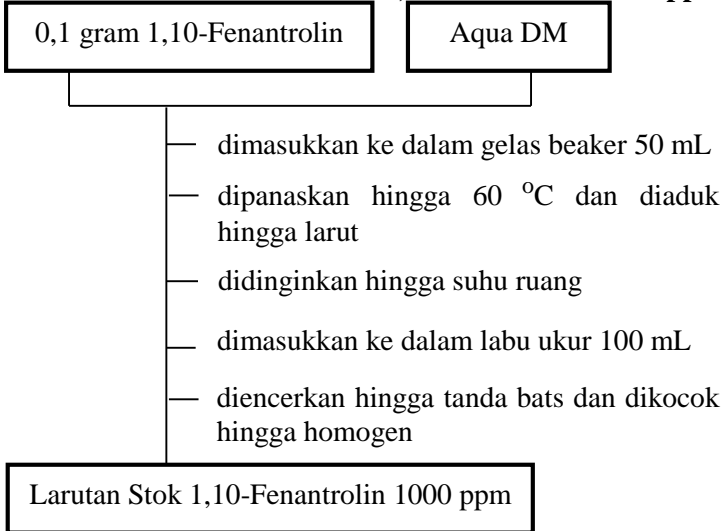
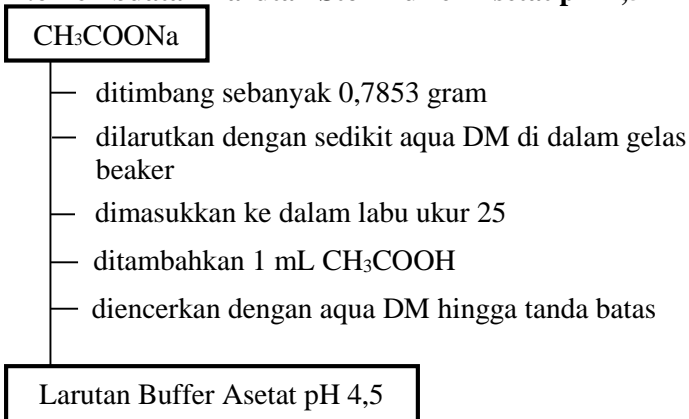
- Vogel. 1985. Buku Teks Analisa Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro. Edisi Kelima. PT. Kalman Media Pustaka, Jakarta
- Wardani, L. A. 2012. Validasi Metode Analisis dan Penentuan Kadar Vitamin C pada Minuman Buah Kemasan dengan Spektrofotometri UV-Visible. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Indonesia. Jakarta.
- WHO. 2000. Phenylhydrazine. Geneva: Concise International Chemical Assessment Document 19.
- Yusrin, 2004. Materi Kuliah Kimia Analisa Air. Semarang: Universitas Muhammadiyah.

LAMPIRAN A SKEMA KERJA

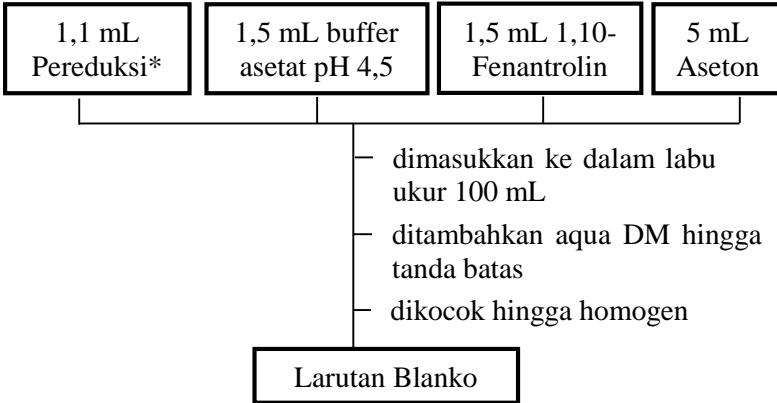
A.1 Skema Kerja



A.2 Pembuatan Larutan Stok Fe (II) 100 ppm**A.3 Pembuatan Larutan Stok Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm****A.4 Pembuatan Larutan Stok Pereduksi Fenilhidrazin 1000 ppm**

A.5 Pembuatan Larutan Stok 1,10-Fenantrolin 1000 ppm**A.6 Pembuatan Larutan Stok Buffer Asetat pH 4,5**

A.7 Pembuatan Larutan Blanko

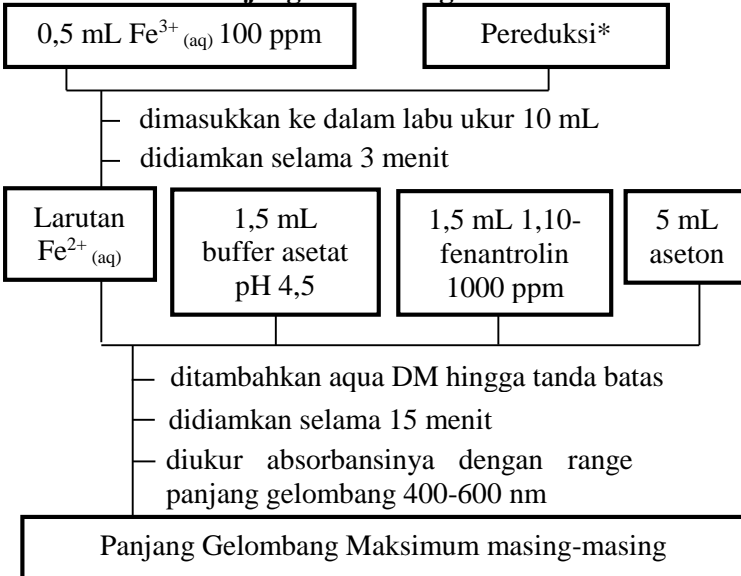


* Pereduksi yang digunakan yaitu:

- $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3(\text{aq})$ 100 ppm dengan volume 1,1 mL

- $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2(\text{aq})$ 1000 ppm dengan volume 1,1 mL

A.8 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

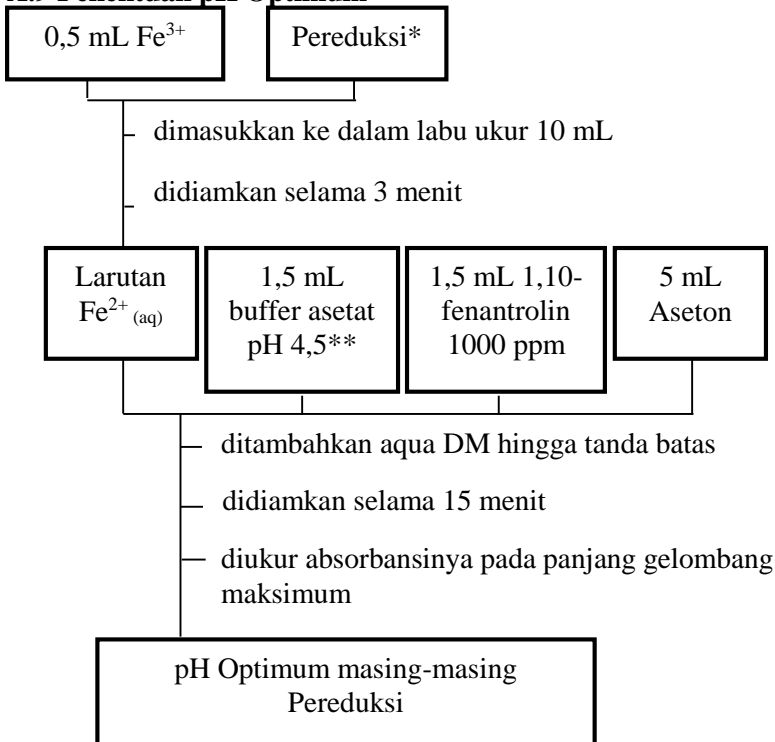


* Pereduksi yang digunakan yaitu:

- $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3(\text{aq})$ 100 ppm dengan volume 1,1 mL

- $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2(\text{aq})$ 1000 ppm dengan volume 1,1 mL

A.9 Penentuan pH Optimum

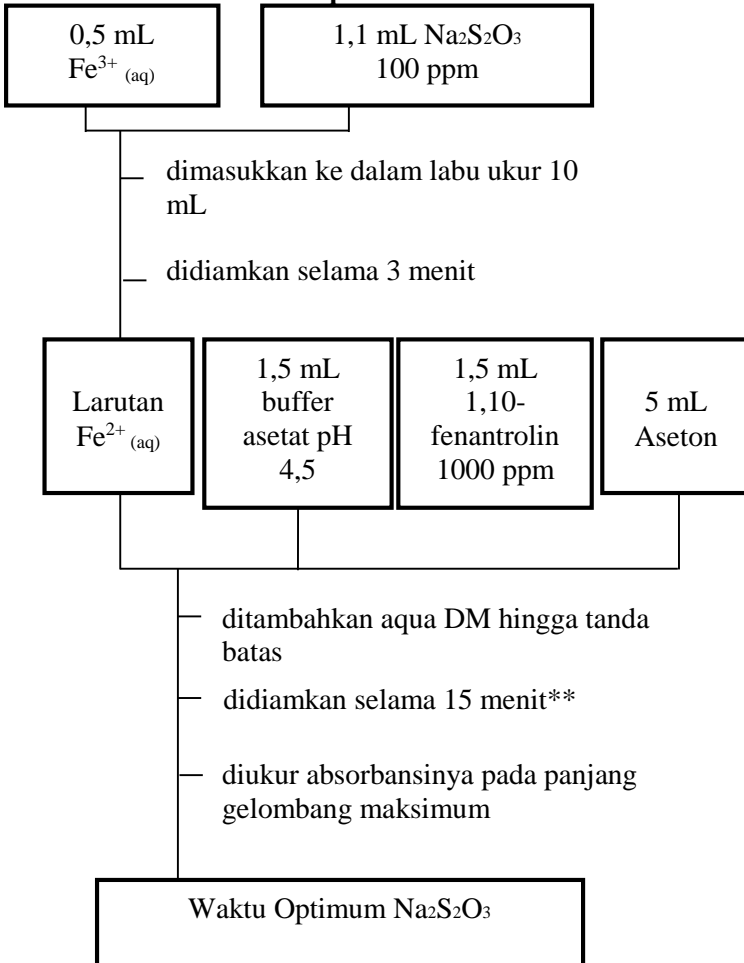


* Pereduksi yang digunakan yaitu:

- $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3(\text{aq})$ 100 ppm dengan volume 1,1 mL

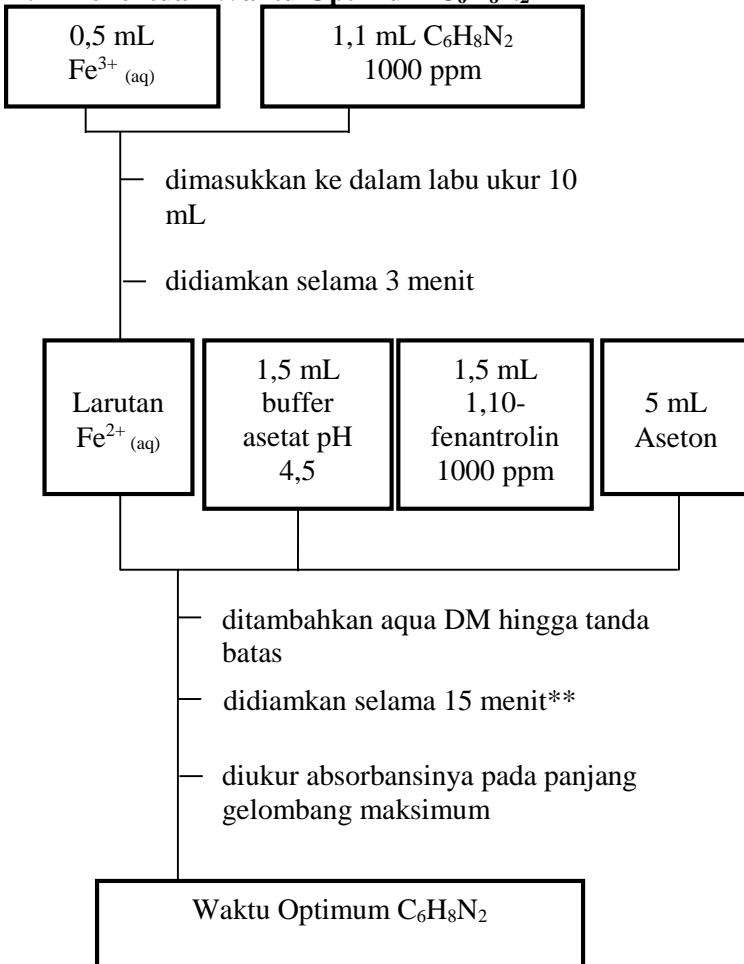
- $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2(\text{aq})$ 1000 ppm dengan volume 1,1 mL

**Dibuat variasi pH buffer asetat yaitu 3,0; 3,5; 4,0; 4,5; 5,0; 5,5

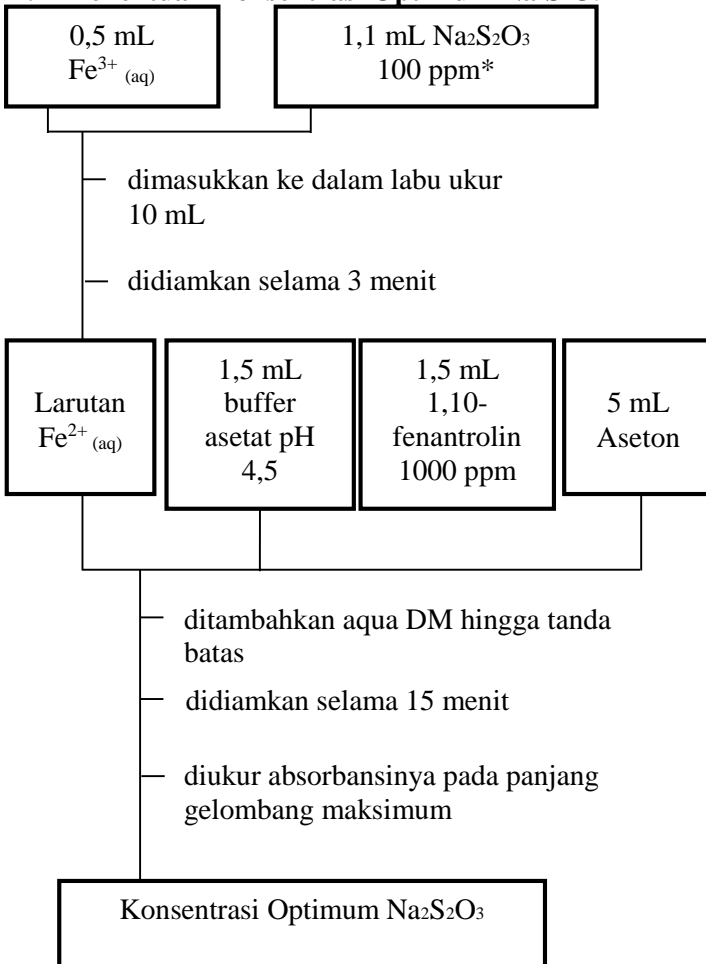
A.10 Penentuan Waktu Optimum $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 

**Dilakukan variasi waktu pendiaman $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ yaitu 0; 5; 10; 15; 20 dan 25 menit

A.11 Penentuan Waktu Optimum $C_6H_8N_2$

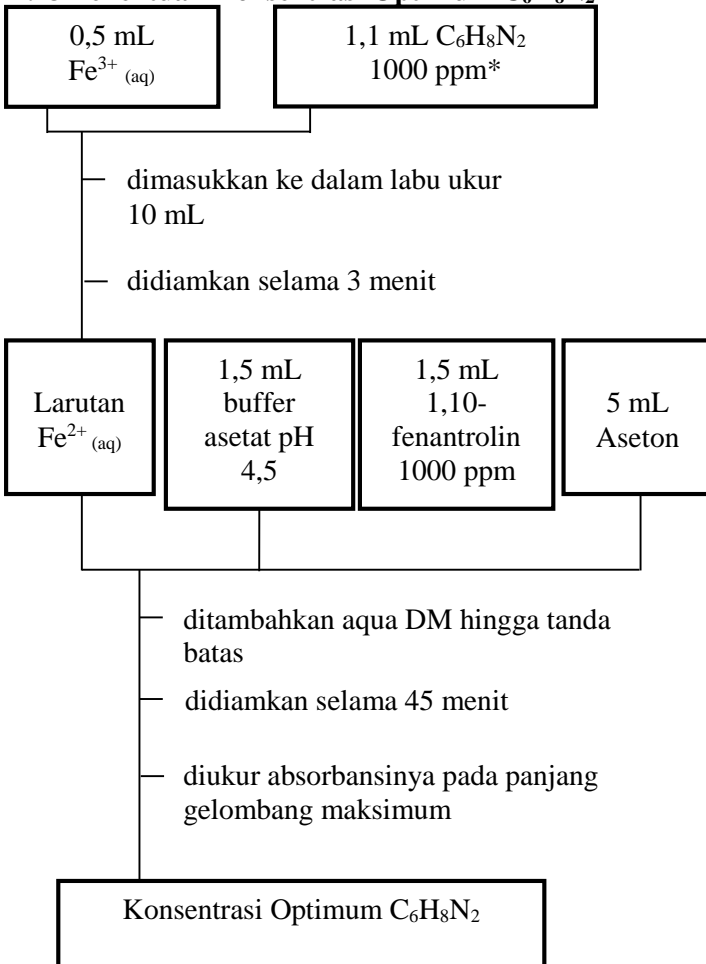


**Dilakukan variasi waktu pendiaman $C_6H_8N_2$ yaitu 0; 5; 10; 15; 30; 45; 60 dan 75 menit

A.12 Penentuan Konsentrasi Optimum $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 

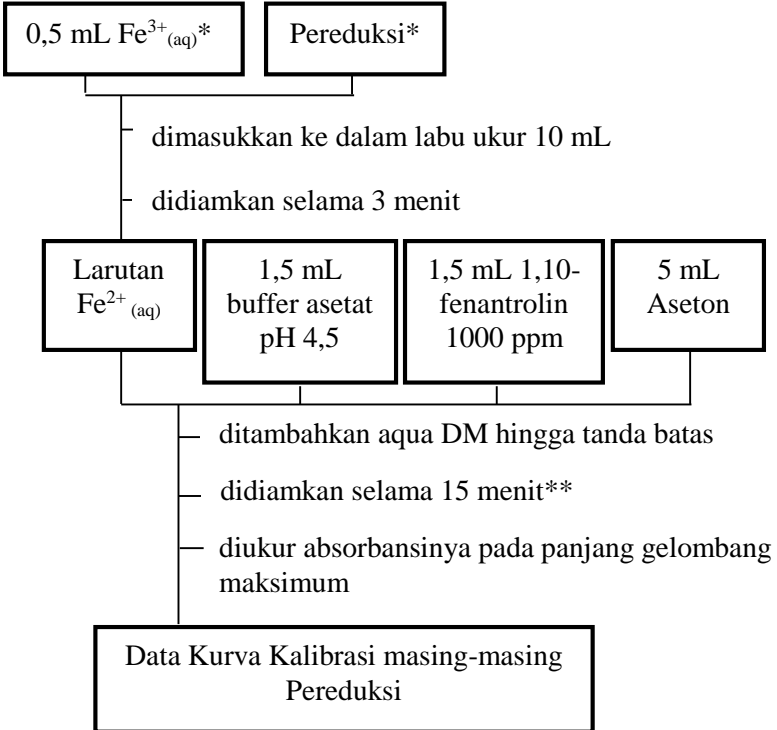
* Dilakukan variasi konsentrasi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3(\text{aq})$ yaitu 5; 7; 9; 11 dan 13 ppm

A.13 Penentuan Konsentrasi Optimum $C_6H_8N_2$



* Dilakukan variasi konsentrasi $C_6H_8N_2$ (aq) yaitu 50; 70; 90; 110 dan 130 ppm

A.14 Penentuan Kurva Kalibrasi



* Divarian konsentrasi Fe³⁺_(aq) yaitu 1; 2; 3; 4; dan 5 ppm

** Pereduksi yang digunakan yaitu:

-Na₂S₂O_{3(aq)} 100 ppm dengan volume 1,1 mL

-C₆H₈N_{2(aq)} 1000 ppm dengan volume 0,9 mL

*** Untuk C₆H₈N_{2(aq)} digunakan waktu pendiaman selama 45 menit

LAMPIRAN B PERHITUNGAN PEMBUATAN LARUTAN

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

- $$\frac{ppm\ Fe}{ppm\ FeCl_3 \cdot 6H_2O} = \frac{Ar\ Fe}{Mr\ FeCl_3 \cdot 6H_2O}$$
- $$ppm\ FeCl_3 \cdot 6H_2O = \frac{ppm\ Fe \times Mr\ FeCl_3 \cdot 6H_2O}{Ar\ Fe}$$
- $$ppm\ FeCl_3 \cdot 6H_2O = \frac{100\ ppm \times 270,47\ gr/mol}{55,85\ gr/mol}$$
- $$ppm\ FeCl_3 \cdot 6H_2O = 484,279\ ppm = 484,279\ mg/L$$
- $$ppm\ FeCl_3 \cdot 6H_2O = \frac{massa\ FeCl_3 \cdot 6H_2O}{Volum\ Aqua\ DM}$$
- $$484,279\ mg/L = \frac{massa\ FeCl_3 \cdot 6H_2O}{100\ mL}$$
- $$Massa\ FeCl_3 \cdot 6H_2O = 484,279\ mg/L \times 0,1\ L$$
- $$Massa\ FeCl_3 \cdot 6H_2O = 48,4279\ mg$$
- $$Massa\ FeCl_3 \cdot 6H_2O = 0,0484\ gr$$

B.2. Pembuatan Larutan Stok Na₂S₂O₃

- $$\frac{ppm\ Na_2S_2O_3}{ppm\ Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O} = \frac{Ar\ Na_2S_2O_3}{Mr\ Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O}$$
- $$ppm\ Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O = \frac{ppm\ Na_2S_2O_3 \times Mr\ Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O}{Ar\ Na_2S_2O_3}$$
- $$ppm\ Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O = \frac{100\ ppm \times 248,092\ g/mol}{158,097\ g/mol}$$
- $$ppm\ Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O = 156,92\ ppm = 156,92\ mg/L$$
- $$ppm\ Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O = \frac{massa\ Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O}{Volume\ aqua\ DM}$$
- $$156,92\ mg/L = \frac{massa\ Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O}{100\ mL}$$

$$\text{Massa Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O} = 156,92 \text{ mg/L} \times 0,1 \text{ L}$$

$$\text{Massa Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O} = 15,692 \text{ mg}$$

$$\text{Massa Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O} = 0,0157 \text{ gr}$$

Adapun larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dilakukan variasi konsentrasi yakni 5; 7; 9; 11; dan 13 ppm. Berikut merupakan perhitungannya

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

$$100 \text{ ppm} \cdot V1 = 5 \text{ ppm} \cdot 10 \text{ mL}$$

$$V1 = 0,5 \text{ mL}$$

Tabel B. 1 Tabel volume $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ yang diambil

Konsentrasi Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (ppm)	Volume ambil larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (mL)
5	0,5
7	0,7
9	1,0
11	1,1
13	1,3

B.3. Pembuatan Larutan Stok $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ 1000 ppm

$$\begin{aligned} \text{Volume C}_6\text{H}_8\text{N}_2 &= \frac{1000 \text{ ppm} \times 100 \text{ ml}}{10^6} \\ &= 0,1 \text{ mL} \times \frac{100 \%}{99 \%} \\ &= 102 \text{ mL} \end{aligned}$$

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

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

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

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

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

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

$$\text{massa 1,10-fenantrolin} = 0,1 \text{ gr}$$

B.5. Pembuatan Larutan Stok Buffer Asetat Ph 4,5

Larutan buffer asetat Ph 4,5 dibuat dari padatan natrium asetat (CH_3COONa) yang dilarutkan dalam 1 mL asam asetat glasial (CH_3COOH) dan sejumlah aqua DM. Perhitungannya dapat dilihat berikut ini.

- $\text{CH}_3\text{COOH} = 99\% \times \rho \text{ CH}_3\text{COOH}$

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

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

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

Konsentrasi tersebut selanjutnya diubah dalam bentuk molaritas (M).

- $M \text{ CH}_3\text{COOH} = \frac{1038,5 \text{ gr/L}}{Mr \text{ CH}_3\text{COOH}}$

$$= \frac{1038,5 \text{ gr/L}}{65,052 \text{ gr/mol}}$$

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

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

Dari CH_3COOH diambil sebanyak 1 mL dan diencerkan dalam 25 mL larutan sehingga dapat diketahui mol CH_3COOH , dengan perhitungan sebagai berikut:

- $M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$

$$17,3 \text{ mol/L} \times 1 \text{ mL} = M_2 \times 25 \text{ mL}$$

$$M_2 = 0,692 \text{ mol}$$

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

$$= 0,692 \text{ mol} \times 0,025 \text{ L}$$

$$= 0,0173 \text{ mol}$$

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

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

$$[10^{-4,5}] = 1,75 \cdot 10^{-5} \times \left[\frac{0,0173 \text{ mol}}{x \text{ mol}} \right]$$

$$x = \frac{0,0173 \times 1,75 \times 10^{-5}}{10^{-4,5}}$$

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

- Massa CH_3COONa yang dibutuhkan:

$$\text{massa} = \text{mol} \times \text{mr}$$

$$= 0,00957 \text{ mol} \times 82,03 \text{ gram/mol}$$

$$= 0,7853 \text{ gram}$$

Jadi, CH_3COONa yang dibutuhkan adalah sebanyak 0,7853 gram untuk membuat larutan buffer asetat pH 4,5 yang nantinya akan ditambahkan 1 mL CH_3COOH dalam labu ukur 25 mL.

LAMPIRAN C| PERHITUNGAN LINEARITAS

C.1 Perhitungan Persamaan Regresi Linear Kurva Kalibrasi

Berdasarkan hukum Lambert-Beer yang menyatakan:

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

Keterangan :

A = absorbansi

ϵ = tetapan absorptivitas molar

b = tebal medium penyerap dalam satuan cm

c = konsentrasi Fe^{3+} dengan satuan ppm

Jika absorbansi (A) sebagai koordinat X dan konsentrasi Fe^{3+} 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 Linier Kurva Kalibrasi dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

$[\text{Fe}^{3+}]$ ppm (x)	Absorbansi (y)	x^2	x.y
1	0,060	1	0,060
2	0,170	4	0,339
3	0,253	9	0,758
4	0,338	16	1,350
5	0,432	25	2,160
$\sum x = 15$	$\sum y = 1,251$	$\sum x^2 = 55$	$\sum x \cdot y = 4,666$

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

$$B = \frac{5(4,666) - (15 \times 1,251)}{(5 \times 55) - (15)^2}$$

$$B = \frac{23,33 - 18,765}{275 - 225}$$

$$B = \frac{4,565}{50}$$

$$B = 0,0913$$

- $A = \frac{1,251 - (0,0913 \times 15)}{5}$

$$A = \frac{1,251 - 1,3695}{5}$$

$$A = -0,0237$$

Persamaan regresi linear kurva kalibrasi larutan standar besi adalah:

$$y = Bx + A$$

$$y = 0,0913x - 0,0237$$

Tabel C. 2 Perhitungan Persamaan Regresi Linier Kurva Kalibrasi dengan Pereduksi $C_6H_8N_2$

$[Fe^{3+}]$ ppm (x)	Absorbansi (y)	x^2	x.y
1	0,097	1	0,097
2	0,156	4	0,312
3	0,221	9	0,662
4	0,271	16	1,082
5	0,341	25	1,703
$\Sigma x = 15$	$\Sigma y = 1,084$	$\Sigma x^2 = 55$	$\Sigma x.y = 3,855$

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

$$B = \frac{5(3,855) - (15 \times 1,084)}{(5 \times 55) - (15)^2}$$

$$B = \frac{19,275 - 16,26}{275 - 225}$$

$$B = \frac{3,015}{50}$$

$$B = 0,0603$$

- $A = \frac{1,084 - (0,0603 \times 15)}{5}$

$$A = \frac{1,084 - 0,9045}{5}$$

$$A = 0,0363$$

Persamaan regresi linear kurva kalibrasi larutan standar besi adalah:

$$y = Bx + A$$

$$y = 0,0603x + 0,0363$$

C. 2. Perbandingan Koefisien Korelasi Kurva Kalibrasi

Koefisien korelasi (r) digunakan untuk seberapa baik kumpulan titik penelitian yang sesuai dengan garis lurus. Nilai r dapat dihitung dengan menggunakan persamaan sebagai berikut :

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

Keterangan :

r = koefisien korelasi

y = absorbansi

\bar{x} = rata-rata konsentrasi Fe^{3+}

\bar{y} = rata-rata absorbansi

Tabel C. 3 Data Perhitungan Koefisien Korelasi Kurva Kalibrasi dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

x	y	$(x - \bar{x})^2$	$(y - \bar{y})^2$	$(x - \bar{x})(y - \bar{y})$
1,000	0,060	4	0,0363284	0,3812
2,000	0,170	1	0,0064964	0,0806
3,000	0,253	0	0,0000058	0
4,000	0,338	1	0,0076388	0,0874
5,000	0,432	4	0,0329060	0,3628
$\bar{x} = 3$	$\bar{y} = 0,251$	$\Sigma = 10$	$\Sigma = 0,0833752$	$\Sigma = 0,912$

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

$$r = \frac{0,912}{\sqrt{(10)(0,0833752)}}$$

$$r = \frac{0,912}{\sqrt{0,833752}}$$

$$r = \frac{0,912}{0,913100}$$

$$r = 0,9988$$

$$r^2 = 0,9976$$

Tabel C. 4 Data Perhitungan Koefisien Korelasi Kurva Kalibrasi dengan Pereduksi $C_6H_8N_2$

x	y	$(x - \bar{x})^2$	$(y - \bar{y})^2$	$(x - \bar{x})(y - \bar{y})$
1,000	0,097	4	0,0144480	0,2404
2,000	0,156	1	0,0037454	0,0612
3,000	0,221	0	0,0000144	0
4,000	0,271	1	0,0028944	0,0538
5,000	0,341	4	0,0153264	0,2476
$\bar{x} = 3$	$\bar{y} = 0,217$	$\Sigma = 10$	$\Sigma = 0,0364288$	$\Sigma = 0,603$

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

$$r = \frac{0,603}{\sqrt{(10)(0,0364288)}}$$

$$r = \frac{0,603}{\sqrt{0,364288}}$$

$$r = \frac{0,603}{0,603563}$$

$$r = 0,9991$$

$$r^2 = 0,9981$$

C. 3 Perhitungan Uji-t terhadap Kurva Kalibrasi

Uji-t digunakan untuk mengetahui ada atau tidaknya hubungan korelasi dengan persamaan yang ada. Berikut rumus untuk uji-t:

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

Dimana:

H_0 = tidak ada korelasi antara absorbansi dengan konsentrasi apabila nilai $t_{hitung} > t_{tabel}$

H_1 = Ada korelasi antar absorbansi dengan konsentrasi apabila nilai $t_{hitung} < t_{tabel}$

C.3.1 Perhitungan Uji-t terhadap kurva kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Diketahui pada kurva kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ nilai $r = 0,9988$ dan nilai $r^2 = 0,9976$, maka nilai t hitung ditunjukkan pada perhitungan di bawah ini:

$$\begin{aligned} t &= |r| \frac{\sqrt{(n-2)}}{\sqrt{(1-r^2)}} \\ t &= |0,9988| \frac{\sqrt{(5-2)}}{\sqrt{(1-0,9976)}} \\ t &= |0,9988| \frac{\sqrt{3}}{\sqrt{0,0024}} \\ t &= |0,9988| \frac{1,7320}{0,0490} \\ t &= |0,9988| 35,35 \\ t &= 35,31 \end{aligned}$$

Nilai derajat kebebasan:

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

Nilai t_{hitung} yang diperoleh sebesar 35,31 kemudian dibandingkan dengan nilai t_{tabel} dari nilai kritik sebaran t yaitu 3,18 untuk derajat kebebasan 3 dengan selang kepercayaan 95%. Karena nilai $t_{hitung} > t_{tabel}$ maka H_0 ditolak dan dapat disimpulkan bahwa terdapat korelasi antara absorbansi dengan konsentrasi.

C.3.2 Perhitungan Uji-t terhadap kurva kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi C₆H₈N₂

Diketahui pada kurva kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi Na₂S₂O₃ nilai $r = 0,9991$ dan nilai $r^2 = 0,9981$, maka nilai t hitung ditunjukkan pada perhitungan di bawah ini:

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

$$t = |0,9991| \frac{\sqrt{(5-2)}}{\sqrt{(1-0,9981)}}$$

$$t = |0,9991| \frac{\sqrt{3}}{\sqrt{0,0019}}$$

$$t = |0,9991| \frac{1,7320}{0,0436}$$

$$t = |0,9991| 39,72$$

$$t = 39,68$$

Nilai derajat kebebasan:

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

Nilai t_{hitung} yang diperoleh sebesar 39,68 kemudian dibandingkan dengan nilai t_{tabel} dari nilai kritik sebaran t yaitu 3,18 untuk derajat kebebasan 3 dengan selang kepercayaan 95%. Karena nilai $t_{hitung} > t_{tabel}$ maka H_0 ditolak dan dapat disimpulkan bahwa terdapat korelasi antara absorbansi dengan konsentrasi.

LAMPIRAN D PERHITUNGAN PRESENSI

D.1 Pereduksi Natrium Tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)

D.1.1. Perhitungan Presensi pada pH Optimum Buffer Asetat

Untuk mengetahui tingkat presensi dapat ditentukan dengan menghitung *Relative Standar Deviation* (RSD) dan *Coefficient of Variation* (CV). Sebagai contoh perhitungan pada buffer asetat 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	0,411	0,412	-1	1
2	0,413	0,412	1	1
n = 2				$\sum = 2$

Dilakukan perhitungan dengan formula sebagai berikut:

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

$$s = \sqrt{\frac{2}{1}}$$

$$s = \sqrt{2}$$

$$s = 1,4 \times 10^{-3}$$

Keterangan:

s = Simpangan baku

x = Hasil pengukuran ke n

\bar{x} = Rata-rata hasil pengukuran

n = Jumlah pengulangan

Dari hasil perhitungan rata-rata dan standar deviasi tersebut dapat diperoleh nilai CV dan RSD.

Nilai CV sebesar:

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

$$CV = \frac{1,4 \times 10^{-3}}{0,412} \times 100\%$$

$$CV = 0,3433\%$$

Nilai RSD sebesar:

$$\begin{aligned} \text{RSD} &= \frac{s}{\bar{x}} \times 1000 \text{ ppt} \\ \text{RSD} &= \frac{1,4 \times 10^{-3}}{0,412} \times 1000 \text{ ppt} \\ \text{RSD} &= 3,4326 \text{ ppt} \end{aligned}$$

Dari penelitian yang telah dilakukan, diperoleh data sebagai berikut.

Tabel D.2 Data Penentuan pH Optimum Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

N	pH	Absorbansi	SD	CV (%)	RSD (ppt)
1	3	0,303	0,002121	0,6967	6,9666
2		0,306			
1	3,5	0,321	0,000707	0,2206	2,2063
2		0,320			
1	4	0,369	0,000707	0,1919	1,9189
2		0,368			
1	4,5	0,413	0,001414	0,3433	3,4326
2		0,411			
1	5	0,342	0,000707	0,2065	2,0645
2		0,343			
1	5,5	0,255	0	0	0
2		0,255			

Keterangan:

SD = Standar Deviasi

CV = *Coefficient of Variation* (%)

RSD = *Relative Standard Deviation* (ppt)

D.1.2. Perhitungan Presisi pada Waktu Optimum

Untuk mengetahui tingkat presisi dapat ditentukan dengan menghitung *Relative Standar Deviation* (RSD) dan *Coefficient of*

Variation (CV). Sebagai contoh perhitungan pada waktu pendiaman 15 menit, maka dapat dihitung sebagai berikut.

Tabel D.3 Perhitungan pada Waktu Pendiaman 15 menit

n	x	\bar{x}	$x - \bar{x}$	$(x - \bar{x})^2$
1	0,382	0,382	0	0
2	0,382	0,382	0	0
n = 2				$\Sigma = 0$

Dilakukan perhitungan dengan formula sebagai berikut:

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

$$s = \sqrt{\frac{0}{0}}$$

$$s = \sqrt{0}$$

$$s = 0$$

Dari hasil perhitungan rata-rata dan standar deviasi tersebut dapat diperoleh nilai CV dan RSD.

Nilai CV sebesar:

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

$$CV = \frac{0}{0,382} \times 100\%$$

$$CV = 0\%$$

Nilai RSD sebesar:

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

$$RSD = \frac{0}{0,382} \times 1000 \text{ ppt}$$

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

Dari penelitian yang telah dilakukan, diperoleh data sebagai berikut.

Tabel D.4 Data Penentuan Waktu Optimum Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

n	Waktu (menit)	Absorbansi	SD	CV (%)	RSD (ppt)
1	0	0,223	0	0	0
2		0,223			
1	5	0,243	0,000707	0,2904	2,9039
2		0,244			
1	10	0,313	0,000707	0,2256	2,2555
2		0,314			
1	15	0,382	0	0	0
2		0,382			
1	20	0,354	0,001414	0,4006	4,0063
2		0,352			
1	25	0,295	0,000707	0,2393	2,3929
2		0,296			

D.1.3. Perhitungan Presisi pada Konsentrasi Optimum

Untuk mengetahui tingkat presisi dapat ditentukan dengan menghitung *Relative Standar Deviation* (RSD) dan *Coefficient of Variation* (CV). Sebagai contoh perhitungan pada konsentrasi 11 ppm, maka dapat dihitung sebagai berikut.

Tabel D. 5 Perhitungan pada Waktu Pendiamaan 15 menit

N	x	\bar{x}	$x - \bar{x}$	$(x - \bar{x})^2$
1	0,368	0,369	-1	1
2	0,369	0,369	0	0
n = 2				$\Sigma = 1$

Dilakukan perhitungan dengan formula sebagai berikut:

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

$$s = \sqrt{\frac{1}{1}}$$

$$s = \sqrt{1}$$

$$s = 1$$

Dari hasil perhitungan rata-rata dan standar deviasi tersebut dapat diperoleh nilai CV dan RSD.

Nilai CV sebesar:

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

$$CV = \frac{1}{0,369} \times 100\%$$

$$CV = 0,1919\%$$

Nilai RSD sebesar:

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

$$RSD = \frac{1}{0,369} \times 1000 \text{ ppt}$$

$$RSD = 1,9189 \text{ ppt}$$

Dari penelitian yang telah dilakukan, diperoleh data sebagai berikut.

Tabel D. 6 Data Penentuan Konsentrasi Optimum Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

n	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi	SD	CV (%)	RSD (ppt)
1	5	0,214	0	0	0
2		0,214			
1	7	0,235	0,000707	0,3003	3,0026
2		0,236			
1	9	0,287	0,001414	0,4910	4,9105
2		0,289			
1	11	0,368	0,000707	0,1919	1,9189
2		0,369			
1	13	0,266	0,001414	0,5297	5,2967
2		0,268			

D.2 Pereduksi Fenilhidrazin (C₆H₈N₂)

D.2.1. Perhitungan Presisi pada pH Optimum Buffer Asetat

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

Tabel D. 7 Perhitungan Buffer Asetat pH 4,5

N	x	\bar{x}	$x - \bar{x}$	$(x - \bar{x})^2$
1	0,276	0,277	-1	1
2	0,277	0,277	0	0
n = 2				$\Sigma = 1$

Dilakukan perhitungan dengan formula sebagai berikut:

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

$$s = \sqrt{\frac{1}{1}}$$

$$s = \sqrt{1}$$

$$s = 1$$

Dari hasil perhitungan rata-rata dan standar deviasi tersebut dapat diperoleh nilai CV dan RSD.

Nilai CV sebesar:

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

$$CV = \frac{1}{0,277} \times 100\%$$

$$CV = 0,2553\%$$

Nilai RSD sebesar:

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

$$RSD = \frac{1}{0,277} \times 1000 \text{ ppt}$$

$$RSD = 2,5527 \text{ ppt}$$

Dari penelitian yang telah dilakukan, diperoleh data sebagai berikut.

Tabel D. 8 Data Penentuan pH Optimum Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi $C_6H_8N_2$

N	pH	Absorbansi	SD	CV (%)	RSD (ppt)
1	3	0,238	0,000707	0,2971	2,9710
2		0,237			
1	3,5	0,259	0	0	0
2		0,259			
1	4	0,268	0,000707	0,2629	2,6286
2		0,269			
1	4,5	0,276	0,000707	0,2553	2,5527
2		0,277			
1	5	0,256	0	0	0
2		0,256			
1	5,5	0,244	0	0	0
2		0,244			

D.2.2. Perhitungan Presisi pada Waktu Optimum

Untuk mengetahui tingkat presisi dapat ditentukan dengan menghitung *Relative Standar Deviation* (RSD) dan *Coefficient of Variation* (CV). Sebagai contoh perhitungan pada waktu pendiaman 15 menit, maka dapat dihitung sebagai berikut.

Tabel D. 9 Perhitungan pada Waktu Pendiaman 15 menit

n	x	\bar{x}	$x - \bar{x}$	$(x - \bar{x})^2$
1	0,359	0,359	0	0
2	0,359	0,359	0	0
n = 2				$\Sigma = 0$

Dilakukan perhitungan dengan formula sebagai berikut:

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

$$s = \sqrt{\frac{0}{0}}$$

$$s = \sqrt{0}$$

$$s = 0$$

Dari hasil perhitungan rata-rata dan standar deviasi tersebut dapat diperoleh nilai CV dan RSD.

Nilai CV sebesar:

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

$$CV = \frac{0}{0,359} \times 100\%$$

$$CV = 0\%$$

Nilai RSD sebesar:

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

$$RSD = \frac{0}{0,359} \times 1000 \text{ ppt}$$

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

Dari penelitian yang telah dilakukan, diperoleh data sebagai berikut.

Tabel D. 10 Data Penentuan Waktu Optimum Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $C_6H_8N_2$

n	Waktu (menit)	Absorbansi	SD	CV (%)	RSD (ppt)
1	5	0,224	0	0	0
2		0,224			
1	10	0,235	0	0	0
2		0,235			
1	15	0,258	0	0	0
2		0,258			
1	30	0,280	0,000707	0,2521	2,5209
2		0,281			
1	45	0,359	0	0	0
2		0,359			
1	60	0,347	0,000707	0,2305	2,0348
2		0,348			
1	75	0,312	0	0	0
2		0,312			

D.2.3. Perhitungan Presisi pada Konsentrasi Optimum

Untuk mengetahui tingkat presisi dapat ditentukan dengan menghitung *Relative Standar Deviation* (RSD) dan *Coefficient of Variation* (CV). Sebagai contoh perhitungan pada konsentrasi 11 ppm, maka dapat dihitung sebagai berikut.

Tabel D. 11 Perhitungan pada Waktu Pendiaman 15 menit

N	x	\bar{x}	$x - \bar{x}$	$(x - \bar{x})^2$
1	0,345	0,345	0	0
2	0,345	0,345	0	0
n = 2				$\Sigma = 0$

Dilakukan perhitungan dengan formula sebagai berikut:

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

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

$$s = \sqrt{0}$$

$$s = 0$$

Dari hasil perhitungan rata-rata dan standar deviasi tersebut dapat diperoleh nilai CV dan RSD.

Nilai CV sebesar:

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

$$CV = \frac{0}{0,345} \times 100\%$$

$$CV = 0 \%$$

Nilai RSD sebesar:

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

$$RSD = \frac{0}{0,345} \times 1000 \text{ ppt}$$

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

Dari penelitian yang telah dilakukan, diperoleh data sebagai berikut.

Tabel D. 12 Data Penentuan Konsentrasi Optimum Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $C_6H_8N_2$

n	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi	SD	CV (%)	RSD (ppt)
1	50	0,242	0,000707	0,2910	0,9099
2		0,243			
1	70	0,266	0,000707	0,2648	2,6483
2		0,267			
1	90	0,345	0	0	0
2		0,345			
1	110	0,333	0,000707	0,2117	2,1171
2		0,334			
1	130	0,318	0,000707	0,2217	2,2166
2		0,319			

LAMPIRAN E PERHITUNGAN PERSEN

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

$$\% = \frac{\text{konsentrasi Fe terukur}}{\text{konsentrasi Fe awal}} \times 100 \%$$

Tabel E.1 merupakan perhitungan % *recovery* (persen) terhadap kurva kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi Natrium Tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) dengan persamaan garis yang diperoleh sebesar $y = 0,0913x - 0,0237$.

Tabel E. 1 Data perhitungan % *recovery* terhadap kurva kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

konsentrasi (ppm)	slope	intersep	absorbansi	Fe (awal)	Fe (terukur)	% <i>recovery</i>
5	0,0913	0,0237	0,214	5	2,60	52,07
7	0,0913	0,0237	0,236	5	2,84	56,89
9	0,0913	0,0237	0,288	5	3,41	68,28
11	0,0913	0,0237	0,369	5	4,30	86,02
13	0,0913	0,0237	0,267	5	3,18	63,68

Tabel E.2 merupakan perhitungan % *recovery* (persen) terhadap kurva kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi Fenilhidrazin ($\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$) dengan persamaan garis yang diperoleh sebesar $y = 0,0603x + 0,0363$.

Tabel E. 2 Data perhitungan % *recovery* terhadap kurva kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi $C_6H_8N_2$

konsentrasi (ppm)	slope	intersep	absorbansi	Fe ³⁺ (awal)	Fe (terukur)	% <i>recovery</i>
50	0,0603	0,0363	0,243	5	4,63	92,64
70	0,0603	0,0363	0,267	5	5,03	100,60
90	0,0603	0,0363	0,345	5	6,32	126,47
110	0,0603	0,0363	0,334	5	6,14	122,82
130	0,0603	0,0363	0,319	5	5,89	117,84

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BIODATA PENULIS



Penulis dilahirkan di Tangerang, 16 Desember 1997 yang merupakan anak pertama dari tiga bersaudara. Penulis telah menepuh pendidikan formal yaitu di SDIT Nurfatahillah (2003-2009), SMPIT Al-Kahfi (2009-2012) dan SMAIT Al-Kahfi (2012-2015). Penulis melanjutkan jenjang S1 di Departemen Kimia Fakultas Sains, Institut Teknologi Sepuluh Nopember melalui jalur mandiri dan terdaftar dengan Nomor Registrasi Pokok (NRP) 01211540000118. Pada tahun kedua penulis pernah menjadi staff Himpunan Departemen Kimia dan pada tahun ketiga penulis pernah menjadi Kabinet Himpunan Departemen Kimia. Penulis pernah menjalani kerja praktik di Pertamina Lubricant Gresik. Selama kerja praktik, penulis ditempatkan di Laboratorium Kimia. Penulis menyelesaikan program sarjana dengan mengambil tugas akhir di bidang Instrumentasi dan Metode Analisis dibawah bimbingan R.Djarot Sugiarso K.S.,M.S. Penulis dapat dihubungi melalui ratriaisya@gmail.com