



**SKRIPSI**

**PENGEMBANGAN METODE ANALISIS BESI  
MELALUI OPTIMASI KEMAMPUAN AGEN  
PEREDUKSI  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  DAN  $\text{NaBH}_4$  UNTUK  
MEREDUKSI BESI (III) MENJADI BESI (II)**

**NADYA ZAHIROH  
NRP. 0121154000009**

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

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



**SCRIPT**

**DEVELOPMENT OF IRON ANALYSIS METHOD  
THROUGH OPTIMAZION OF  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  AND  $\text{NaBH}_4$   
REDUCTING ACCESS TO IRON (III) BECOME  
IRON (II)**

**NADYA ZAHIROH  
NRP. 0121154000009**

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

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

**PENGEMBANGAN METODE ANALISIS BESI  
MELALUI OPTIMASI KEMAMPUAN AGEN  
PEREDUKSI  $\text{NaS}_2\text{O}_3$  dan  $\text{NaBH}_4$  UNTUK  
MEREDUKSI 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

Disusun Oleh:

**NADYA ZAHIROH**  
**NRP 0121154000009**

**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 $\text{NaBH}_4$ UNTUK MEREDUKSI BESI (III) MENJADI BESI (II)

### SKRIPSI

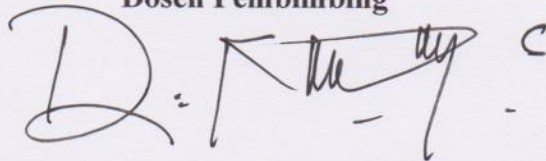
Disusun oleh:

**NADYA ZAHIROH**  
**NRP 0121154000009**

Surabaya, 27 Mei 2019

Menyetujui,

Dosen Pembimbing



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

Mengetahui,

Kepala Departemen Kimia



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

**PENGEMBANGAN METODE ANALISIS BESI  
MELALUI OPTIMASI KEMAMPUAN AGEN  
PEREDUKSI  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  DAN  $\text{NaBH}_4$  UNTUK  
MEREDUKSI BESI (III) MENJADI BESI (II)**

**Nama** : Nadya Zahiroh  
**NRP** : 0121154000009  
**Departemen** : Kimia ITS  
**Dosen Pembimbing** : Drs. R. Djarot Sugiarto, K.S., M.S

**Abstrak**

Penentuan kadar besi dilakukan dengan metode Spektrofotometer UV-Vis dengan mereduksi Fe(III) menjadi Fe(II) menggunakan pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  dan  $\text{NaBH}_4$ . Penelitian ini bertujuan untuk membandingkan aktivitas pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  dan  $\text{NaBH}_4$ . Variabel yang divariasikan adalah pH buffer asetat optimum, waktu pembentukan kompleks optimum, dan konsentrasi pereduksi optimum dalam penentuan kadar besi (Fe). Pada penelitian ini  $\text{NaBH}_4$  diajukan sebagai alternatif pereduksi. Panjang gelombang maksimum Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  dan  $\text{NaBH}_4$  diperoleh sebesar 510 nm. Selanjutnya optimasi pH buffer suasana asam diperoleh pH 4,5 untuk  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  dan  $\text{NaBH}_4$ . Waktu optimum pembentukan kompleks yaitu 15 menit untuk  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  serta 5 menit untuk  $\text{NaBH}_4$ . Selain itu, dilakukan penentuan konsentrasi optimum pereduksi dan dihasilkan 11 ppm pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  dan 150 ppm pereduksi  $\text{NaBH}_4$  untuk mereduksi 5 ppm larutan Fe(III). Tingkat akurasi suatu metode dapat dilihat dari % *recovery*. % *recovery* dari pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  dan  $\text{NaBH}_4$  berturut-turut sebesar 115,54% dan 108,30% pada saat kondisi pH buffer asetat optimum, waktu pembentukan kompleks optimum, dan konsentrasi pereduksi optimum.

**Kata kunci:** Besi, 1,10-Fenantrolin, Spektrofotometer UV-Vis,  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ,  $\text{NaBH}_4$ , Optimum

# DEVELOPMENT OF IRON ANALYSIS METHOD THROUGH OPTIMAZION OF $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ AND $\text{NaBH}_4$ REDUCTING ACCESS TO IRON (III) BECOME IRON (II)

Name : Nadya Zahiroh  
NRP : 0121154000009  
Department : Kimia ITS  
Supervisor : Drs. R. Djarot Sugiarso, K.S., M.S

## Abstract

Determination of total iron was carried out using UV-Vis Spectrophotometer by reducing Fe(III) to Fe(II) using reducing agent  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  and  $\text{NaBH}_4$ . In this research, the activities of  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  and  $\text{NaBH}_4$  reductor were compared. Variable variation were optimum pH, time of complex formation and optimum concentration of redactor in iron (Fe) analysis. In this research  $\text{NaBH}_4$  was proposed as an alternative reducing agent. The maximum wavelength of Fe(II)-Phenanthroline with  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  and  $\text{NaBH}_4$  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  $\text{NaBH}_4$ . The optimum reaction time of complex formation was 15 minutes for  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  and 5 minutes for  $\text{NaBH}_4$ . Determination of optimum concentration was 11 ppm for  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  and 150 ppm for  $\text{NaBH}_4$  to reduce 5 ppm of Fe(III). The accuracy level of the method can be seen from %recovery. %recovery from  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  and  $\text{NaBH}_4$  were 115,54% and 108,30% at optimum pH, time of complex formation and optimum concentration for reductor.

**Keywords:** *Iron, 1,10-Phenanthroline, UV-Vis Spectrophotometer,  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ,  $\text{NaBH}_4$ , Optimum*

## KATA PENGANTAR

Puji dan syukur penulis sampaikan kepada Tuhan Yang Maha Esa karena berkat rahmat berlimpah dari-Nya naskah skripsi yang berjudul **“PENGEMBANGAN METODE ANALISIS BESI MELALUI OPTIMASI KEMAMPUAN AGEN PEREDUKSI  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  DAN  $\text{NaBH}_4$  UNTUK MEREDUKSI BESI (III) MENJADI BESI (II)”** dapat terselesaikan. Ucapan terimakasih tak lupa penulis sampaikan kepada:

1. Prof. Dr. Didik Prasetyoko, S.Si., M.Sc. selaku Ketua Departemen Kimia ITS atas fasilitas yang diberikan selama proses penelitian.
2. Bapak Drs. R. Djarot Sugiarto K.S.,M.S selaku Dosen Pembimbing yang dengan penuh kesabaran memberikan bimbingan dan ilmunya kepada penulis dari awal proses penelitian, hingga proses penyusunan naskah skripsi.
3. Bapak Drs. Eko Santoso, M.Si selaku Dosen Wali yang telah membimbing dalam hal akademik maupun non akademik selama penulis menempuh studi di Departemen Kimia FIA ITS.
4. Dra. Ita Ulfin, M.Si. selaku Kepala Laboratorium Instrumentasi dan Sains Analitik Departemen Kimia yang telah memberikan fasilitas selama pengerjaan skripsi ini.
5. Dosen dan Staf Departemen Kimia FIA ITS.
6. Keluarga besar saya, Ayah, Ibu dan Adik yang tidak pernah berhenti memberi dukungan dan doa kepada saya.
7. Mbak Puput dan Mbak Dewi yang telah membantu dan mengarahkan.
8. Sahabat sejak SMP, Dinda Salmahella. Terima kasih sudah selalu ada dan setia dalam suka dan duka.
9. Sahabat selama perkuliahan, Ninis, Dhita, Ica, dan Ardita yang telah menemani dan memberi semangat.

10. Teman-teman Laboratorium Instrumentasi Sains dan Analitik yang membantu dan memberikan semangat dalam pengerjaan skripsi.
11. Semua pihak yang telah membantu saya dalam menyelesaikan skripsi ini yang tidak mungkin saya sebutkan seluruhnya.

Semoga skripsi ini memberikan manfaat bagi penulis, pembaca, maupun mahasiswa-mahasiswa yang ingin melanjutkan penelitian lebih lanjut.

Surabaya, 27 Mei 2019

Penulis



## DAFTAR ISI

LEMBAR PENGESAHAN.....	iv
ABSTRAK.....	v
ABSTRACT.....	vi
KATA PENGANTAR.....	vii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR.....	xi
DAFTAR TABEL.....	xiii
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	3
1.3 Tujuan Penelitian.....	4
1.4 Manfaat Penelitian.....	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 Tinjauan Umum Besi.....	5
2.2 Natrium Tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ).....	9
2.3 Natrium Borohidrida ( $\text{NaBH}_4$ ).....	10
2.4 Senyawa 1,10-Fenantrolin.....	11
2.5 Senyawa Kompleks.....	12
2.6 Senyawa Kompleks Fe(II)-Fenantrolin.....	13
2.7 Larutan Buffer.....	16
2.8 Spektrofotometer UV-Vis.....	17
2.9 Validasi Metode Analisis.....	20
2.9.1 Linearitas.....	20
2.9.2 Akurasi.....	21
2.9.3 Presisi.....	22
BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....	25
3.1 Alat dan Bahan.....	25
3.2 Prosedur Penelitian.....	25
3.2.1 Pembuatan Larutan Standar Fe (III) 100 ppm.....	25
3.2.2 Pembuatan Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm.....	25
3.2.3 Pembuatan Larutan $\text{NaBH}_4$ 1500 ppm.....	26
3.2.4 Pembuatan Larutan Standar 1,10-Fenantrolin 1000 ppm.....	26
3.2.5 Pembuatan Larutan Buffer Asetat.....	26

3.2.6	Pembuatan Larutan Blanko Pada Panjang Gelombang Maksimum.....	27
3.2.7	Penentuan Panjang Gelombang Maksimum.....	27
3.2.8	Penentuan pH Optimum Larutan Buffer Asetat.....	27
3.2.9	Penentuan Waktu Optimum Pereduksi.....	28
3.2.10	Penentuan Konsentrasi Optimum Pereduksi.....	28
3.2.11	Pembuatan Kurva Kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin.....	29
BAB IV	HASIL DAN PEMBAHASAN.....	31
4.1.	Penentuan Panjang Gelombang Maksimum ( $\lambda_{\max}$ ) Kompleks Fe(II)-Fenantrolin.....	31
4.2	Penentuan pH Optimum Buffer Asetat.....	35
4.3	Penentuan Waktu Optimum Pembentukan Kompleks Fe(II)-Fenantrolin.....	40
4.4	Penentuan Konsentrasi Optimum Pereduksi.....	45
4.5	Pembuatan Kurva Kalibrasi Kompleks Fe(II)-Fenantrolin.....	49
BAB V	KESIMPULAN.....	57
	DAFTAR PUSTAKA.....	59
	LAMPIRAN.....	69
	BIODATA PENULIS.....	97

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Logam Besi (Fe).....	6
Gambar 2.2	Struktur Natrium Tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) .....	10
Gambar 2.3	Struktur Natrium Borohidrida ( $\text{NaBH}_4$ ).....	11
Gambar 2.4	Struktur 1,10-Fenantrolin .....	11
Gambar 2.5	Struktur ligan 1,10-Fenantrolin .....	14
Gambar 2.6	Hibridisasi Pembentukan Senyawa Kompleks Fe(II)-Fenantrolin (Ratnawati, 2018).....	15
Gambar 2.7	Struktur Senyawa Kompleks Fe(II)-Fenantrolin..	15
Gambar 2.8	Sistem Kerja Spektrofotometer UV-Vis .....	18
Gambar 4.1	Kurva Panjang Gelombang Maksimum Fe(II)- Fenantrolin terhadap Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ pada Rentang 400-600 nm dengan Interval 1 nm.....	33
Gambar 4.2	Kurva $\lambda_{\text{max}}$ Fe(II)-Fenantrolin terhadap pereduksi $\text{NaBH}_4$ pada Rentang 400-600 nm dengan Interval 1 nm.....	34
Gambar 4.3	Kurva pH Optimum Buffer Asetat dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .....	36
Gambar 4.4	Perubahan Warna Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ pada Kondisi Asam ..	37
Gambar 4.5	Kurva pH Optimum Buffer Asetat dengan Pereduksi $\text{NaBH}_4$ .....	38
Gambar 4.6	Perubahan Warna Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{NaBH}_4$ pada Kondisi Asam.....	39
Gambar 4.7	Kurva Waktu Optimum Kompleks Fe(II)- Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .....	41
Gambar 4.8	Perubahan Warna Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .....	42
Gambar 4.9	Kurva Waktu Optimum Kompleks Fe(II)- Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{NaBH}_4$ .....	43
Gambar 4.10	Perubahan Warna Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{NaBH}_4$ .....	44
Gambar 4.11	Kurva Konsentrasi Optimum Kompleks Fe(II)- Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .....	45
Gambar 4.12	Perubahan Warna Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .....	46

Gambar 4.13 Kurva Konsentrasi Optimum Kompleks Fe(II)- Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{NaBH}_4$ .....	47
Gambar 4.14 Perubahan Warna Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{NaBH}_4$ .....	48
Gambar 4.15 Larutan Fe(II)-Fenantrolin 1-5 ppm dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .....	50
Gambar 4.16 Kurva Kalibrasi Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .....	51
Gambar 4.17 Larutan Fe(II)-Fenantrolin 1-5 ppm dengan Pereduksi $\text{NaBH}_4$ .....	53
Gambar 4.18 Kurva Kalibrasi Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{NaBH}_4$ .....	54

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Panjang Gelombang, Warna yang Diserap, dan Warna Komplementer (Skoog, 1996).....	18
Tabel 2.2	Pelarut-pelarut untuk Daerah UV-Vis (Underwood, 2000) .....	19
Tabel 2.3	Prosen Perolehan Kembali yang Dapat Diterima (Day dan Underwood, 1998) .....	22
Tabel 4.1	Data Nilai Absorbansi dari Fe(III) dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .....	51
Tabel 4.2	Data Nilai Absorbansi dari Fe(III) dengan Pereduksi $\text{NaBH}_4$ .....	53
Tabel 4.3	Data <i>Prosen Recovery</i> (%) Kadar Besi dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .....	55
Tabel 4.4	Data <i>Prosen Recovery</i> (%) Kadar Besi dengan Pereduksi $\text{NaBH}_4$ .....	56

*Karya ini kupersembahkan untuk  
Diri saya sendiri  
Keluargaku, ayah, ibu, dan adik  
Dosen yang telah membimbingku  
Sahabat-sahabatku yang selalu setia  
Teman-teman Laboratorium Instrumentasi Sains dan Analitik*

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Analisa besi dapat dilakukan dengan berbagai metode analisa dengan tingkat kelebihan yang berbeda. Beberapa metode yang banyak digunakan pada penelitian sebelumnya yaitu metode SSA. Metode SSA (Spektrofotometri Serapan Atom) merupakan salah satu metode analisis yang dapat digunakan untuk mengetahui keberadaan dan kadar logam berat dalam berbagai bahan, namun terlebih dahulu dilakukan tahap pendestruksi cuplikan (Xiu dan Ma, 1996). Selain itu penentuan kadar besi juga dapat dilakukan dengan metode ICP-OES oleh Xiong dkk (2006). Kedua metode tersebut membutuhkan biaya operasional yang cukup mahal, maka diperlukan metode analisa yang lebih terjangkau seperti spektrofotometri UV-Vis. Begitu pula metode gravimetri yang membutuhkan kadar analit sampel yang besar, waktu analisis yang lama, dan kurang akurat (Khopkar, 1990). Oleh karena itu dapat disimpulkan metode spektrofotometri UV-Vis membutuhkan biaya operasional yang cukup rendah namun tetap memberikan hasil pengukuran yang baik. Metode ini dilakukan dengan mengomplekskan zat yang akan dianalisis dengan pengompleks besi yang akan membentuk suatu warna yang spesifik sesuai dengan reagen yang digunakan agar dapat dideteksi menggunakan spektrofotometri sinar tampak. Pada penelitian ini pengompleks yang digunakan adalah 1,10-fenantrolin.

Metode dengan menggunakan pengompleks 1,10-fenantrolin bersifat langsung, selektif dan tidak diperlukan ekstraksi apabila penentuan dilakukan pada sampel (Malik, 2000). Metode ini dilakukan dengan mereduksi  $\text{Fe}^{3+}$  menjadi  $\text{Fe}^{2+}$  terlebih dahulu sebelum dikomplekskan dengan pengompleks besi yang membentuk suatu warna yang spesifik (Day dan Underwood, 1999). Reaksi 1,10-fenantrolin dengan  $\text{Fe}^{2+}$  lebih stabil dengan nilai konstanta kestabilan 21,0 dibanding reaksi 1,10-fenantrolin dengan  $\text{Fe}^{3+}$  (Wang, 2015). Tiga molekul fenantrolin dengan satu atom besi ferro membentuk senyawa

kompleks berwarna merah jingga yang disebabkan pembentukan kation kompleks  $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2-}$ . Warna yang terbentuk dibandingkan dengan baku yang telah diketahui kadarnya secara spektrofotometri pada  $\lambda$  510 nm (Yusrin, 2004). Kompleks  $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$  terbentuk secara kuantitatif dalam kisaran pH 2-9 dengan konsentrasi reagen yang sesuai (Lazic dkk., 2010).

Pada penelitian ini digunakan pereduksi natrium tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) karena merupakan pereduksi yang kuat untuk besi dan mudah didapatkan. Hal ini didasarkan atas penelitian Puspaningtyas pada tahun 2004 yang melakukan penelitian terhadap besi dengan pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  11 ppm pada kondisi pH 4,5 mampu mereduksi 5 ppm  $\text{Fe}^{3+}$  dengan %*Recovery* sebesar 99,2438%. Sementara Hapsoro pada tahun 2011 juga melakukan penelitian dengan membandingkan kemampuan pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  dan  $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$  pada analisa kadar total besi. Pada penelitian ini diketahui bahwa  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  memiliki kemampuan mereduksi lebih baik yaitu mampu mereduksi  $\text{Fe}^{3+}$  sebesar 77,69% dibandingkan dengan  $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$  yang mereduksi  $\text{Fe}^{3+}$  sebesar 72,77%. Pada tahun 2018, Putri kembali melakukan penelitian mengenai kemampuan pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  dan  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  untuk mereduksi  $\text{Fe}^{3+}$  menjadi  $\text{Fe}^{2+}$ . Dari hasil yang diperoleh bahwa 11 ppm  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  pada kondisi pH 4,5 mampu mereduksi 5 ppm  $\text{Fe}^{3+}$  dengan %*Recovery* sebesar 102,81%, sedangkan 60 ppm  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  pada kondisi pH 4 mampu mereduksi 5 ppm  $\text{Fe}^{3+}$  dengan %*Recovery* sebesar 84,08%, dan 7 ppm  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  pada kondisi pH 4,5 mampu mereduksi 5 ppm  $\text{Fe}^{3+}$  %*Recovery* sebesar 116,71% sehingga dapat disimpulkan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  adalah pereduksi yang baik.

Agen pereduksi lain yang digunakan dalam penelitian ini adalah natrium borohidrida ( $\text{NaBH}_4$ ). Senyawa ini larut dalam alkohol dan beberapa eter (Banfi dkk., 2004). Zat pereduksi natrium borohidrida ini mempunyai selektivitas kimia yang tinggi atau reduktor yang cukup kuat, aman dalam hal penyimpanan, penggunaan dan penanganan (Qudsi, 2014). Akan tetapi reduktor ini bersifat toksik dan harganya yang relatif mahal (Fan dkk., 2009).



Djunaidi dkk (2010) melakukan penelitian dengan menggunakan pereduksi  $\text{NaBH}_4$  dan tanpa reduksi dalam proses *recovery* limbah krom. Dari hasil yang didapatkan menunjukkan bahwa transport limbah krom dengan penambahan zat pereduksi  $\text{NaBH}_4$  memiliki hasil transport lebih besar dengan %*Recovery* sebesar 68,60% dibanding tanpa pereduksi dengan %*Recovery* sebesar 5,42%.

Grace dkk (2012) melakukan penelitian mengenai sintesis nanopartikel magnetik core/shell Fe/ oksida Fe dengan metode reduksi kimia. Proses sintesis dilakukan dengan proses reduksi  $\text{FeCl}_3$  oleh  $\text{NaBH}_4$  dengan rasio  $\text{Fe}^{3+}$  dan  $\text{NaBH}_4$  (1:1,2) hingga (1:3). Sifat optimal untuk nanopartikel magnetik adalah pada rasio 1:2.

Nugraha dan Kulsum (2017) telah melakukan penelitian terhadap sintesis Komposit Kaolin-ZVI (Zero Valent Iron) melalui metode reduksi. Sintesis ZVI dan kaolin-ZVI yang dilakukan pada penelitian ini didasarkan pada reduksi  $\text{Fe}^{3+}$  dengan borohidrida. Reduktor yang digunakan dalam sintesis yaitu  $\text{NaBH}_4$ . Hasil sintesis yang direduksi menggunakan  $\text{NaBH}_4$  pada pH 6 mampu mereduksi logam Cr(VI) menjadi Cr(III), banyaknya logam Cr(VI) yang tereduksi adalah sebesar 3,2 ppm.

Pereduksi  $\text{NaBH}_4$  ini belum pernah ditentukan aktivitas optimumnya baik pH, waktu, maupun konsentrasi, sehingga dalam tugas akhir ini dilakukan analisa untuk mengetahui aktivitas optimum pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  dibandingkan dengan  $\text{NaBH}_4$ . Kemampuan kedua pereduksi dapat dilihat kadar besi yang tereduksi oleh kedua pereduksi.

## **1.2 Rumusan Masalah**

Berdasarkan latar belakang diatas, rumusan masalah yang diangkat dalam penelitian ini adalah berapakah pH optimum, waktu optimum pembentukan kompleks, dan konsentrasi optimum pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  maupun  $\text{NaBH}_4$  dalam mereduksi Fe(III) menjadi Fe(II) pada kondisi asam dengan menggunakan pengompleks 1,10-fenantrolin secara spektrofotometri UV-Vis.

### **1.3 Tujuan Penelitian**

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui  $\text{NaBH}_4$  dapat dijadikan pereduksi alternatif dengan cara membandingkan kondisi optimum pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  dan  $\text{NaBH}_4$  meliputi pH optimum, waktu optimum pembentukan kompleks, dan konsentrasi pereduksi optimum pada analisa kadar total besi (Fe) menggunakan spektrofotometri UV-Vis.

### **1.4 Manfaat Penelitian**

Penelitian ini bermanfaat untuk mengetahui kondisi optimum pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  dan  $\text{NaBH}_4$  pada analisa kadar total besi menggunakan spektrofotometri UV-Vis sehingga  $\text{NaBH}_4$  dapat dijadikan sebagai pereduksi alternatif pada penelitian yang berhubungan dengan reduksi besi untuk penentuan kadar total besi (Fe).

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Tinjauan Umum Besi

Besi (Fe) merupakan logam transisi yang terletak pada periode 4 dan golongan VIII B dalam tabel periodik. Besi memiliki bentuk berupa padatan yang mempunyai warna hitam ke abu-abuan. Besi memiliki nomor atom 26, berat atom 55,85 g/mol, titik leleh 1535°C dan titik didih 3000°C (MSDS, 2013).

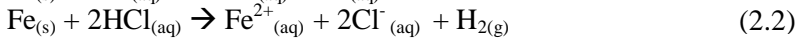
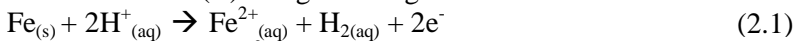
Mineral besi yang penting secara komersial adalah hematit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), dan limonit ( $\text{FeOOH}$ ). Mineral karbonat dan siderite ( $\text{FeCO}_3$ ) tidak penting juga termasuk pirit ( $\text{FeS}_2$ ) dan mineral yang mengandung silikat (King, 2005). Besi murni diperoleh dari proses elektrolisis dari larutan besi sulfat (Sunardi, 2006).

Keberadaan besi pada kerak bumi menempati posisi keempat yang melimpah di kerak bumi, yaitu sekitar 4,7-5% (Alaerts dan Santika, 1987). Pada hewan, manusia, dan tanaman, besi termasuk logam esensial, bersifat kurang stabil, dan secara perlahan berubah menjadi ferro ( $\text{Fe}^{2+}$ ) atau ferri ( $\text{Fe}^{3+}$ ) dimana ferri ( $\text{Fe}^{3+}$ ) lebih stabil dibandingkan ferro ( $\text{Fe}^{2+}$ ) (Svehla, 1985). Garam dari  $\text{Fe}^{2+}$  atau ferro berasal dari besi(II) oksida  $\text{FeO}$ . Dalam larutan akan terdapat kation  $\text{Fe}^{2+}$  dan biasanya akan berwarna hijau muda. Ion  $\text{Fe}^{2+}$  dapat teroksidasi dengan mudah membentuk  $\text{Fe}^{3+}$ , sehingga menjadi reagen pereduksi yang kuat (Wang, 2015). Larutan besi biasanya terdapat dalam bentuk  $\text{Fe}^{2+}$  atau  $\text{Fe}^{3+}$ . Larutan besi akan lebih mudah membentuk senyawa dalam bentuk  $\text{Fe}^{3+}$  dibanding  $\text{Fe}^{2+}$  (Sugiyarto, 2007). Dalam larutan, kation  $\text{Fe}^{3+}$  membuat larutan berwarna kuning pucat. Jika dalam larutan tersebut mengandung klorida maka warna larutan akan menjadi lebih pekat (Vogel, 1979). Senyawa besi pada umumnya bersifat sukar larut dan cukup banyak terdapat di dalam tanah. Besi juga terdapat sebagai senyawa siderite ( $\text{FeCO}_3$ ) yang bersifat mudah larut dalam air (Cole, 1988). Logam besi dapat dilihat pada Gambar 2.1

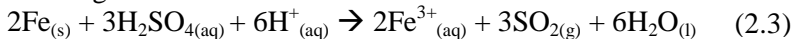


Gambar 2.1 Logam Besi (Fe)

Jarang terdapat besi murni, biasanya mengandung sejumlah kecil karbida, silisida, fosfida, serta sedikit grafit. Zat-zat pencemar tersebut memiliki peran penting dalam pembentukan struktur besi. Asam klorida encer atau pekat dan asam sulfat encer melarutkan besi (II) dan gas hidrogen.

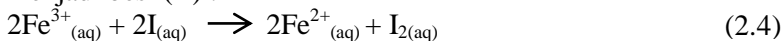


Asam sulfat pekat yang panas menghasilkan ion besi (III) dan belerang dioksida :



Ion  $\text{Fe}^{2+}$  dapat mudah dioksidasi menjadi  $\text{Fe}^{3+}$ , maka asam sulfat merupakan zat pereduksi yang kuat, semakin kuat larutan asam tersebut maka semakin nyatalah asam ini, dalam suasana netral maupun basa, bahkan oksigen dari atmosfer akan mengoksidasi garam  $\text{Fe}^{3+}$ , maka larutan  $\text{Fe}^{2+}$  harus sedikit asam bila ingin disimpan dalam waktu yang cukup lama (Svehla, 1985).

Garam-garam besi (III) atau ferri diturunkan dari oksidasi besi (III),  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Ini lebih stabil dari pada garam besi (II). Ion besi (III) berukuran relatif kecil dengan kerapatan muatan  $349 \text{ cm}^{-3}$  untuk *low-spin* dan  $322 \text{ cm}^{-3}$  untuk *high-spin* sehingga mempunyai daya untuk mempolarisasi yang cukup untuk menghasilkan ikatan kovalen, sebagai contoh, besi (III) klorida berwarna hitam, berupa padatan dengan struktur jaringan kovalen. Besi (III) broida mirip dengan besi (III) klorida, tetapi besi (III) iodida tidak dapat diisolasi sebab ion iodida mereduksi besi (III) menjadi besi (II) :



Besi (III) klorida anhidrat bereaksi dengan air menghasilkan gas HCl karena reaksinya bersifat eksotermik, kontras dengan padatan kuning keemasan garam heksahidrat. Semua garam besi (III) larut dalam air menghasilkan larutan asam. Rapatannya muatan kation yang relatif tinggi mampu mempolarisasikan molekul air ligan dengan cukup kuat, sehingga molekul air pelarut dapat berfungsi sebagai basa dan memisahkan proton dari air ligan (Sugiyarto dan Retno, 2010). Dalam pengolahannya, besi relatif mudah serta harganya murah (Canham dan Overtone, 2003). Besi mempunyai sifat-sifat yang menguntungkan dan mudah dimodifikasi oleh karena itu besi banyak dimanfaatkan dalam kehidupan manusia sehari-hari di berbagai bidang seperti bidang industri maupun biologi (Sugiyanto, 2010). Dalam buangan limbah industri kandungan besi berasal dari korosi pipa-pipa air mineral logam sebagai hasil reaksi elektro kimia yang terjadi pada perubahan air yang mengandung padatan larut mempunyai sifat menghantarkan listrik dan ini mempercepat terjadinya korosi (Ginting, 2007).

Pada pH sekitar 7,5–7,7 ion ferri mengalami oksidasi dan berikatan dengan hidroksida membentuk  $(\text{Fe}(\text{OH})_3)$  yang bersifat tidak larut dan mengendap (presipitasi) di dasar perairan, membentuk warna kemerahan pada substrat dasar. Oleh karena itu, besi hanya ditemukan pada perairan yang berada kondisi anaerob (anoksik) dan suasana asam (Cole, 1988).

Dari kegiatan manusia seperti industri maupun buangan domestik secara langsung tidak langsung menyebabkan pencemaran lingkungan yaitu pada air tanah. Air tanah di Indonesia masih mengandung besi yang cukup tinggi. Menurut Permenkes No. 492/Menkes/Per/IV/2010 tentang persyaratan kualitas air menyatakan bahwa kadar besi maksimum yang diperbolehkan ada di dalam air bersih sebesar 0,3 mg/L. Dengan konsentrasi Fe sedikitnya 1 mg/L, air terasa pahit-asam, berbau tidak enak dan berwarna kuning kecoklatan (Csuros, 1994). Kadar besi pada perairan alami berkisar antara 0,05–0,2 mg/L (Boyd, 1988). Kadar besi  $> 1,0$  mg/L dianggap membahayakan kehidupan organisme akuatik (Moore, 1991). Air yang diperuntukkan bagi air minum sebaiknya memiliki kadar besi

kurang dari 0,3 mg/L (Moore, 1991; Sawyer dan McCarty, 1978) dan perairan yang diperuntukkan bagi keperluan pertanian sebaiknya memiliki kadar besi tidak lebih dari 20 mg/L (McNeely dkk., 1979). Adanya unsur besi dalam air bersih menyebabkan air memiliki rasa baerbau logam, menimbulkan warna koloid merah (karat) dalam air akibat oksidasi oleh oksigen terlarut dan dapat bersifat racun bagi manusia. Adanya kandungan besi dalam air dapat berasal dari larutan batu-batuan yang mengandung senyawa Fe seperti *Pyrit*. Jika ditemukan dalam konsentrasi yang tinggi dalam lingkungan maka bersifat berbahaya karena besi dapat merusak tubuh makhluk hidup.

Bagi manusia besi merupakan logam yang esensial namun juga bersifat toksik . Kelebihan besi dalam jumlah yang besar pada manusia dapat menyebabkan hemakromatosis. Konsumsi besi dalam dosis besar akan merusak alat pencernaan secara langsung, lalu besi akan mengikuti peredaran darah. Kerusakan hati yang terlalu lama akan menyebabkan kematian (Widowati dkk., 2008). Kekurangan besi dapat menyebabkan sel darah putih tidak dapat bekerja secara efektif dan berkurangnya pembentukan limfosit T (Almatsier, 2001). Oleh Karena itu penentuan kadar besi sangat penting dilakukan untuk perlindungan lingkungan, hidrogeologi, proses kimia dan studi kesehatan masyarakat (Pourreza dan Mousavi, 2004).

Kadar total besi juga dapat ditentukan dengan cara mengubah besi menjadi kompleks 1,10-Fenantrolin dan kompleks-kompleks molybdenum. Penggunaan kompleks molybdenum melibatkan perubahan Fe(III) yang ada kedalam media asam yaitu dengan membentuk suatu kompleks berwarna kuning dalam isobutilmetilketon dan cara ini memerlukan pengocokan lima menit jika digunakan tembaga melibatkan pengomplekan di dalam media asam (Effendy, 2007). Sedangkan metode 1,10-Fenantrolin, Fe(II) bereaksi dengan 1,10-Fenantrolin membentuk kompleks Fe(II)-Fenantrolin berwarna merah jingga. Fe(III) dapat direduksi dengan hidroksilamin hidroklorid atau dengan hidrokuinon. Kompleks Fe(II)-Fenantrolin (seperti perklorat) dapat diekstrak dengan nitrobenzene dan diukur pada 515 nm terhadap blanko reagensia. Baik Fe(II) maupun Fe(III)

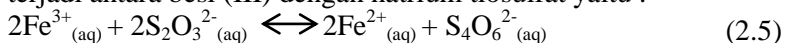
ditetapkan secara spektrofotometri UV-Vis, kompleks Fe(II) merah jingga menyerap pada 515 nm, dan baik kompleks Fe(II) maupun kompleks Fe(III) yang berwarna kuning mempunyai absorbansi indetik pada 396 nm (Vogel, 1985).

## 2.2 Natrium Tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ )

Natrium Tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) merupakan salah satu jenis garam terhidrat adalah garam yang terbentuk dari senyawa-senyawa kimia yang dapat mengikat molekul-molekul air pada suhu kamar (Underwood dkk, 1994).

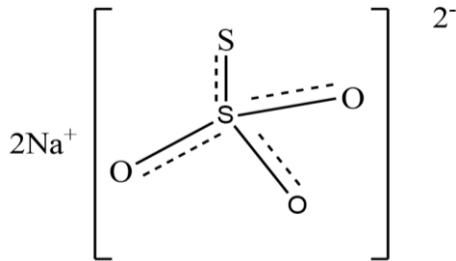
Natrium Tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) berbentuk padatan kristal berwarna putih yang umumnya dijumpai berupa pentahidrat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ). Senyawa ini memiliki pH 6,0 – 8,4 dengan berat molekul 248, 19 g/mol, titik leleh 48,5°C, larut dalam 680 g/L air (20°C), densitas 1,73, dengan suhu dekomposisinya sebesar 45°. Natrium Tiosulfat stabil dalam tekanan dan suhu normal (MSDS, 2007).

Natrium Tiosulfat sangat mudah larut dalam air dan tidak larut dalam etanol. Larutan natrium tiosulfat mudah teroksidasi diudara menjadi natrium tetrasonat dan natrium sulfat. Natrium Tiosulfat dapat berfungsi sebagai pereduksi  $\text{Fe}^{3+}$  menjadi  $\text{Fe}^{2+}$  dan termasuk pereduksi kuat (Parker, 1997). Reaksi reduksi yang terjadi antara besi (III) dengan natrium tiosulfat yaitu :



Pembuatan larutan baku natrium tiosulfat tidak boleh distandarkan berdasarkan penimbangan langsung, namun perlu dilakukan standarisasi terhadap suatu larutan primer, karena natrium tiosulfat mudah terpengaruh oleh pH rendah, sinar matahari dan adanya bakteri yang memanfaatkan belerang. Pada pH rendah, tiosulfat akan berubah menjadi asam sulfit, dikarenakan pada pH rendah maka reaksi berlangsung lambat dan tidak mengubah tiosulfat menjadi asam sulfit. pH optimum larutan ini adalah 9-10, adanya bakteri yang memakan belerang mengakibatkan pembentukan  $\text{SO}_3^{2-}$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$  dan belerang koloidal yang menyebabkan kekeruhan dan bila timbul kekeruhan maka larutan harus dibuang. Oleh karena itu, larutan natrium tiosulfat ini tidak stabil dalam waktu lama (Sugiarso dkk., 1999). Cara lain

untuk mencegah perusakan karena bakteri adalah dengan mendidihkan air yang digunakan untuk larutan tiosulfat agar steril dan sering menambahkan dengan boraks atau natrium karbonat (Day & A.L, 1998). Gambar 2.2 menunjukkan struktur kimia dari senyawa natrium tiosulfat.



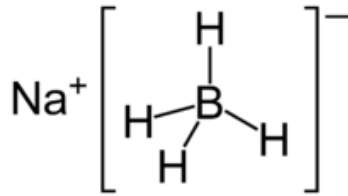
Gambar 2.2 Struktur Natrium Tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ )

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

Natrium borohidrida merupakan suatu senyawa anorganik dengan rumus  $\text{NaBH}_4$  yang berbentuk padatan putih ke abu-abuan, umumnya dijumpai berupa serbuk dan stabil pada udara kering. Senyawa ini mempunyai berat molekul 37,84 g/mol, densitas  $1,0740 \text{ g/cm}^3$ , titik lebur  $400^\circ\text{C}$  dan titik didih  $500^\circ\text{C}$  (MSDS, 2005).

Natrium borohidrida larut dalam pelarut protik seperti air dan alkohol rendah (Lo dkk., 2007) namun tidak larut dalam dietil eter. Senyawa ini akan terurai dalam larutan berair netral atau asam namun stabil pada pH 14 (Banfi dkk., 2004). Natrium borohidrida dapat mereduksi aldehyd serta keton untuk menghasilkan alkohol. Natrium borohidrida juga digunakan sebagai reduktor dalam sintesis nanopartikel emas (Low dan Bansal, 2010). Gambar 2.3 menunjukkan struktur kimia dari natrium borohidrida.

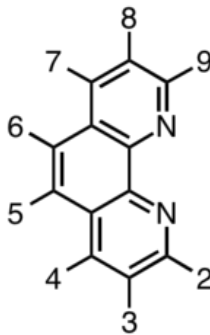




Gambar 2.3 Struktur Natrium Borohidrida ( $\text{NaBH}_4$ )

#### 2.4 Senyawa 1,10 Fenantrolin

1,10-Fenantrolin (orto-fenantrolin) merupakan senyawa dengan rumus kimia  $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ . 1,10-Fenantrolin mempunyai bentuk berupa serbuk berwarna putih yang sering dijumpai dalam bentuk monohidratnya. Dalam keadaan monohidratnya mempunyai berat molekul sebesar 198,22 g/mol, titik leleh  $93,5^\circ\text{C}$  dan titik didih  $117^\circ\text{C}$  (MSDS, 2013). 1,10-Fenantrolin larut dalam air, benzena, alkohol, aseton, kloroform (Ueno dkk., 1992). Senyawa ini larut dalam air, alkohol dan aseton. Gambar 2.4 menunjukkan struktur kimia dari senyawa 1,10-Fenantrolin.



Gambar 2.4 Struktur 1,10-Fenantrolin

Senyawa 1,10-Fenantrolin dapat membentuk kompleks yang stabil dengan logam besi(II). Kompleks ini disebut kompleks feroin yang berwarna kecoklatan, mempunyai harga konstanta pembentukan kompleks  $3,99 \times 10^{38}$ , mempunyai serapan maksimum pada panjang gelombang 510 nm, absorptivitas  $1,10 \times 10^4 \text{ (M.cm)}^{-1}$ , potensial reduksi 1,06 V.

Ferroin merupakan kompleks kation, untuk membentuk kompleks yang netral, dapat berikatan dengan diklorida, diiodida dan dipherklorat (Kirk dan Othmer, 1993). Sedangkan garam kompleks ion besi (III) dengan 1,10-Fenantrolin disebut ferrin. Pembentukan kompleks besi (II) menghasilkan warna merah jingga yang disebabkan oleh kation kompleks  $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^2$  dalam larutan yang sedikit asam. Intensitas warnanya tidak bergantung pada keasaman dalam pH antara 2 sampai 9 dan stabil untuk waktu yang lama. Kompleks tersebut terbaca pada daerah UV-Vis tampak pada panjang gelombang 500-600 nm (Amonette & Templeton, 1998).

1,10-Fenantrolin termasuk dalam salah satu ligan medan yang kuat yang memiliki N aromatik dengan  $\pi^*$  kosong, sehingga mengakibatkan elektron mengalami delokalisasi yang menyebabkan kompleks ligan menjadi stabil terutama dengan logam yang memiliki bilangan oksidasi rendah seperti  $\text{Fe}^{2+}$ . Ion  $\text{Fe}^{2+}$  sebagai ion logam pusat memiliki konfigurasi  $[\text{Ar}] 4s^2 3d^6$ , dimana ketika berikatan dengan phen, terjadi penataan ulang pada orbital d atom pusat karena adanya dorongan kuat dari ligan *phen* (ligan kuat) (Sukardjo, 1992).

## 2.5 Senyawa Kompleks

Senyawa kompleks adalah senyawa yang terdiri dari ion logam dengan satu atau lebih ligan akan mendonorkan pasangan elektron bebasnya kepada ion logam sehingga akan membentuk ikatan kovalen koordinasi (Cotton and Wilkinson, 1989). Ligan didefinisikan sebagai molekul netral atau anion yang memiliki sekurang-kurangnya satu pasang elektron bebas dan bertindak sebagai donor pasangan elektron (Jolly, 1991). Proses pembentukan senyawa kovalen koordinasi terjadi perpindahan satu atau lebih pasangan elektron dari ligan ke ion / atom pusat. Ion logam yang biasanya digunakan untuk membentuk kompleks antara lain Sc, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni dan Ag. Hal ini dikarenakan ion logam tersebut mempunyai orbital d yang tidak terisi penuh. Orbital d yang sebagian dapat menerima atau mendonasikan elektron, sehingga orbital kosong tersebut dapat diisi dengan ion yang lain dan membentuk senyawa koordinasi.

Senyawa yang unsur logam transisinya mempunyai bilangan oksidasi tinggi cenderung agak kovalen, sedangkan yang bilangan oksidasi rendah cenderung lebih ionik (Oxtoby dkk., 2003).

Senyawa kompleks umumnya berwarna karena pengisian elektron pada orbital d dari logam. Logam yang dapat membentuk kompleks biasanya merupakan logam transisi, alkali, atau alkali tanah. Studi pembentukan kompleks menjadi hal yang menarik untuk dipelajari karena kompleks yang terbentuk dimungkinkan memberi banyak manfaat, misalnya untuk ekstraksi dan penanganan keracunan logam berat (Jahro dkk., 2010).

Senyawa kompleks dalam membentuk senyawa yang stabil dibutuhkan jumlah ligan yang berbeda-beda. Jumlah ikatan dengan ligan itu disebut bilangan koordinasi. Senyawa kompleks memiliki bilangan koordinasi dan struktur bermacam-macam. Mulai dari bilangan koordinasi dua sampai delapan dengan struktur linear, tetrahedral, segi empat planar, trigonal bipiramidal dan oktahedral (Jahro dkk., 2010). Setiap senyawa kompleks juga memiliki sifat magnet yang berbeda, bentuk geometri dan sifat kemagnetan senyawa kompleks dapat dipelajari dalam teori senyawa kompleks. Pada umumnya senyawa kompleks memiliki bilangan koordinasi enam dengan struktur umum dalam bentuk oktahedral (Huheey dkk., 1993). Bilangan koordinasi tersebut ditentukan juga oleh ukuran atom pusat, jumlah elektron d dan efek sterik dari ligan (Saito dan Taro, 1996).

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.

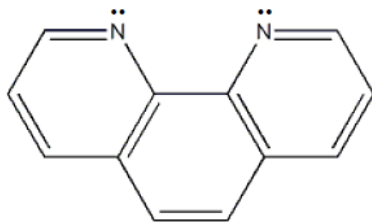
(Arsyad, 2000)

## **2.6 Senyawa Kompleks Fe(II)-Fenantrolin**

Dalam analisa besi, pengompleks yang sering digunakan yaitu 1,10-Fenantrolin. Pengompleks 1,10-Fenantrolin dapat membentuk kompleks dengan warna merah jingga yang stabil dan tidak merubah nilai absorbansi dalam waktu tertentu. Kompleks

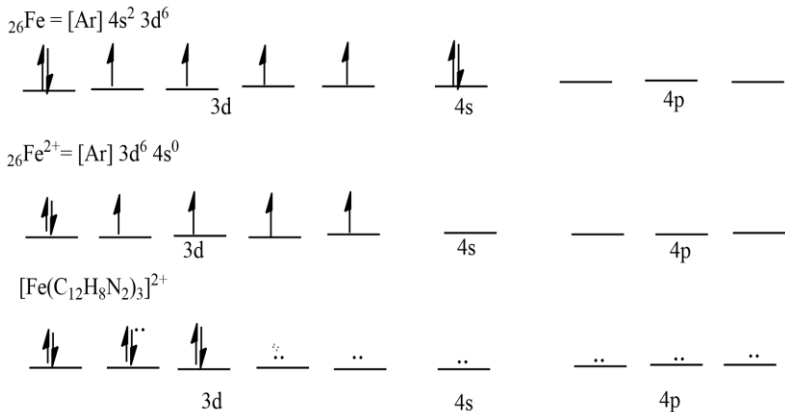
$[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$  terbentuk secara kuantitatif dalam suasana asam dengan kisaran pH 2-9 dengan konsentrasi reagen yang sesuai (Lazic, 2010).

1,10-Fenantrolin merupakan molekul fenantrolin yang mempunyai dua kelompok CH yang tergantung dengan 2 atom nitrogen. Pasangan elektron bebas yang terdapat dalam atom nitrogen dikombinasikan dengan kerapatan siklik dalam cincin aromatik sehingga 1,10-Fenantrolin dapat bertindak sebagai ligan (Basset, 1991). Gambar 2.5 menunjukkan struktur ligan 1,10-Fenantrolin.



Gambar 2.5 Struktur ligan 1,10-Fenantrolin

1,10-Fenantrolin merupakan pengompleks besi yang sangat stabil. Kompleks  $\text{Fe}^{2+}$  dengan 1,10-Fenantrolin lebih stabil dengan nilai konstanta kestabilan 21,0 sedangkan  $\text{Fe}^{3+}$  dengan 1,10-Fenantrolin bersifat tidak stabil, dibuktikan dengan nilai konstanta kestabilan yang bernilai 14,1 (Wang, 2015). Sehingga sebelum dilakukan pengompleksan,  $\text{Fe}^{3+}$  harus direduksi dahulu menjadi  $\text{Fe}^{2+}$ . Gambar 2.6 menunjukkan hibridisasi pembentukan senyawa kompleks  $\text{Fe}(\text{II})$ -Fenantrolin.



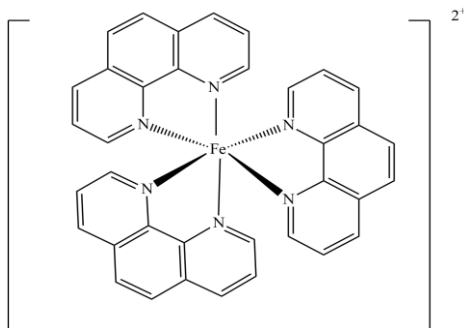
Keterangan

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

$\cdot\cdot$  = pasangan elektron bebas dari ligan 1,10-fenantrolin

Gambar 2.6 Hibridisasi Pembentukan Senyawa Kompleks Fe(II)-Fenantrolin (Ratnawati, 2018)

Sehingga hibridisasi dari senyawa kompleks Fe(II)-fenantrolin adalah  $d^2sp^3$  yang mempunyai bentuk geometri oktahedral (Fajriati, 2006). Gambar 2.7 menunjukkan struktur senyawa kompleks Fe(II)-fenantrolin

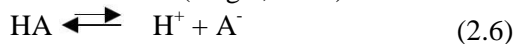


Gambar 2.7 Struktur Senyawa Kompleks Fe(II)-Fenantrolin

## 2.7 Larutan Buffer

Larutan buffer merupakan larutan yang dapat mempertahankan pH dari penambahan asam, basa ataupun pengenceran oleh air (Fox dkk., 2015). Penambahan dengan larutan buffer ini akan menolak adanya penambahan ion  $H^+$  maupun ion  $OH^-$  dengan kata lain penambahan larutan buffer tidak akan merubah pH secara signifikan (Vogel, 1985). Pada larutan buffer, perlu dilakukan penambahan asam maupun basa yang sesuai dengan kebutuhan apabila diperlukan suasana asam (pH 0-2) maupun suasana basa (pH 12-14). Jika 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 mempertahankan pH sehingga reaksi tidak terlambat, dan tidak mempengaruhi produk yang dihasilkan. Kemampuan larutan buffer untuk menahan perubahan pH sebanyak satu unit saat penambahan sejumlah asam kuat atau basa kuat yang disebut kapasitas buffer. Kedua bahan pasangan asam basa harus berada pada konsentrasi yang cukup. Larutan buffer terdiri dari campuran basa lemah dan garamnya atau asam lemah dan garamnya (Skoog dkk., 2002). Maka dapat diketahui kesetimbangan disosiasinya yang terdapat pada larutan akan dijelaskan pada persamaan reaksi 2.6 (Vogel, 1985).



Tetapan kesetimbangan dapat dinyatakan sebagai :

$$K_a = \frac{[H^+][A^-]}{[HA]} \quad (2.7)$$

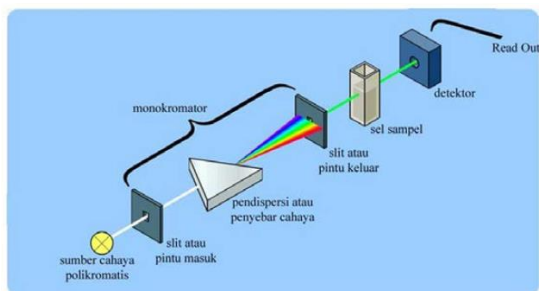
Dimana konsentrasi hidrogen ditetapkan sebagai :

$$[H^+] = K_a \frac{[HA]}{[A^-]} \quad (2.8)$$

## 2.8 Spektrofotometer UV-Vis

Spektrofotometer UV-Vis merupakan salah satu teknik analisis spektrofotometri yang menggunakan sumber radiasi elektromagnetik sinar ultraviolet dan sinar tampak dengan memakai instrument spektrofotometer (Gandjar dan Rohman, 2007). Sinar ultraviolet mempunyai panjang gelombang antara 200-400 nm sedangkan sinar tampak mempunyai panjang gelombang antara 400-800 nm (Moffat dkk., 2005). Absorpsi cahaya pada daerah UV-Vis akan menghasilkan transisi elektron pada transisi  $n \rightarrow \pi^*$  dan transisi  $\pi \rightarrow \pi^*$ . Hal ini dikarenakan sesuai dengan energi sinar yang terletak diantara panjang gelombang 200-700 nm yang merupakan panjang gelombang pada spektrofotometer UV-Vis (Gandjar dan Rohman, 2007). Metode ini dapat digunakan baik untuk menganalisa sampel berwarna maupun tidak. 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 (Rohman, 2007).

Prinsip kerja spektrofotometer UV-Vis adalah pada saat sejumlah sinar monokromatis dilewatkan pada sebuah larutan, ada sebagian sinar yang diserap, dihamburkan, dipantulkan dan sebagian lagi diteruskan. Namun karena jumlah sinar yang dihamburkan dan dipantulkan sangat kecil, maka dianggap tidak ada. apabila radiasi atau cahaya putih dilewatkan melalui larutan berwarna, maka radiasi dengan panjang gelombang tertentu akan diserap (absorpsi) secara selektif dan radiasi lainnya akan diteruskan. Absorpsi maksimum dari larutan berwarna terjadi pada daerah warna yang berlawanan (warna yang diserap adalah warna komplementer dari warna yang diamati). Warna yang diserap dan warna komplementer dari berbagai macam panjang gelombang dapat dilihat pada Tabel 2.1. Jika ditinjau secara mikro, maka ketika cahaya monokromatis melewati larutan sampel, elektron-elektron yang terdapat di dalam sampel akan mendapatkan energi dari cahaya yang dilewatkan dan kemudian tereksitasi ke orbital yang lebih tinggi (Harvey, 2000). Sistem kerja spektrofotometer UV-Vis dapat dilihat pada Gambar 2.8.



Gambar 2.8 Sistem Kerja Spektrofotometer UV-Vis

Tabel 2.1 Panjang Gelombang, Warna yang Diserap, dan Warna Komplementer (Skoog, 1996)

Panjang Gelombang	Warna yang diserap	Warna Komplementer
400-435	Kuning	Hijau kekuningan
435-480	Biru	Kuning
480-490	Biru kehijauan	Jingga
490-500	Hijau kebiruan	Merah
500-595	Hijau	Ungu kemerahan
595-610	Jingga	Biru kehijauan
610-680	Merah	Hijau kebiruan
680-700	Ungu kemerahan	hijau

Salah satu hal yang perlu diperhatikan dalam penggunaan analisis spektrofotometer UV-Vis adalah pemilihan pelarut. Pemilihan pelarut bertujuan agar pembacaan pada UV-Vis tidak terdapat *noise*. Pelarut yang digunakan tidak hanya harus melarutkan suatu sampel tetapi juga tidak boleh menyerap cukup banyak absorbansi, hal ini agar tidak terjadi interaksi dengan senyawa yang akan dianalisa serta memiliki kemurnian yang tinggi (Day & A.L, 1989). Pelarut yang umum digunakan untuk daerah UV-Vis dapat dilihat pada Tabel 2.2.



Tabel 2.2 Pelarut-pelarut untuk Daerah UV-Vis (Underwood, 2000)

<b>Pelarut</b>	<b>Perkiraan Transparasi Minimum (nm)</b>	<b>Pelarut</b>	<b>Perkiraan Transparasi Minimum (nm)</b>
Air	190	Kloroform	250
Methanol	210	Karbon tetraklorida (CCL <sub>4</sub> )	265
Sikloheksana	210	Benzena	280
Heksana	210	Toluene	285
Dietil eter	220	Piridina	305
p-dioksana	220	Aseton	330
Etanol	220	Karbon disulfida	380

Sampel yang dapat dianalisa dengan instrument ini adalah larutan logam dan beberapa senyawa organik. Untuk larutan ion, agar dapat dianalisa biasanya ditambahkan reagen pengompleks supaya ion logam tersebut lebih mudah dianalisa.

Komponen-komponen yang menyusun spektrofotometer UV-Vis sebagai berikut :

1. Sumber-sumber lampu

Lampu deuterium digunakan untuk daerah UV pada panjang gelombang dari 190-350 nm, sementara lampu halogen kuarsa atau lampu tungsten digunakan untuk daerah visible pada panjang gelombang antara 250-900 nm.

2. Monokromator

Monokromator digunakan untuk memperoleh sumber sinar yang monokromatis.

3. Kuvet

Kuvet digunakan sebagai wadah sampel untuk menaruh cairan ke dalam berkas cahaya spektrofotometer.

#### 4. Detektor

Detektor berperan untuk memberikan respon terhadap cahaya pada berbagai panjang gelombang

5. Suatu amplifier (penguat) dan rangkaian yang berkaitan membuat isyarat listrik untuk dapat dibaca.
6. Sistem pembacaan yang memperlihatkan besarnya isyarat listrik.

Prinsip penentuan spektrofotometer UV-Vis adalah aplikasi dari Hukum Lambert-Beer, yaitu :

$$A = -\log T = -\log I_t / I_o = \epsilon \cdot b \cdot C \quad (2.9)$$

Keterangan:

A = Absorbansi dari sampel yang diukur

T = Transmittansi

I<sub>o</sub> = Intensitas sinar masuk

I<sub>t</sub> = Intensitas sinar yang diteruskan

ε = Koefisien ekstingsi

b = Tebal kuvet UV-Vis yang digunakan

C = Konsentrasi dari sampel

(Khopkar, 2003)

## 2.9 Validasi Metode Analisis

Validasi metode analisis adalah suatu metode penilaian terhadap parameter tertentu, berdasarkan percobaan di laboratorium. Untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk digunakan (Harmita, 2004). Beberapa parameter yang dipertimbangkan dalam validasi metode analisis meliputi :

### 2.9.1 Linearitas

Linearitas menunjukkan kemampuan suatu metode analisis untuk memperoleh hasil pengujian yang sesuai dengan konsentrasi analit dalam contoh pada kisaran konsentrasi tertentu. Berdasarkan Hukum Lambert-Beer, absorbansi berbanding lurus dengan konsentrasi. Penentuan konsentrasi sampel yang didasarkan pada Hukum Lambert-Beer dapat dilakukan dengan menggunakan kurva standar (Mulja dan Suharman, 1995).

Penetapan linearitas minimum menggunakan lima konsentrasi yang berbeda. Persamaan garis yang digunakan pada kurva kalibrasi diperoleh dari metode kuadrat terkecil, yaitu  $y = bx + a$ . Persamaan ini akan menghasilkan koefisien korelasi ( $r$ ). Koefisien korelasi inilah yang digunakan untuk mengetahui linearitas suatu metode analisis. Nilai  $a$  pada regresi linear menunjukkan kepekaan analisis terutama instrumen yang digunakan. Nilai kemiringan atau slope pada kurva kalibrasi dapat digunakan untuk melihat sensitifitas suatu metode analisis (Gandjar dan Rohman, 2007). Berikut merupakan rumus dari koefisien korelasi sebagai berikut :

$$R = \frac{\Sigma(x - \bar{x})(y - \bar{y})}{\sqrt{\Sigma(x - \bar{x})^2 \Sigma(y - \bar{y})^2}} \quad (2.10)$$

$x$  dan  $y$  merupakan titik-titik pada suatu garis dengan persamaan  $y = bx + a$ . Data linearitas dievaluasi menggunakan metode statistik, yang banyak digunakan yaitu persamaan garis regresi antara respon detektor (sumbu- $y$ ) versus konsentrasi sampel (sumbu- $x$ ) (Ermer dan Miller, 2005). Gubungan linear yang ideal dicapai jika nilai  $b = 0$  dan  $r = +1$  atau  $-1$  tergantung pada arah garis. Bila  $r$  negatif menunjukkan korelasi bernilai negatif sempurna dimana semua titik percobaan terletak pada garis lurus yang negatif lerengnya. Hasil  $r$  positif menunjukkan korelasi positif sempurna dimana semua titik percobaan terletak pada garis lurus yang positif lerengnya. Nilai  $r$  adalah 0 menunjukkan tidak ada korelasi antara  $x$  dan  $y$  dari persamaan yang terbentuk. Dari persamaan tersebut menunjukkan bahwa  $r$  dapat mempunyai nilai dalam rentang  $-1 \leq r \leq 1$  (Butler, 2005). Nilai koefisien korelasi yang memenuhi persyaratan diharapkan mendekati 1 atau diatas 0,995 (Harmita, 2004).

### 2.9.2 Akurasi

Ketepatan adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit sebenarnya. Indikasi yang paling umum untuk menyatakan “*High Accuracy*” adalah prosen perolehan kembali (% *recovery*). Ketepatan hasil analisa

sangat tergantung kepada sebaran galat sistematik di dalam keseluruhan tahapan analisis. Oleh karena itu untuk mencapai ketepatan yang tinggi dapat dilakukan dengan mengurangi galat sistematik, seperti menggunakan peralatan yang telah di kalibrasi, menggunakan pelarut yang baik, pengontrolan suhu dan pelaksanaan yang tepat (Harmita, 2004).

Akurasi suatu metode dapat ditentukan dengan menganalisa bahan pembanding bersertifikasi yang telah diketahui kandungan unsur tertentu yang tercantum dalam sertifikat, yang ditentukan dengan persamaan :

$$\% \text{ recovery} = \frac{\text{Konsentrasi Fe terukur}}{\text{Konsentrasi Fe mula-mula}} \times 100\% \quad (2.11)$$

Suatu metode dikatakan akurat apabila besarnya nilai yang diperoleh memenuhi  $95 \leq \% \text{ recovery} \leq 105$  (Mulya, 1998). Berikut merupakan tabel prosen perolehan kembali yang dapat diterima.

Tabel 2.3 Prosen Perolehan Kembali yang Dapat Diterima (Day dan Underwood, 1998)

<b>Konsentrasi sampel</b>	<b>Batas Perolehan Kembali</b>	<b>Konsentrasi sampel</b>	<b>Batas Perolehan Kembali</b>
100%	89-101%	0,01%	85-110%
10%	95-102%	1 ppm	75-120%
1%	92-105%	10 ppm	80-110%
0,1%	90-108%	10 ppb	70-125%

### 2.9.3 Presisi

Presisi merupakan ukuran keterulangan metode analisis dan biasanya diekspresikan sebagai simpangan baku relatif dari sejumlah sampel yang berbeda signifikan secara statistik (Gandjar dan Rohman, 2007). Ukuran presisi yakni mengetahui kesalahan karena sistem, tidak tergantung pada penyiapan sampel dan ukuran dari variabilitas intrinsik termasuk kesalahan dari penyiapan sampel (Ibrahim, 2007). Presisi dapat dinyatakan

dengan *Coefficient Variation* (CV) dan *Relative Standard Deviation* (RSD) sebagai berikut:

$$RSD = \frac{s}{\bar{x}} \times 1000 \text{ ppt} \quad (2.12)$$

$$CV = \frac{s}{\bar{x}} \times 100\% \quad (2.13)$$

Dengan :

$s$  = simpangan baku

$\bar{x}$  = rata-rata hasil pengukuran

Simpangan baku dapat dihitung dengan persamaan :

$$s = \sqrt{\frac{\sum(x-\bar{x})^2}{n-1}} \quad (2.14)$$

Dengan :

$x$  = hasil pengukuran ke- $n$

$\bar{x}$  = rata-rata hasil pengukuran

$n$  = jumlah pengulangan

Nilai RSD < 20 ppt atau CV < 5% dapat dikatakan metode tersebut memberikan presisi yang bagus.

**“Halaman ini sengaja dikosongkan”**

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Alat dan Bahan**

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini antara lain alat Spektrofotometer UV-Vis *Genesys* tipe 10 S, neraca analit *Ohaus EX224* dengan ketelitian 0,1 mg, *Hot plate AREC*, pH meter digital, kuvet, pengaduk kaca, spatula, gelas beker, labu ukur, gelas ukur, botol timbang, botol semprot, *stirrer*, pipet tetes, pipet volume, pipet ukur, propipet, corong, dan termometer.

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Besi (III) Klorida Heksahidrat ( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) *p.a* (Merck; kemurnian > 99 %), 1,10-Fenantrolin Monohidrat ( $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2$ ) *p.a* (Merck), Natrium Tiosulfat Pentahidrat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ), Natrium Borohidrida ( $\text{NaBH}_4$ ) *p.a* (Merck), Natrium Asetat ( $\text{CH}_3\text{COONa}$ ) *p.a* (Merck), Asam Asetat Glasial ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ), Aseton ( $\text{CH}_3\text{COCH}_3$ ) *p.a* (Merck, kemurnian 99%) dan aqua demineralisasi (DM).

#### **3.2 Prosedur Penelitian**

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

Padatan  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  ditimbang sebanyak 0,0484 gram dengan menggunakan neraca analit. Padatan tersebut kemudian dilarutkan dengan menggunakan aqua demineralisasi (DM) dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Diencerkan dengan menggunakan aqua DM hingga tanda batas dan dikocok-kocok hingga larutan homogen. Perhitungan larutan standar Fe(III) 100 ppm dapat dilihat pada Lampiran B.1.

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

Padatan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  ditimbang sebanyak 0,0157 gram dengan menggunakan neraca analit. Padatan tersebut kemudian dilarutkan dengan menggunakan aqua DM dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Diencerkan dengan menggunakan aqua demineralisasi (DM) hingga tanda batas dan dikocok-kocok hingga larutan homogen. Perhitungan larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  100 ppm dapat dilihat pada Lampiran B.2.

### **3.2.3 Pembuatan Larutan NaBH<sub>4</sub> 1500 ppm**

Padatan NaBH<sub>4</sub> ditimbang sebanyak 0,1500 gram dengan menggunakan neraca analit. Padatan tersebut kemudian dilarutkan dengan menggunakan aqua DM dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Diencerkan dengan menggunakan aqua demineralisasi (DM) hingga tanda batas dan dikocok-kocok hingga larutan homogen. Perhitungan larutan NaBH<sub>4</sub> 1500 ppm dapat dilihat pada Lampiran B.3.

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

Padatan 1,10-Fenantrolin ditimbang sebanyak 0,1000 gram dengan menggunakan neraca analit. Padatan tersebut dimasukkan ke dalam gelas beker 100 mL dan ditambahkan 50 mL aqua DM. Setelah itu dipanaskan diatas *hot plate* dengan suhu 60°C dan diaduk dengan stirrer hingga padatan larut seluruhnya. Larutan tersebut dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan aqua demineralisasi (DM) dan diencerkan hingga tanda batas dan dikocok-kocok hingga larutan homogen. Perhitungan larutan standar 1,10-Fenantrolin dapat dilihat pada Lampiran B.4.

### **3.2.5 Pembuatan Larutan Buffer Asetat**

Larutan buffer asetat pH 4,5 dibuat dengan cara ditimbang padatan natrium asetat (CH<sub>3</sub>COONa) sebanyak 0,7853 gram lalu padatan tersebut dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL dan ditambahkan sedikit aqua DM hingga larut. Lalu ditambahkan 1 mL asam asetat glasial (CH<sub>3</sub>COOH) dan diencerkan dengan aqua demineralisasi (DM) hingga tanda batas dan dikocok-kocok hingga homogen. Selanjutnya larutan buffer asetat divariasi pH nya yaitu : 3,0 ; 3,5 ; 4,0 ; 4,5 ; 5,0 ; 5,5 ; 6,0 . pH larutan diukur dengan menggunakan pH meter digital. Perhitungan larutan buffer asetat dapat dilihat pada Lampiran B.5.



### **3.2.6 Pembuatan Larutan Blanko pada Panjang Gelombang Maksimum**

Larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  100 ppm atau  $\text{NaBH}_4$  1500 ppm diambil sebanyak 1,1 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL. Ditambahkan 1,5 mL buffer asetat pH 4,5, 1,5 mL 1,10-Fenantrolin 1000 ppm dan 5 mL aseton. Ditambahkan aqua demineralisasi (DM) hingga tanda batas dan diencerkan dan dikocok-kocok hingga homogen.

### **3.2.7 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum**

Larutan standar Fe (III) 100 ppm diambil sebanyak 0,5 mL yang artinya 5 ppm larutan Fe (III) dan dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL. Ditambahkan 11 ppm larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  atau 165 ppm  $\text{NaBH}_4$ , 1,5 mL larutan buffer asetat pH 4,5 dan 1,5 mL larutan 1,10-Fenanantrolin 1000 ppm. Setelah itu, ditambahkan aseton sebanyak 5 mL dan diencerkan dengan menggunakan aqua demineralisasi (DM) hingga tanda batas dan dikocok-kocok hingga homogen. Larutan tersebut didiamkan selama 15 menit lalu diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 400-600 nm. Pengukuran dilakukan sebanyak dua kali (duplo) dengan menggunakan larutan blanko sebagai pembanding. Data yang diperoleh dibuat kurva untuk menentukan besarnya panjang gelombang maksimum yaitu absorbansi (A) terhadap panjang gelombang yang diperoleh.

### **3.2.8 Penentuan pH Optimum Larutan Buffer Asetat**

Larutan standar Fe (III) 100 ppm diambil sebanyak 0,5 mL kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, ditambah 1,1 mL larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  100 ppm atau  $\text{NaBH}_4$  1500 ppm dan 1,5 mL larutan buffer asetat 100 ppm dengan variasi pH 3,0 ; 3,5 ; 4,0 ; 4,5 ; 5,0 ; 5,5 ; 6,0. Kemudian campuran ditambah 1,5 mL larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm dan 5 mL aseton lalu diencerkan dengan aqua demineralisasi (DM) hingga tanda batas. Campuran tersebut dikocok dan didiamkan selama 15 menit lalu diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis sebanyak dua kali. Data absorbansi yang telah diperoleh digunakan untuk pembuatan kurva antara absorbansi dengan pH buffer asetat,

sehingga dari kurva tersebut diperoleh pH optimum untuk tiap reduktor.

### **3.2.9 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  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  100 ppm atau  $\text{NaBH}_4$  1500 ppm sebagai pereduksi dengan variasi waktu selama 0 ; 5 ; 10 ; 15 ; 30 ; 45 ; 60 menit dan 1,5 mL buffer asetat pH 4,5. Kemudian campuran ditambah 1,5 mL larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm dan 5 mL aseton lalu diencerkan dengan aqua demineralisasi (DM) hingga tanda batas. Setelah itu dikocok dan didiamkan selama 15 menit kemudian diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum menggunakan spektrofotometer UV-Vis sebanyak dua kali. Data absorbansi yang telah diperoleh digunakan untuk pembuatan kurva antara absorbansi dengan waktu pendiaman kompleks sehingga dari kurva tersebut dapat diperoleh waktu optimum dari  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  atau  $\text{NaBH}_4$ .

### **3.2.10 Penentuan Konsentrasi Optimum Pereduksi**

Larutan standar Fe(III) 100 ppm diambil sebanyak 0,5 mL kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 10 ml, lalu ditambahkan larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  100 ppm sebanyak 0,5 ; 0,7 ; 0,9 ; 1,1 ; 1,3 ; 1,5 mL atau  $\text{NaBH}_4$  1500 ppm sebanyak 0,8 ; 0,9 ; 1,0 ; 1,1 ; 1,2 ; 1,3 ; 1,4 mL sebagai pereduksi, 1,5 mL buffer asetat pH 4,5. Kemudian campuran ditambah 1,5 mL Fenantrolin 1000 ppm dan 5 mL aseton lalu diencerkan dengan aqua demineralisasi (DM) hingga tanda batas. Setelah itu dikocok dan didiamkan 15 menit untuk pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  dan 5 menit untuk pereduksi  $\text{NaBH}_4$  lalu diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum menggunakan spektrofotometer UV-Vis sebanyak dua kali. Data absorbansi yang telah diperoleh digunakan untuk pembuatan kurva antara absorbansi dengan konsentrasi pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  atau  $\text{NaBH}_4$  sehingga dari kurva tersebut diperoleh konsentrasi optimum untuk reduktor  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  atau  $\text{NaBH}_4$ .

### **3.2.11 Pembuatan Kurva Kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin**

Penentuan kurva kalibrasi tiap reduktor dengan cara memasukkan larutan standar Fe(III) 100 ppm sebanyak 0,1 ; 0,2 ; 0,3 ; 0,4 ; 0,5 mL ke dalam labu ukur 10 mL lalu ditambahkan 1,1 mL larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  100 ppm atau 1 mL  $\text{NaBH}_4$  1500 ppm. Kemudian ditambahkan dengan 1,5 mL larutan buffer asetat pH 4,5, 1,5 mL larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm dan 5 mL aseton, kemudian diencerkan dengan aqua demineralisasi (DM) hingga volumenya 10 mL. Campuran dikocok dan didiamkan selama 15 menit untuk pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  dan 5 menit untuk pereduksi  $\text{NaBH}_4$ . Selanjutnya campuran diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum dengan spektrofotometer UV-Vis. Percobaan ini dilakukan dua kali pengulangan (duplo). Data absorbansi yang diperoleh digunakan untuk pembuatan kurva kalibrasi hubungan antara absorbansi dengan variasi konsentrasi larutan Fe (III).

**“Halaman ini sengaja dikosongkan”**

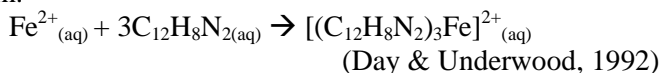
## BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

### 4.1. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum ( $\lambda_{\max}$ ) Kompleks Fe(II)-Fenantrolin

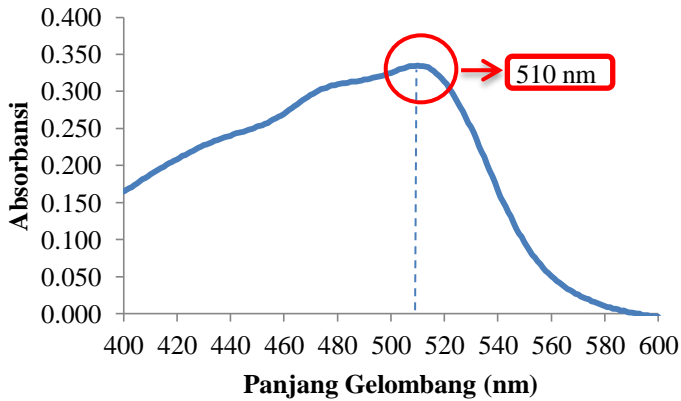
Analisa dengan spektrofotometri UV-Vis diawali dengan menentukan  $\lambda_{\max}$  dengan menggunakan spektrofotometri UV-Vis.  $\lambda_{\max}$  adalah panjang gelombang suatu larutan dimana terjadinya eksitasi elektronik yang memberikan absorbansi yang maksimum (Rivai dan Harrizul, 1995). Penentuan  $\lambda_{\max}$  dilakukan dengan mengukur absorbansi pada tiap panjang gelombang. Ini merupakan langkah penting dikarenakan pada penentuan  $\lambda_{\max}$  ditentukan oleh panjang gelombang yang memiliki nilai absorbansi maksimal sehingga mempunyai kepekaan maksimal yang dapat meminimalisir terjadinya kesalahan saat dilakukan pengujian secara berulang (Muzdalifah, 2017). Pengukuran dilakukan pada rentang  $\lambda$  UV-Vis 400–600 nm dengan interval 1 nm yang bertujuan agar didapatkan  $\lambda_{\max}$  yang lebih akurat. Hal ini didasarkan pada penelitian Tennesen dkk tahun 1992 yang menunjukkan bahwa reduksi Fe(III) menjadi Fe(II) terdeteksi pada  $\lambda$  510 nm. Absorbansi yang terbaca pada spektrofotometri UV-Vis sebaiknya berada pada rentang 0,2-0,8 (Hendayana dkk., 1994).

Pembuatan larutan kompleks Fe(II)-Fenantrolin dilakukan dengan cara besi dikomplekskan dengan menggunakan pengompleks 1,10-Fenantrolin. Sebelum dikomplekskan, Fe(III) direduksi terlebih dahulu menjadi Fe(II) dengan suatu pereduksi yang bertujuan untuk menstabilkan Fe(III) menjadi Fe(II) (Putri, 2018). Penelitian ini menggunakan pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  (Natrium Tiosulfat) dan  $\text{NaBH}_4$  (Natrium Borohidrida) dengan cara mereaksikan Fe(III) 5 ppm yang diambil dari larutan stok  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dengan 11 ppm  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  atau 165 ppm  $\text{NaBH}_4$ . Selanjutnya ditambahkan dengan larutan buffer asetat pH 4,5 untuk menyangga pH larutan, larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm yang berfungsi sebagai agen pengompleks (ligan) untuk membentuk senyawa kompleks dengan besi dan menghasilkan warna merah jingga pada daerah serapan sinar tampak, aseton

yang berfungsi sebagai penjaga kestabilan kompleks dan menambah kepolaran pelarut. Selain itu aseton merupakan pelarut yang dapat digunakan untuk larutan-larutan yang memiliki puncak serapan > 300 nm (Rifki, 2013). Kemudian diencerkan dengan aqua demineralisasi (DM). Campuran tersebut didiamkan selama 15 menit dan setelah itu dianalisa menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Blanko yang digunakan merupakan semua pereaksi kecuali larutan Fe(III), antara lain : Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> atau NaBH<sub>4</sub>, larutan buffer asetat pH 4,5 yang merupakan pH optimum untuk reaksi pembentukan kompleks (Liyana, 2011), larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm dan aseton kemudian diencerkan dengan aqua demineralisasi (DM). Pengukuran diulang sebanyak dua kali agar didapatkan data yang presisi dan akurat. Berikut merupakan reaksi pembentukan kompleks Fe(II)-Fenantrolin.

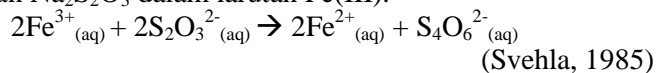


Secara fisik, warna yang dihasilkan yaitu merah jingga yang biasa disebut *ferrand* dan stabil pada kondisi pH 2-9 (Haris, 2003). Warna merah jingga merupakan warna komplementer dari larutan yang diukur sehingga warna yang terserap pada spektrofotometer UV-Vis adalah warna hijau – biru yang berada di sekitar 500 nm (Dianawati, 2015).  $\lambda_{\text{max}}$  kompleks Fe(II)-Fenantrolin dapat diketahui dari hasil kurva spektrofotometer UV-Vis dengan nilai absorbansi tertinggi. Sesuai dengan hasil penelitian ini mengenai penentuan  $\lambda_{\text{max}}$ , absorbansi tertinggi berada pada 510 nm. Hasil penentuan panjang gelombang maksimum antara Fe(II)-Fenantrolin terhadap pereduksi Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada rentang antara 400-600 nm dengan interval 1 nm dapat dilihat pada Gambar 4.1.

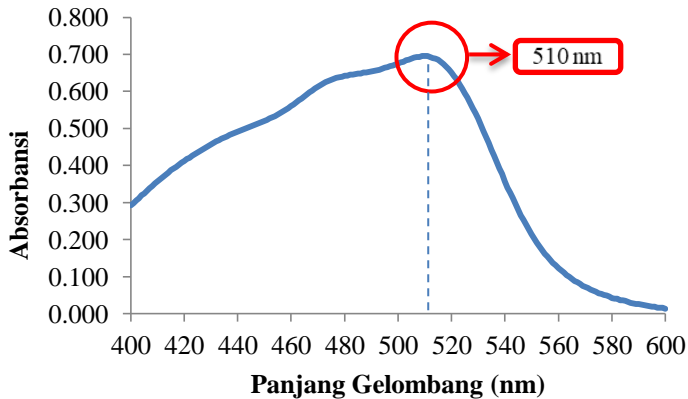


Gambar 4.1 Kurva Panjang Gelombang Maksimum Fe(II)-Fenantrolin terhadap Pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  pada Rentang 400-600 nm dengan Interval 1 nm

Berdasarkan kurva pada Gambar 4.1 tersebut diketahui bahwa  $\lambda_{\text{max}}$  dari kompleks Fe(II)-Fenantrolin terhadap pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  didapatkan nilai absorbansi tertinggi sebesar 0,335 pada  $\lambda$  510 nm yang merupakan  $\lambda_{\text{max}}$  dengan ditandai adanya puncak tertinggi. Data absorbansi yang diperoleh dapat dilihat pada Lampiran D.1. Berikut adalah reaksi yang terjadi saat penambahan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  dalam larutan Fe(III).

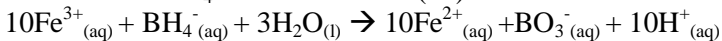


Gambar 4.2 adalah kurva  $\lambda_{\text{max}}$  Fe(II)-Fenantrolin terhadap pereduksi  $\text{NaBH}_4$  pada rentang 400-600 nm dengan interval 1 nm.



Gambar 4.2 Kurva  $\lambda_{\max}$  Fe(II)-Fenantrolin terhadap pereduksi  $\text{NaBH}_4$  pada Rentang 400-600 nm dengan Interval 1 nm.

Berdasarkan kurva pada Gambar 4.2 tersebut diketahui bahwa  $\lambda_{\max}$  dari kompleks Fe(II)-Fenantrolin terhadap pereduksi  $\text{NaBH}_4$  didapatkan nilai absorbansi tertinggi sebesar 0,696 pada  $\lambda$  510 nm yang merupakan  $\lambda_{\max}$  dengan ditandai adanya puncak tertinggi. Data absorbansi yang diperoleh dapat dilihat pada Lampiran D.2. Berikut adalah reaksi yang terjadi saat penambahan  $\text{NaBH}_4$  dalam larutan Fe(III).



Pada panjang gelombang maksimum tersebut menandakan bahwa kompleks Fe(II)-Fenantrolin memiliki serapan maksimum pada daerah tampak (*visible*) dan stabil sehingga dihasilkan kesalahan yang kecil saat dilakukan analisis. Panjang gelombang ini yang digunakan sebagai dasar acuan untuk pengukuran selanjutnya.

Dari hasil penentuan  $\lambda_{\max}$  kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  dan  $\text{NaBH}_4$  membentuk kompleks berwarna merah jingga dengan  $\lambda_{\max}$  510 nm, sehingga pereduksi tidak mempengaruhi  $\lambda_{\max}$ .



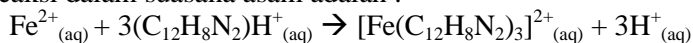
## 4.2 Penentuan pH Optimum Buffer Asetat

Larutan buffer merupakan larutan yang dapat menunjukkan ketahanan tertentu baik terhadap asam maupun basa. Pada umumnya larutan buffer mengandung campuran dari suatu asam lemah dan garamnya atau suatu basa lemah dan garamnya. Larutan buffer dibutuhkan untuk mempertahankan pH suatu larutan (Vogel, 1985).

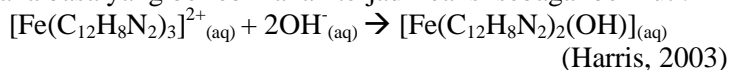
Penentuan pH optimum dalam penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kondisi optimum dari reduksi Fe(III) menjadi Fe(II) sehingga terbentuk kompleks Fe(II)-Fenantrolin yang dapat bekerja pada pH asam maupun basa yang ditandai dengan warna merah jingga dan terbentuk pada pH 2-9 serta stabil dalam waktu yang lama (Sandell, 1959). Penelitian ini dilakukan dalam keadaan asam dengan menggunakan larutan buffer asetat sebagai penstabil pH larutan kompleks Fe(II)-Fenantrolin. Buffer asam dipilih dikarenakan buffer basa terdapat ion OH<sup>-</sup> dimana ion OH<sup>-</sup> merupakan ligan yang berpengaruh untuk berkompetisi dengan ligan 1,10-Fenantrolin dalam membentuk kompleks Fe(II)-Fenantrolin. Walaupun ligan 1,10-Fenantrolin sifatnya lebih kuat dibandingkan dengan ligan OH<sup>-</sup>, ligan OH<sup>-</sup> dapat mendesak dan menggantikan 1 molekul ligan 1,10-Fenantrolin dan membentuk warna larutan kuning kecoklatan (Pangastuti, 2017). Larutan buffer asetat digunakan sebagai buffer karena cenderung bersifat asam lemah (Wulandari, 2009). Hal ini dapat ditunjukkan dalam deret spektrokimia :

$I^- < Br^- < S^{2-} < SCN^- < Cl^- < NO_3^- < F^- < OH^- < H_2O < NCS^- < NH_3 < en < bipy < phen < NO_2^- < CN^- < CO$  (Oxtoby, et al., 2001).

Reaksi yang terbentuk ketiga ligan 1,10-Fenantrolin bereaksi dalam suasana asam adalah :



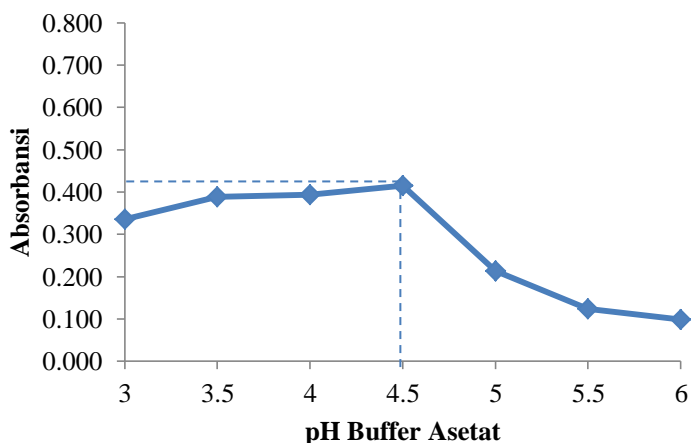
Sedangkan jika ligan 1,10-Fenantrolin bereaksi dalam suasana basa yang berlebih akan terjadi reaksi sebagai berikut :



Pada penelitian ini digunakan variasi pH buffer asetat mulai dari 3 ; 3,5 ; 4 ; 4,5 ; 5 ; 5,5 dan 6 yang bertujuan untuk

mengetahui pH optimum, pada pH inilah kompleks Fe(II)-Fenantrolin terbentuk secara optimum oleh pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  dan  $\text{NaBH}_4$  yang terukur absorbansinya pada  $\lambda_{\text{max}}$  510 nm. Hasil penelitian ini ditunjukkan pada Gambar 4.3 yang merupakan kurva hasil penentuan pH optimum buffer asetat dengan pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ . Data yang diperoleh kemudian dibuat kurva hubungan antara absorbansi dengan pH buffer asetat seperti pada Gambar 4.3 berikut.

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

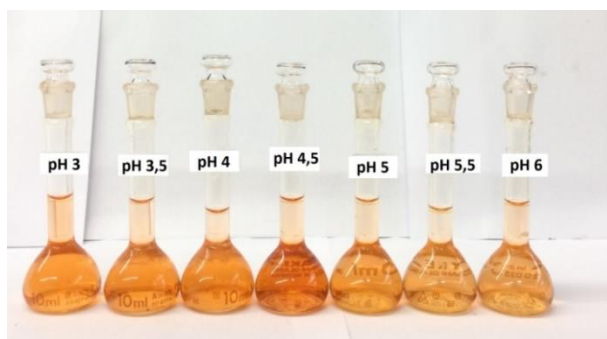


Gambar 4.3 Kurva pH Optimum Buffer Asetat dengan Pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Pada Gambar 4.3 terlihat kurva plot antara absorbansi terhadap pH buffer asetat. Berdasarkan kurva tersebut dihasilkan puncak tertinggi yang terletak pada pH 4,5 dengan nilai absorbansi sebesar 0,415 dan nilai *Standard Deviation* (SD) sebesar 0,00424. Nilai SD tidak terlalu besar, yaitu  $< 5\%$ . Semakin kecil nilai standar deviasi menunjukkan bahwa data semakin homogen atau cenderung memiliki nilai yang identik, sehingga tingkat penyebaran data dapat dikatakan baik (Noviandani dkk., 2014). Pada pH 4,5 dihasilkan nilai absorbansi

yang paling tinggi dibandingkan dengan lainnya karena kompleks Fe(II)-Fenantrolin terbentuk dalam jumlah banyak. Dapat dikatakan bahwa semua Fe(II) telah membentuk ikatan koordinasi dengan ligan 1,10-Fenantrolin membentuk senyawa kompleks Fe(II)-Fenantrolin (Ariyanti, 2011). Pada pH 3 ; 3,5 dan 4 memiliki nilai absorbansi yang rendah, hal ini dikarenakan masih ada pengaruh ion  $H^+$  pada larutan buffer sehingga kompleks yang terbentuk kurang stabil dan terbentuk dalam jumlah sedikit. Dengan kata lain, tidak semua Fe(II) bereaksi dengan ligan 1,10-Fenantrolin membentuk kompleks Fe(II)-Fenantrolin, sehingga pada rentang pH tersebut bukan merupakan pH optimum karena jumlah kompleks Fe(II)-Fenantrolin yang terbentuk sedikit (Dian, 2004).

Kurva pada Gambar 4.3 menunjukkan penurunan drastis dari pH 4,5 ke pH 5 dan 6 dengan absorbansi yang rendah. Sama halnya dengan penjelasan pada pH 3 ; 3,5 dan 4, hal ini dikarenakan berkurangnya ion  $H^+$  sehingga jumlah kompleks Fe(II)-Fenantrolin yang terbentuk sedikit yang ditandai dengan warna jingga yang terbentuk lebih pudar (Putri, 2018). Dengan kata lain tidak semua Fe(II) bereaksi dengan ligan 1,10-Fenantrolin membentuk kompleks Fe(II)-Fenantrolin (Dian, 2004). Hal ini dapat dibuktikan dengan pengamatan perubahan warna kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $Na_2S_2O_3$  seperti pada Gambar 4.4 berikut.

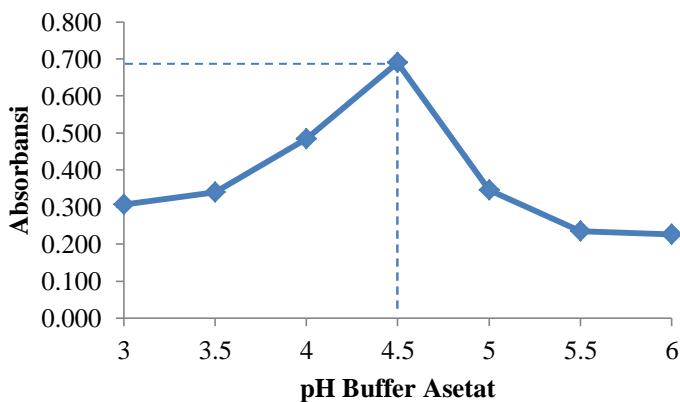


Gambar 4.4 Perubahan Warna Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi  $Na_2S_2O_3$  pada Kondisi Asam

Pada Gambar 4.4 terlihat bahwa perubahan warna kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  yang terjadi dimana pada kondisi pH 4,5 memiliki warna merah jingga paling pekat dibandingkan dengan lainnya. Dapat dikatakan bahwa pH 4,5 merupakan pH optimum dari kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .

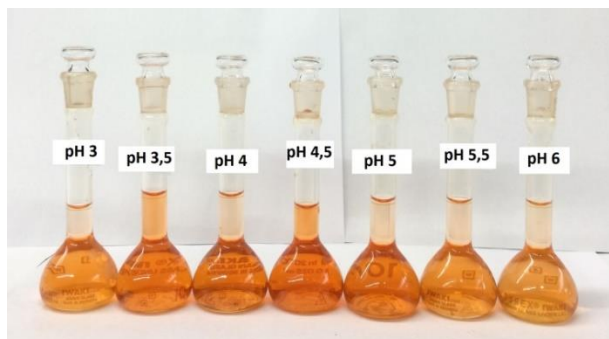
Langkah selanjutnya dilakukan perhitungan untuk mencari tingkat kepresisian metode optimasi pH buffer asetat melalui nilai *Coefficient Variation* (CV) dan *Relative Standard Deviation* (RSD). Dari hasil penelitian, nilai RSD untuk pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  pada kondisi buffer asetat pH 4,5 sebesar 10,223 ppt dan nilai CV sebesar 1,0223% seperti pada Lampiran D Tabel D.2. Berdasarkan perhitungan, maka data ini dikatakan baik karena nilai RSD < 20 ppt dan nilai CV < 5% (Miller & Miller, 1991).

Gambar 4.5 merupakan kurva penentuan pH optimum buffer asetat dengan pereduksi  $\text{NaBH}_4$ .



Gambar 4.5 Kurva pH Optimum Buffer Asetat dengan Pereduksi  $\text{NaBH}_4$

Pada Gambar 4.5 terlihat puncak tertinggi pada pH 4,5 dengan nilai absorbansi sebesar 0,691 dan nilai *Standard Deviation* (SD) sebesar 0,00071. Nilai SD tidak terlalu besar, yaitu < 5%. Semakin kecil nilai standar deviasi menunjukkan bahwa data semakin homogen atau cenderung memiliki nilai yang identik, sehingga tingkat penyebaran data dapat dikatakan baik (Noviandani dkk., 2014). Pada pH 3 ; 3,5 dan 4 dihasilkan nilai absorbansi yang rendah sama halnya dengan pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  yang mengindikasikan bahwa masih ada pengaruh ion  $\text{H}^+$  pada larutan buffer sehingga jumlah kompleks Fe(II)-Fenantrolin yang terbentuk sedikit yang ditandai dengan warna jingga yang terbentuk lebih pudar (Putri, 2018). Dengan kata lain Fe(II) belum bereaksi semua dengan ligan 1,10-Fenantrolin (Putri, 2018). Sedangkan untuk rentang pH setelah 4,5 adalah 5 ; 5,5 dan 6 yang mengalami penurunan nilai absorbansi dikarenakan berkurangnya ion  $\text{H}^+$  pada larutan buffer sehingga kompleks Fe(II)-Fenantrolin yang terbentuk dalam jumlah sedikit yang ditandai dengan warna jingga yang terbentuk lebih pudar, sehingga dapat dikatakan bahwa pada rentang pH tersebut bukan merupakan pH optimum karena jumlah kompleks Fe(II)-Fenantrolin yang terbentuk sedikit (Dian, 2004). Hal ini dapat dibuktikan dengan perubahan warna kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $\text{NaBH}_4$  seperti pada Gambar 4.6 berikut.



Gambar 4.6 Perubahan Warna Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi  $\text{NaBH}_4$  pada Kondisi Asam

Pada Gambar 4.6 terlihat bahwa perubahan warna kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $\text{NaBH}_4$  yang terjadi dimana pada kondisi pH 4,5 memiliki warna merah jingga paling pekat dibandingkan dengan lainnya, sehingga dapat dikatakan bahwa pH 4,5 merupakan pH optimum dari kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $\text{NaBH}_4$ . Dari hasil pengamatan terlihat bahwa warna kompleks Fe(II)-Fenantrolin yang dihasilkan dengan pereduksi  $\text{NaBH}_4$  memiliki warna merah jingga yang lebih pekat dibandingkan dengan warna kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , hal tersebut menandakan bahwa  $\text{NaBH}_4$  merupakan reduktor kuat dibandingkan dengan pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .

Langkah selanjutnya dilakukan perhitungan untuk mencari tingkat kepresisian metode optimasi pH buffer asetat melalui nilai *Coefficient Variation* (CV) dan *Relative Standard Deviation* (RSD). Dari hasil penelitian, nilai RSD untuk pereduksi  $\text{NaBH}_4$  pada kondisi buffer asetat pH 4,5 sebesar 1,024 ppt dan nilai CV sebesar 0,1024% seperti pada Tabel D.8 (Lampiran D). Berdasarkan perhitungan, maka data ini dikatakan baik karena nilai RSD < 20 ppt dan nilai CV < 5% (Miller & Miller, 1991).

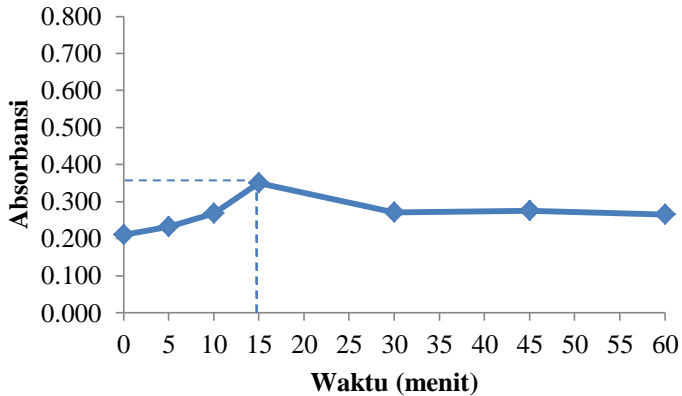
Dari hasil penentuan pH optimum pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  dan  $\text{NaBH}_4$  untuk mereduksi 5 ppm Fe(III) menjadi Fe(II) dalam analisis kadar besi menggunakan spektrofotometer UV-Vis diperoleh kondisi pH optimum buffer asetat pada pH 4,5.

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

Penentuan waktu optimum pembentukan kompleks Fe(II)-Fenantrolin bertujuan untuk memberi kesempatan ligan 1,10-Fenantrolin dalam membentuk kompleks Fe(II)-Fenantrolin dan mencari waktu yang tepat agar semua Fe(II) dapat berikatan dengan ligan 1,10-Fenantrolin, karena ketepatan waktu pengukuran sangat berpengaruh pada nilai absorbansi yang terukur pada  $\lambda_{\text{max}}$  510 nm. Variasi waktu yang digunakan mulai dari 0 ; 5 ; 10 ; 15 ; 30 ; 45 dan 60 menit untuk pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  dan  $\text{NaBH}_4$ . Data yang diperoleh kemudian dibuat kurva

hubungan antara absorbansi dengan waktu kompleks seperti pada Gambar 4.7 berikut.

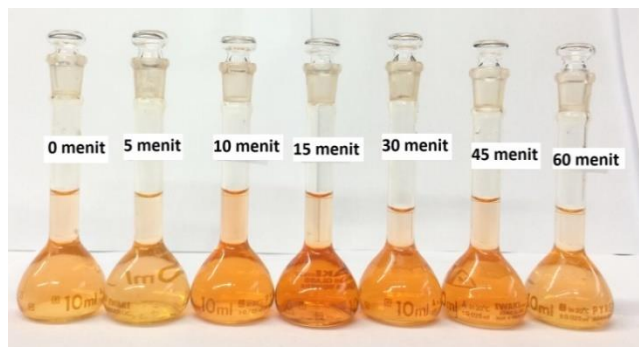
Gambar 4.7 merupakan kurva penentuan waktu optimum kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .



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

Pada Gambar 4.7 terlihat kurva plot antara absorbansi terhadap waktu. Berdasarkan kurva tersebut menunjukkan bahwa dihasilkan absorbansi yang berbeda-beda tiap variasi waktu pengompleksan ion logam besi oleh 1,10-Fenantrolin. Pada waktu pendiaman 15 menit menunjukkan puncak tertinggi dengan nilai absorbansi sebesar 0,351 dengan nilai *Standard Deviation* (SD) sebesar 0,00071. Nilai SD tidak terlalu bedar, yaitu  $< 5\%$ . Semakin kecil nilai standar deviasi menunjukkan bahwa data semakin homogen atau cenderung memiliki nilai yang identik, sehingga tingkat penyebaran data dapat dikatakan baik (Noviandani dkk., 2014). Perbedaan nilai absorbansi ini dikarenakan pada saat waktu pengompleksan 0 ; 5 dan 10 menit, Fe(II) belum semua bereaksi dengan ligan 1,10-Fenantrolin, akibatnya kompleks Fe(II)-Fenantrolin yang terukur sebagai nilai absorbansi belum optimal. Berbeda dengan pada saat 15 menit yang menghasilkan nilai absorbansi paling tinggi dibandingkan

dengan lainnya. Pengujian setelah waktu 15 menit, nilai absorbansi mengalami penurunan. Hal ini dapat dibuktikan dengan pengamatan perubahan warna kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  seperti pada Gambar 4.8 berikut.



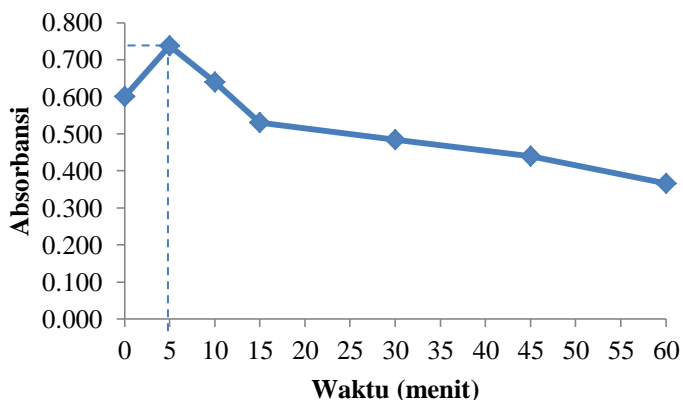
Gambar 4.8 Perubahan Warna Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Pada Gambar 4.8 terlihat bahwa perubahan warna kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  yang terjadi dimana pada waktu pendiaman 15 menit diperoleh warna merah jingga paling pekat dibandingkan dengan lainnya, namun pada kondisi dibawah maupun diatas waktu 15 menit dihasilkan warna kompleks merah jingga kurang pekat. Dapat dikatakan bahwa waktu pendiaman 15 menit merupakan waktu optimum yang dibutuhkan untuk membentuk kompleks Fe(II)-Fenantrolin.

Langkah selanjutnya dilakukan perhitungan untuk mencari tingkat kepresisian metode optimasi waktu pendiaman kompleks melalui nilai *Coefficient Variation* (CV) dan *Relative Standard Deviation* (RSD). Dari hasil penelitian, nilai RSD untuk pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  pada waktu pendiaman kompleks 15 menit sebesar 2,017 ppt dan nilai CV sebesar 0,2017% seperti pada lampiran D tabel D.8. Berdasarkan perhitungan, maka data ini dikatakan baik karena nilai RSD < 20 ppt dan nilai CV < 5% (Miller & Miller, 1991).



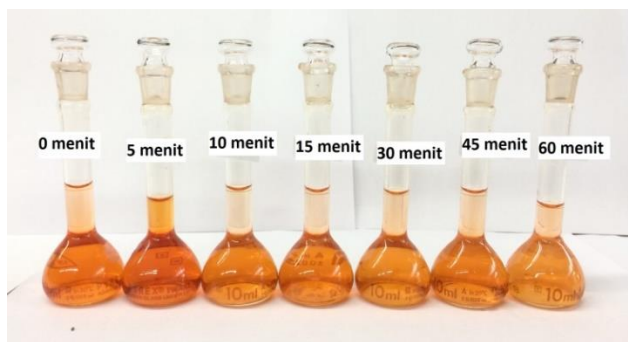
Gambar 4.9 merupakan kurva penentuan waktu optimum kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $\text{NaBH}_4$ .



Gambar 4.9 Kurva Waktu Optimum Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi  $\text{NaBH}_4$

Pada Gambar 4.7 terlihat bahwa dihasilkan absorbansi yang berbeda-beda tiap variasi waktu pengompleksan ion logam besi oleh 1,10-Fenantrolin, namun pada waktu pendiaman 5 menit terlihat puncak tertinggi dengan nilai absorbansi sebesar 0,738 dengan nilai *Standard Deviation* (SD) sebesar 0,00071. Nilai SD tidak terlalu besar, yaitu  $< 5\%$ . Semakin kecil nilai standar deviasi menunjukkan bahwa data semakin homogen atau cenderung memiliki nilai yang identik, sehingga tingkat penyebaran data dapat dikatakan baik (Noviandani dkk, 2014). Perbedaan nilai absorbansi ini dikarenakan pada saat waktu pengompleksan 0 menit Fe(II) belum semua bereaksi dengan ligan 1,10-Fenantrolin, akibatnya kompleks Fe(II)-Fenantrolin yang terukur sebagai nilai absorbansi belum optimal. Pada saat waktu pendiaman kompleks 5 menit dihasilkan nilai absorbansi yang tinggi dibandingkan dengan lainnya. Pada waktu pendiaman kompleks setelah 5 menit, nilai absorbansi mengalami penurunan. Hal ini dapat dibuktikan dengan pengamatan perubahan warna

kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $\text{NaBH}_4$  seperti pada Gambar 4.10 berikut.



Gambar 4.10 Perubahan Warna Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi  $\text{NaBH}_4$

Pada Gambar 4.10 terlihat bahwa perubahan warna kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $\text{NaBH}_4$  yang terjadi dimana pada waktu pendiaman kompleks 5 menit memiliki warna merah jingga paling pekat dibandingkan dengan lainnya, namun pada saat sebelum maupun setelah 5 menit, warna kompleks yang dihasilkan semakin pudar. Dapat dikatakan bahwa, waktu pengompleksan yang dianggap paling optimum adalah selama 5 menit untuk membentuk kompleks Fe(II)-Fenantrolin.

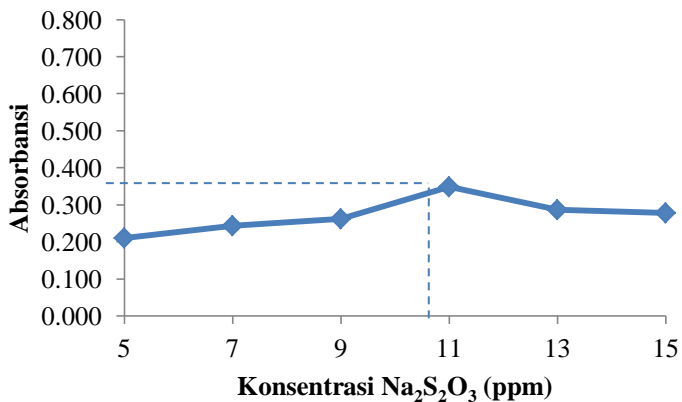
Langkah selanjutnya dilakukan perhitungan untuk mencari tingkat kepresisian metode optimasi waktu pendiaman kompleks melalui nilai *Coefficient Variation* (CV) dan *Relative Standard Deviation* (RSD). Dari hasil penelitian nilai RSD untuk pereduksi  $\text{NaBH}_4$  pada waktu pendiaman kompleks 5 menit sebesar 0,959 ppt dan nilai CV sebesar 0,0959% seperti pada Tabel D.10 (Lampiran D). Berdasarkan perhitungan, maka data ini dikatakan baik karena nilai RSD < 20 ppt dan nilai CV < 5% (Miller & Miller, 1991).

Dari hasil penentuan waktu optimum pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  untuk mereduksi 5 ppm Fe(III) menjadi Fe(II) dalam analisis kadar besi menggunakan spektrofotometer UV-Vis diperoleh

kondisi waktu optimum pendiaman kompleks selama 15 menit, sedangkan pereduksi  $\text{NaBH}_4$  dengan waktu optimum pendiaman kompleks selama 5 menit.

#### 4.4 Penentuan Konsentrasi Optimum Pereduksi

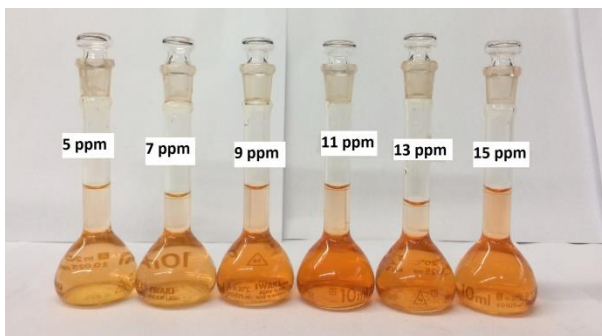
Penentuan konsentrasi optimum pembentukan kompleks Fe(II)-Fenantrolin bertujuan untuk mengetahui pada konsentrasi berapakah kondisi optimum reduktor untuk mereduksi Fe(III) menjadi Fe(II) dengan pengompleks 1,10-Fenantrolin pada suasana asam yang terukur nilai absorbansinya pada panjang gelombang maksimum ( $\lambda_{\text{max}}$ ) 510 nm. Variasi konsentrasi pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  yang digunakan mulai dari 5 ; 7 ; 9 ; 11 ; 13 dan 15 ppm, sedangkan pereduksi  $\text{NaBH}_4$  antara lain 120 ; 135 ; 150 ; 165 ; 180 ppm untuk mengetahui kemampuannya dalam mereduksi Fe(III) menjadi Fe(II). Konsentrasi ini sangat berpengaruh pada nilai absorbansi yang dihasilkan. Data yang diperoleh kemudian dibuat kurva hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi pereduksi seperti pada Gambar 4.11.



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

Pada Gambar 4.11 terlihat kurva plot antara absorbansi terhadap konsentrasi pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ . Berdasarkan kurva

tersebut menunjukkan peningkatan nilai absorbansi dari 5 ppm ke 11 ppm yang menandakan bahwa konsentrasi pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  yang dibutuhkan untuk mereduksi Fe(III) menjadi Fe(II) masih kurang, sehingga masih terdapat sebagian Fe(III) yang belum tereduksi menjadi Fe(II) dan menyebabkan senyawa kompleks Fe(II)-Fenantrolin yang terbentuk kurang optimal, oleh karena itu masih diperlukan konsentrasi pereduksi yang lebih besar. Berbeda dengan pada saat konsentrasi pereduksi yang digunakan 11 ppm, kurva menunjukkan puncak tertinggi dengan nilai absorbansi sebesar 0,350 dengan nilai *Standard Deviation* (SD) sebesar 0,00071. Nilai SD tidak terlalu besar, yaitu  $< 5\%$ . Semakin kecil nilai standar deviasi menunjukkan bahwa data semakin homogen atau cenderung memiliki nilai yang identik, sehingga tingkat penyebaran data dapat dikatakan baik (Noviandani dkk, 2014). Saat digunakan konsentrasi pereduksi diatas konsentrasi optimum yaitu 13 dan 15 ppm, nilai absorbansi mengalami penurunan karena pereduksi yang digunakan berlebihan, sehingga berkompetisi dengan pengompleks 1,10-Fenantrolin yang dapat mempengaruhi pembentukan kompleks Fe(II)-Fenantrolin dan menyebabkan kompleks yang terbentuk terurai kembali. Hal ini dapat ditunjukkan dengan pengamatan perubahan warna kompleks dengan pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  seperti pada Gambar 4.12 berikut.

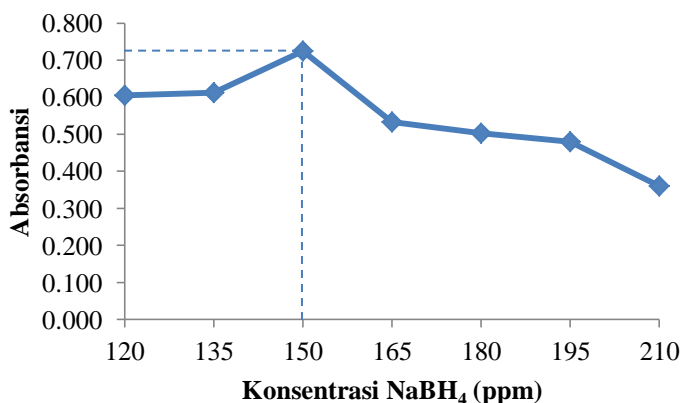


Gambar 4.12 Perubahan Warna Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Pada Gambar 4.12 terlihat bahwa perubahan warna kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  yang terjadi dimana pada konsentrasi pereduksi 11 ppm memiliki warna merah jingga paling pekat dibandingkan dengan lainnya, namun pada kondisi dibawah maupun diatas konsentrasi 11 ppm, warna kompleks yang dihasilkan merah jingga kurang pekat. Dapat dikatakan bahwa konsentrasi pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  11 ppm merupakan konsentrasi optimum yang dibutuhkan untuk membentuk kompleks Fe(II)-Fenantrolin.

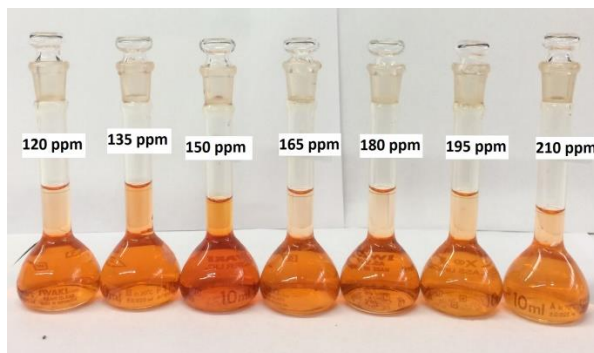
Langkah selanjutnya dilakukan perhitungan untuk mencari tingkat kepresisian metode optimasi konsentrasi pereduksi melalui nilai *Coefficient Variation* (CV) dan *Relative Standard Deviation* (RSD). Dari hasil penelitian, nilai RSD untuk pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  pada konsentrasi 11 ppm sebesar 2,023 ppt dan nilai CV sebesar 0,2023% seperti pada Tabel D.6 (Lampiran D). Berdasarkan perhitungan, maka data ini dikatakan baik karena nilai RSD < 20 ppt dan nilai CV < 5% (Miller & Miller, 1991).

Gambar 4.13 merupakan kurva penentuan konsentrasi optimum kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $\text{NaBH}_4$ .



Gambar 4.13 Kurva Konsentrasi Optimum Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi  $\text{NaBH}_4$

Pada Gambar 4.13 terlihat bahwa nilai absorbansi semakin meningkat dari konsentrasi pereduksi 120 hingga 150 ppm. Semakin meningkatnya nilai absorbansi menandakan bahwa semakin banyak Fe(III) yang tereduksi menjadi Fe(II), karena itu beberapa peneliti memilih memberikan kelebihan  $\text{NaBH}_4$  untuk dapat menyempurnakan proses reduksi serta tidak ada ion Fe(III) yang tersisa (Grace dkk., 2012). Pada saat konsentrasi pereduksi 150 ppm menunjukkan puncak tertinggi dari kurva dengan nilai absorbansi sebesar 0,724 dan nilai *Standard Deviation* (SD) sebesar 0. Nilai SD tidak terlalu besar, yaitu  $< 5\%$ . Semakin kecil nilai standar deviasi menunjukkan bahwa data semakin homogen atau cenderung memiliki nilai yang identik, sehingga tingkat penyebaran data dapat dikatakan baik (Noviandani dkk., 2014). Namun setelah konsentrasi pereduksi 150 ppm, nilai absorbansi mengalami penurunan hingga 210 ppm yang disebabkan karena konsentrasi  $\text{NaBH}_4$  yang digunakan sangat berlebih, sehingga kompleks Fe(II)-Fenantrolin yang telah terbentuk terurai kembali serta menghambat proses reduksi (Grace dkk., 2012). Hal ini dapat ditunjukkan dengan pengamatan perubahan warna kompleks dengan pereduksi  $\text{NaBH}_4$  seperti pada Gambar 4.14 berikut.



Gambar 4.14 Perubahan Warna Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi  $\text{NaBH}_4$

Pada Gambar 4.14 terlihat perubahan warna kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $\text{NaBH}_4$  yang terjadi pada

konsentrasi pereduksi 150 ppm memiliki warna merah jingga paling pekat dibandingkan dengan lainnya, namun pada kondisi dibawah maupun diatas konsentrasi 150 ppm, warna kompleks yang dihasilkan merah jingga kurang pekat. Dapat dikatakan bahwa konsentrasi pereduksi  $\text{NaBH}_4$  150 ppm merupakan konsentrasi optimum yang dibutuhkan untuk membentuk kompleks Fe(II)-Fenantrolin.

Langkah selanjutnya dilakukan perhitungan untuk mencari tingkat kepresisian metode optimasi konsentrasi pereduksi melalui nilai *Coefficient Variation (CV)* dan *Relative Standard Deviation (RSD)*. Dari hasil penelitian, nilai RSD untuk pereduksi  $\text{NaBH}_4$  pada konsentrasi 150 ppm sebesar 0 ppt dan nilai CV sebesar 0% seperti pada Tabel D.8 (Lampiran D). Berdasarkan perhitungan, maka data ini dapat dikatakan baik karena nilai RSD < 20 ppt dan nilai CV < 5% (Miller & Miller, 1991).

Dari hasil penentuan konsentrasi optimum pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  untuk mereduksi 5 ppm Fe(III) menjadi Fe(II) dalam analisis kadar besi menggunakan spektrofotometer UV-Vis diperoleh kondisi konsentrasi optimum sebesar 11 ppm, sedangkan pereduksi  $\text{NaBH}_4$  pada konsentrasi optimum sebesar 150 ppm.

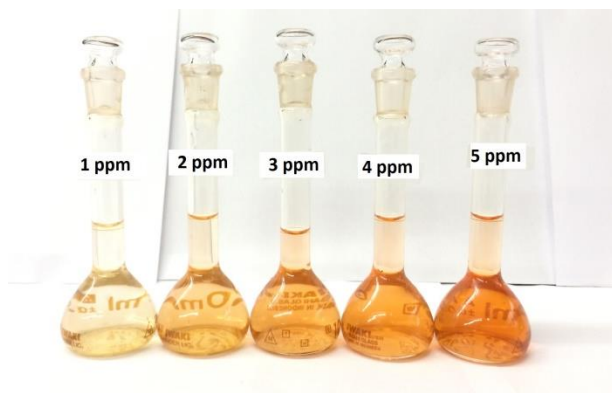
#### **4.5 Pembuatan Kurva Kalibrasi Kompleks Fe(II)-Fenantrolin**

Kurva kalibrasi merupakan garis yang diperoleh dari gabungan titik-titik yang menyatakan hubungan antara konsentrasi sebagai sumbu x terhadap absorbansi sebagai sumbu y yang diserap oleh senyawa kompleks setelah dilakukan analisa regresi linear. Kurva kalibrasi diperoleh dengan cara membuat seri konsentrasi larutan baku dari zat yang akan dianalisis. Masing-masing absorbansi larutan dengan berbagai konsentrasi diukur kemudian dibuat kurva yang merupakan hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi (Setyowati, 2009).

Pembuatan kurva kalibrasi dalam pengukuran menggunakan spektrofotometer UV-Vis merupakan langkah yang penting karena kurva kalibrasi sangat diperlukan dalam penentuan

besarnya konsentrasi besi yang tereduksi berdasarkan nilai absorbansi larutan standar besi serta untuk menentukan ketepatan hasil analisa yang dilakukan dengan hukum Lambert-Beer. Hukum Lambert-Beer :  $A = \epsilon \cdot b \cdot c$ , dimana  $A$  merupakan absorbansi,  $\epsilon$  merupakan absorpsivitas molar ( $L/mol \cdot cm$ ),  $b$  merupakan tebal kuvet ( $cm$ ) serta  $C$  merupakan konsentrasi ( $mol/L$ ).

Kurva kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin ditentukan oleh pengukuran absorbansi dari variasi konsentrasi Fe(III) yakni 1 ; 2 ; 3 ; 4 dan 5 ppm yang terukur nilai absorbansinya pada panjang gelombang maksimum ( $\lambda_{max}$ ) 510 nm. Variasi konsentrasi tersebut berpengaruh pada warna kompleks yang dihasilkan berbeda dan terbentuk gradasi yang menyebabkan absorbansinya juga berbeda. Pengamatan warna kompleks Fe(II)-Fenantrolin 1-5 ppm dengan pereduksi  $Na_2S_2O_3$  ditunjukkan pada Gambar 4.15 berikut.



Gambar 4.15 Larutan Fe(II)-Fenantrolin 1-5 ppm dengan pereduksi  $Na_2S_2O_3$

Pada Gambar 4.15 dapat dilihat bahwa seiring dengan peningkatan konsentrasi larutan Fe(III) 1 ppm hingga 5 ppm nampak warna kompleks Fe(II)-Fenantrolin yang dihasilkan semakin pekat. Kemudian kompleks yang telah terbentuk tersebut diukur nilai absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-

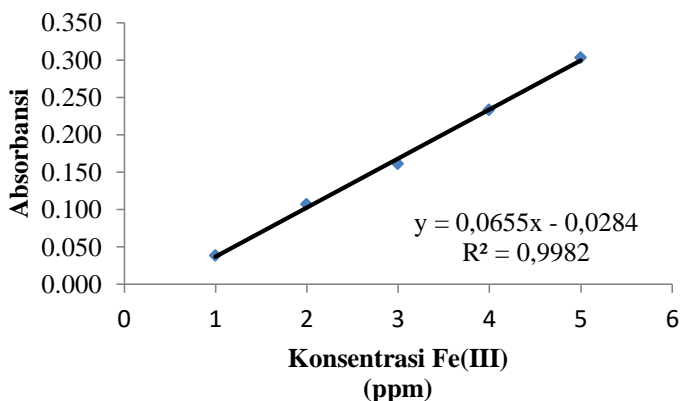


Vis pada  $\lambda_{\max}$  510 nm. Dari hasil pengukuran diperoleh data absorbansi pada Tabel 4.1 berikut.

Tabel 4.1 Data Nilai Absorbansi dari Fe(III) dengan Pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Konsentrasi Fe(III) (ppm)	Absorbansi
1	0,038
2	0,107
3	0,161
4	0,233
5	0,303

Berdasarkan Tabel 4.1 dari hasil pengukuran menggunakan spektrofotometer UV-Vis kemudian dibuat kurva hubungan antara konsentrasi sebagai sumbu x terhadap absorbansi sebagai sumbu y, maka didapatkan kurva linear dengan persamaan  $y = 0,0655x - 0,0284$  dan  $R^2 = 0,9982$  yang menunjukkan bahwa hukum Lambert-Beer telah terpenuhi. Kurva kalibrasi kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  dapat dilihat pada Gambar 4.16 berikut.

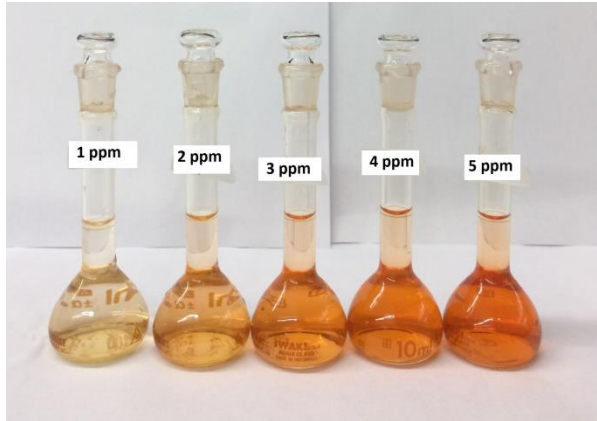


Gambar 4.16 Kurva Kalibrasi Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Berdasarkan Gambar 4.16 terlihat kurva kalibrasi yang terbentuk memiliki persamaan garis  $y = 0,0655x - 0,0284$  dengan nilai R sebesar 0,9991 dan nilai  $R^2$  sebesar 0,9982. Koefisien korelasi (R) sebesar 0,9991 (99,91%) menyatakan bahwa terdapat korelasi yang sangat kuat dan linearitas yang baik antara konsentrasi larutan besi dengan absorbansi larutan kompleks tersebut karena mendekati angka 1, sementara koefisien determinasi ( $R^2$ ) sebesar 0,9982 menyatakan bahwa semua titik terletak pada 1 garis linear dengan *gradient* positif. Dimana nilai R yang baik berada pada rentang  $-1 \leq R \leq 1$  dan nilai  $R^2$  yang baik berada pada rentang  $0,9 \leq R^2 \leq 1$  (Butler, 2005). Selain menggunakan uji linearitas suatu kurva kalibrasi, dapat digunakan uji-t untuk mengetahui ada tidaknya hubungan antara absorbansi yang didapat dengan konsentrasinya.

Uji-t dikatakan memiliki hubungan korelasi apabila  $t_{hitung} > t_{tabel}$ . Uji-t digunakan untuk menunjukkan perbedaan rata-rata antara kedua variabel. Dari hasil perhitungan yang telah dilakukan diperoleh nilai  $t_{hitung}$  sebesar 40,8123. Nilai tersebut dibandingkan dengan nilai  $t_{tabel}$ . Nilai  $t_{tabel}$  sebesar 3,18 untuk selang kepercayaan 95% dan derajat kebebasan 3 (Miller dan Miller, 1991). Selang kepercayaan 95% artinya untuk 100 kali percobaan, kesalahan hanya pada 5 data. Dapat dilihat pada Lampiran C.3. Berdasarkan perhitungan uji-t diperoleh nilai  $t_{hitung} > t_{tabel}$ , maka  $H_0$  ditolak yang menandakan terdapat korelasi antara konsentrasi sebagai sumbu x dengan absorbansi sebagai sumbu y. Persamaan regresi tersebut layak digunakan sebagai kurva kalibrasi, sehingga persamaan  $y = 0,0655x - 0,0284$  dapat digunakan sebagai dasar pengukuran untuk menentukan konsentrasi besi.

Gambar 4.17 merupakan pengamatan warna kompleks Fe(II)-Fenantrolin 1-5 ppm dengan pereduksi  $\text{NaBH}_4$ .



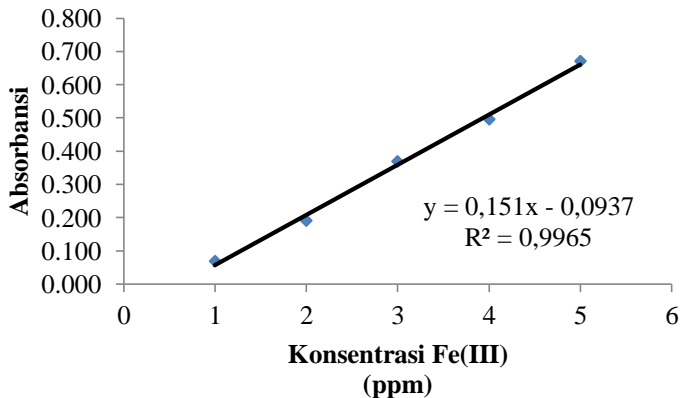
Gambar 4.17 Larutan Fe(II)-Fenantrolin 1-5 ppm dengan Pereduksi  $\text{NaBH}_4$

Pada Gambar 4.17 dapat dilihat bahwa seiring dengan meningkatnya konsentrasi larutan Fe(III) 1 ppm hingga 5 ppm nampak warna kompleks Fe(II)-Fenantrolin yang dihasilkan berwarna jingga pudar hingga merah jingga pekat, kemudian kompleks yang telah terbentuk tersebut diukur nilai absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum ( $\lambda_{\text{max}}$ ) 510 nm. Dari hasil pengukuran diperoleh absorbansi pada Tabel 4.2 berikut.

Tabel 4.2 Data Nilai Absorbansi dari Fe(III) dengan Pereduksi  $\text{NaBH}_4$

Konsentrasi Fe(III) (ppm)	Absorbansi
1	0,069
2	0,191
3	0,370
4	0,497
5	0,671

Berdasarkan Tabel 4.2 dari hasil pengukuran menggunakan spektrofotometer UV-Vis kemudian dibuat kurva hubungan antara konsentrasi sebagai sumbu x terhadap absorbansi sebagai sumbu y, maka didapatkan kurva linear dengan persamaan  $y = 0,151x - 0,0937$  dan  $R^2 = 0,9965$ . Hal tersebut menunjukkan bahwa hukum Lambert-Beer telah terpenuhi. Kurva kalibrasi kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $\text{NaBH}_4$  dapat dilihat pada Gambar 4.18 berikut.



Gambar 4.18 Kurva Kalibrasi Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi  $\text{NaBH}_4$

Berdasarkan Gambar 4.18 terlihat kurva kalibrasi yang terbentuk memiliki persamaan garis  $y = 0,151x - 0,0937$  dengan nilai R sebesar 0,9982 dan nilai  $R^2$  sebesar 0,9965. Koefisien korelasi (R) sebesar 0,9982 (99,82%) menyatakan bahwa terdapat korelasi yang sangat kuat dan linearitas yang baik antara konsentrasi larutan besi dengan absorbansi larutan kompleks tersebut karena mendekati angka 1, sementara koefisien determinasi ( $R^2$ ) sebesar 0,9965 menyatakan bahwa semua titik terletak pada 1 garis linear dengan *gradient* positif. Dimana nilai R yang baik berada pada rentang  $-1 \leq R \leq 1$  dan nilai  $R^2$  yang baik berada pada rentang  $0,9 \leq R^2 \leq 1$  (Butler, 2005). Selain menggunakan uji linearitas suatu kurva kalibrasi, dapat digunakan

uji-t untuk mengetahui ada tidaknya hubungan antara absorbansi yang didapat dengan konsentrasinya.

Uji-t dikatakan memiliki hubungan korelasi apabila  $t_{hitung} > t_{tabel}$ . Uji-t digunakan untuk menunjukkan perbedaan rata-rata antara kedua variabel. Dari hasil perhitungan yang telah dilakukan diperoleh nilai  $t_{hitung}$  sebesar 29,2041. Nilai tersebut dibandingkan dengan nilai  $t_{tabel}$ . Nilai  $t_{tabel}$  sebesar 3,18 untuk selang kepercayaan 95% dan derajat kebebasan 3 (Miller dan Miller, 1991). Selang kepercayaan 95% artinya untuk 100 kali percobaan, kesalahan hanya pada 5 data. Dapat dilihat pada Lampiran C.3. berdasarkan perhitungan uji-t diperoleh nilai  $t_{hitung} > t_{tabel}$  maka  $H_0$  ditolak yang menandakan terdapat korelasi antara konsentrasi sebagai sumbu x dengan absorbansi sebagai sumbu y. Hal ini menunjukkan bahwa persamaan regresi tersebut layak digunakan sebagai dasar pengukuran untuk menentukan konsentrasi besi.

*Prosen recovery* (%) merupakan parameter akurasi suatu metode. Akurasi adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit sebenarnya (Harmita, 2004). Dari masing-masing kurva kalibrasi dapat diperoleh presentase perolehan kembali dengan menggunakan persamaan garis yang dihasilkan. Untuk hasil perhitungan *prosen recovery* dapat dilihat pada Lampiran E.

Tabel 4.3 Data *Prosen Recovery* (%) Kadar Besi dengan Pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

<b>Konsentrasi <math>\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3</math> (ppm)</b>	<b><i>Prosen Recovery</i> (%)</b>
5	72,79
7	83,48
9	88,98
11	115,54
13	96,31
15	93,86

Pada Tabel 4.3 dapat dilihat bahwa konsentrasi optimum pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  yaitu 11 ppm dengan *prosen recovery* sebesar

115,54%, hasil tersebut menunjukkan bahwa *prosen recovery* berada dalam rentang antara 80-120% untuk cuplikan batuan, sehingga dapat dikatakan bahwa pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  cukup baik digunakan untuk pengukuran selanjutnya.

Tabel 4.4 Data *Prosen Recovery* (%) Kadar Besi dengan Pereduksi  $\text{NaBH}_4$

<b>Konsentrasi <math>\text{NaBH}_4</math> (ppm)</b>	<b><i>Prosen Recovery</i> (%)</b>
120	92,81
135	93,47
150	108,30
165	83,14
180	79,17
195	76,12
210	60,23

Pada Tabel 4.4 dapat dilihat bahwa konsentrasi optimum pereduksi  $\text{NaBH}_4$  yaitu 120 ppm dengan *prosen recovery* sebesar 108,30%. Hasil tersebut menunjukkan bahwa *prosen recovery* berada dalam rentang antara 80-120% untuk cuplikan batuan, sehingga dapat dikatakan bahwa pereduksi  $\text{NaBH}_4$  cukup baik digunakan untuk pengukuran selanjutnya.

Dari hasil penelitian didapatkan *prosen recovery* sebesar 115,54% untuk pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  dan 108,30% untuk pereduksi  $\text{NaBH}_4$ .

## **BAB V**

### **KESIMPULAN**

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, diperoleh kesimpulan sebagai berikut :

1. pH optimum pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  dan  $\text{NaBH}_4$  yaitu pH 4,5.
2. Waktu optimum pendiaman kompleks pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  diperoleh selama 15 menit, sedangkan pereduksi  $\text{NaBH}_4$  dengan waktu optimum pendiaman kompleks selama 5 menit.
3. Konsentrasi optimum pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  diperoleh sebesar 11 ppm, sedangkan pereduksi  $\text{NaBH}_4$  pada konsentrasi optimum sebesar 150 ppm.
4. *Prosen recovery* sebesar 115,54% untuk pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  dan 108,30% untuk pereduksi  $\text{NaBH}_4$ .
5. Pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  lebih baik dalam mereduksi Fe(III) menjadi Fe(II) dibandingkan dengan  $\text{NaBH}_4$ .

**“Halaman ini sengaja dikosongkan”**



## DAFTAR PUSTAKA

- Alaerts, G. dan Santika, S., 1987, "Metode Penelitian Air", Surabaya : Usaha Nasional.
- Almatsier, S., 2001, "Prinsip Dasar Ilmu Gizi", Jakarta : PT. Gramedia Pustaka Utama.
- Amonette, J.E. dan Templeton, J.C., 1998, "Improvement to the Quantitative Assay of Nonrefractory Minerals for Fe(II) and Total Fe Using 1,10-Phenanthroline", *Clays and Clay Minerals*, **46**:51-62.
- Ariyanti, D., 2011, "Optimasi pH Buffer dan Konsentrasi Larutan Pereduksi K<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> dalam Penentuan Kadar Besi dengan Pengompleks 1,10-Fenantrolin secara Spektrofotometri UV-Vis", Skripsi, Surabaya : Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Arsyad, M., 2000, "Kamus Kimia : Arti dan Penjelasan Istilah", Jakarta : PT. Gramedia Pustaka Utama.
- Banfi, L., Narisano, E., Riva, R., Stiasni, N., dan Hiersemann, M., 2004, "Encyclopedia of Reagents for Organic Synthesis", New York : J. Wiley & Sons.
- Basset, J., 1991, "Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik", Jakarta : EGC Buku Kedokteran.
- Boyd, C.E., 1988, "Water Quality in Warm Water Fish Ponds", Auburn : Auburn University.
- Butler, J.M., 2005, "Validation Overview", S1 : National Institute of Standards and Technology (NIST).
- Cole, G.A., 1988, "Textbook of Limnology", USA : Waveland Press.
- Canham, G.R. dan Overtone, T., 2003, "Descriptive Inorganic Chemistry 3<sup>rd</sup> Ed", New York : W.H Freeman and Company.
- Cotton dan Wilkinson., 1989, "Kimia Anorganik Dasar", Jakarta : UI-Press.
- Csuros, M., 1994, "Environmental Sampling and Analysis for Techicians", Boca Raton : Lewis Publishers.
- Day, R.A. dan Underwood, A.L., 1989, "Analisis Kimia Kuantitatif Edisi Kelima", Jakarta : Erlangga.

- Day, R.A. dan Underwood, A.L., 1998, "Kimia Analisa Kuantitatif Edisi Keenam", Jakarta : Erlangga.
- Day, R.A. dan Underwood, A.L., 1999, "Kimia Analisa Kuantitatif Edisi Keenam", Jakarta : Erlangga.
- Dian., 2004, "Pengaruh Cu(II) dalam Penentuan Fe pada pH 4,5 dan pH 8 dengan Pengompleks 1,10-Fenantrolin secara Spektrofotometri UV-Vis", Skripsi, Surabaya : Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Djunaidi, M.C., Khabibi., dan Trisna, D., 2010, "Sintesis Asam Eugenoksi Asetat (EOA) dari Eugenol untuk Ekstraktan Logam Berat dan Recovery Krom dari Limbah Elektroplating", *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*, **13**(1):12-17.
- Effendy., 2007, "Perspektif Baru Kimia Koordinasi Jilid 1", Malang : Bayumedia Publishing.
- Ermer, J. dan Miller, J.H.M., 2005, "Method Validation in Pharmaceutical Analysis : A Guide to Best Practice", Weinheim : Wiley-VCH.
- Fajriati, I., 2006, "Optimasi Metode Penentuan Tanin (Analisa Taanin secara Spektrofotometri dengan Pereaksi Orto-Fenantrolin)", *Jurnal Sains dan Teknologi*. **2**(2).
- Fan, J., Guo, Y., Wang, J., dan Fan, M., 2009, "Rapid decolorization of azo dye methyl orange in aqueous solution by nanoscale zerovalent iron particles", *Journal of Hazardous Materials*, **166**(2-3):904-910.
- Fox, M.S., Greenberg, J.W., dan Trookman, J.M., 2015, "An Algebraic Derivation of Buffer Capacity", *Journal of Chemical Education*, **3**(5):124-126.
- Gandjar, I. dan Rohman, A., 2007, "Kimia Farmasi Analisis", Yogyakarta : Pustaka Pelajar.
- Ginting, P., 2007, "Sistem Pengelolaan Lingkungan dan Limbah Industri", Bandung : Yrama Widya.
- Hapsoro, R.A., 2011, "Perbandingan Kemampuan Pereduksi Natrium Tiosulfat dan Kalium Oksalat pada Analisa

- Kadar Total Besi Secara Spektrofotometri UV-Vis”, Skripsi, Surabaya : Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Harris, D.C., 2003, “Quantitative Chemical Analysis 7<sup>th</sup> Edition”, New York : W. H. Freeman and Company.
- Harmita., 2004, “Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya”, *Majalah Ilmu Kefarmasian*. **1**(3):117-135.
- Harvey, D., 2000, “Modern Analytical Chemistry”, USA : The McGraw-Hill Companies.
- Hendayana, S., Kadarohman, A., Sumarna, A., dan Supriatna, A., 1994, “Kimia Analitik Instrumen”, Semarang : IKIP Press.
- Huheey, J.E., Keiter, E.A., dan Keiter, R.L., 1993, “Inorganic Chemistry : Principles of Structure and Reactivity Fourth Edition”, New York : Harper Collins College Publishers.
- Ibrahim, S., 2007, “Makalah Pengembangan dan Validasi Metode Analisis”, Bandung : Sekolah Farmasi ITB.
- Jahro, I.S., Onggo, D., Ismunandar., dan Rahayu, S.I., 2010, “Kajian Mekanisme Reaksi Kompleks Multi Inti Fe<sup>II</sup>-Mn<sup>II</sup>-Cr<sup>III</sup> dengan Ligan Ion Oksalat dan 2,(2'-pyridyl)quinolone dalam Pelarut Metanol dan Air”, *JKSA*, **7**:74-79.
- Jolly, W.L., 1991, “Konsep Dasar Kimia Analitik”, Jakarta : Universitas Indonesia Press.
- Khopkar, S.M., 1990, “Konsep Kimia Analitik”, Jakarta : UI Press.
- Khopkar, S.M., 2003, “Konsep Dasar Kimia Analitik”, Jakarta : Universitas Indonesia Press.
- King, R. dan Bruce., 2005, “Encyclopedia of Inorganic Chemistry”, New York : John Wiley & Sons Inc.
- Kirk, R.E. dan Othmer, D.F., 1993, “Encyclopedia of Chemical Technology”, New York : J. Wiley & Sons.

- Lazic, D., Skundric, B., Skundri-Penavin, J., Sladojevic, S., Vasiljevic, L., Blagojevic, D., dan Obrenovic, Z., 2010, "Stability of Tris-1,10-Phenanthroline Iron (II) Complex in Different Composites", *Journal of Chemical Industry and Chemical Engineering Quarterly*, **16**(2):193-198.
- Liyana, D.E., 2011, "Optimasi pH Buffer Dan Konsentrasi Larutan Pereduksi Natrium Tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) Dengan Timah Klorida ( $\text{SnCl}_2$ ) dalam Penentuan Kadar Besi Secara Spektrofotometri Visible", Skripsi, Surabaya : Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Lo, C.T.F., Karan, K., dan Davis, B.R., 2007, "Kinetic Studies of Reaction between Sodium Borohydride and Methanol, Water, and Their Mixtures", *Industrial & Engineering Chemistry Research*, **46**(17):5478-5484.
- Low, A. dan Bansal, V., 2010, "A visual tutorial on the synthesis of gold nanoparticles", *Biomed Imaging and Intervention Journal*, **6**(1):e9.
- McNeely, R.N., Neimanis, V.P., dan Dwyer, L., 1979, "Water Quality Source Book ; A guide to Water Quality Parameter", Ottawa : Inland Waters Directorate Water Quality Branch.
- Malik, A.K., 2000, "Direct Spectrophotometer Determination of Ferbam (Iron(III)Dymethylcarbonat) in Commercial Sampel and What Gains After Extraction of its Bethanantrolin Tetraphenilborate Complex Into Molten Naphtalen", *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, **48**:4044-4047.
- Miller, J. dan Miller J., 1991, "Statistik Untuk Kimia Analitik Kedua", Bandung : ITB.
- Moffat, A.C., Osselton, M.D., dan Widdop, B., 2005, "Clarke's Analysis of Drugs and Poisons Third Edition", London : Pharmaceutical Press.

- Moore, J.W., 1991, "Inorganic Contaminants of Surface Water", New York : Springer-Verlag.
- Mulja, M. dan Suharman., 1995, "Analisis Intrumental", Surabaya : Universitas Airlangga Press.
- Mulya, M., 1998, "Metode Analisis Instrumentasi Lab. Farmasi", Surabaya : Fakultas Farmasi UNAIR.
- Muzdalifah, U., 2017, "Perbandingan Kemampuan Pereduksi Natrium Tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) dan Kalium Heksasianoferrat (II) ( $\text{K}_4(\text{Fe}(\text{CN})_6$ ) Pada Analisis Kadar Total Besi Secara Spektrofotometer UV-Vis", Skripsi, Surabaya : Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- MSDS., 2005, [www.science-lab.com](http://www.science-lab.com) diakses pada tanggal 4 Oktober 2018 pukul 19.25 WIB.
- MSDS., 2007, [www.science-lab.com](http://www.science-lab.com) diakses pada tanggal 4 Oktober 2018 pukul 17.00 WIB.
- MSDS., 2013, [www.science-lab.com](http://www.science-lab.com) diakses pada tanggal 3 Oktober 2018 pukul 10.15 WIB.
- Noviandani, P., Purnawan., dan Wardaya., 2014, "Analisis Hasil Kerja pada Uji Kompetensi Praktik Kejuruan Teknik Pemesinan Siswa SMK", *Journal of Mechanical Engineering Education*, **1**(2).
- Nugraha, I. dan Kulsum, U., 2017, "Sintesis dan Karakterisasi Material Komposit Kaolin-ZVI (Zero Valent Iron) serta Uji Aplikasinya sebagai Adsorben Kation Cr (VI)", *Jurnal Kimia VALENSI*, **3**(1):59-70.
- Oxtoby, D., Gillis, H., dan Nachtrieb, N.H., 2001, "Prinsip-prinsip Kimia Modern Jilid 1", Jakarta : Erlangga.
- Oxtoby., Gillis., dan Nachtrieb., 2003, "Prinsip-prinsip Kimia Modern 4<sup>th</sup> ed", Jakarta : Erlangga.
- Pangastuti, D., 2017, "Perbandingan Kondisi Optimum Pereduksi Natrium Tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) dan Hidroksilamin Hidroklorida ( $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ ) pada Analisis Kadar Total

- Besi secara Spektrofotometer UV-VIS”, Skripsi, Surabaya : Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Parker, T., 1997, “Public Health Goal for Cyanide in Drinking Water, Pesticide and Environmental Toxicology Section Office of Environmental Health Hazard Assessment California Environmental Protection Agency.
- Pourreza, N. dan Mousavi, H.Z., 2004, “Solid Phase Preconcentration of Iron as Methylmol Blue Complex on Naphtalene Tetraoctylammonium Bromide Adsorbent with Subsequent Flame Atomic Absorption Determination”, *Talanta*, **64**(1):264-267.
- Puspaningtyas., 2004, “Optimasi pH Buffer Asetat dan Kosentrasi Larutan Pereduksi Natrium Tiosulfat dalam Penentuan Kadar Besi Secara Spektrometri UV-VIS”, Skripsi, Surabaya : Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Putri, H.A., 2018, “Optimasi Penggunaan Pereduksi Natrium Tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , Natrium Sulfat ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ), dan Hidrosilamin Hidroklorida ( $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ ) pada Analisis Kadar Besi (Fe)”, Skripsi, Surabaya : Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Qudsi, H., 2014, “Modifikasi Struktur Senyawa Etil p-Metoksisinamat yang Diisolasi dari Kencur (*Kaempferia galangal* L.) dengan Metode Reaksi Reduksi dan Uji Aktivitas Antiinflamasi secara In Vitro”, Skripsi, Jakarta : UIN Syarif Hidayatullah.
- Ratnawati, S., 2018, "Analisis Besi Melalui Optimasi Kemampuan Agen Pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ,  $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$  dan  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  untuk Mereduksi Besi (III) Menjadi Besi (II)", Skripsi, Surabaya : Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Rifki, A., 2013, "Pengaruh Penambahan  $\text{Al}^{3+}$  dalam Penentuan Analisa  $\text{Fe}^{2+}$  pada pH 4,5 dengan Pengompleks 1,10-Fenantrolin Secara Spektrofotometri Sinar Tampak", Skripsi, Surabaya : Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Rivai. dn Harrizul., 1995, "Asas Pemeriksaan Kimia", Jakarta : UI Press.

- Rohman, A., 2007, "Kimia Farmasi Analisis", Yogyakarta : Pustaka Belajar.
- Saito dan Taro., 1996, "Buku Teks Kimia Anorganik Online", Tokyo : Muki Kagaku.
- Sandell, E.B., 1959, "Colorimetric Determination Trace of Metal 3<sup>rd</sup> Edition", New York : Inter Science Publisher Inc.
- Sawyer, C.N. dan McCarty, P.L., 1978, "Chemistry for Environmental Engineering", Tokyo : McGraw-Hill Book Company.
- Setyowati., 2009, "Validasi dan Pengembangan Kadar Tablet Besi(II)-Sulfat dengan Spektrofotometri Visibel dan Serimetri sebagai Pembanding", Skripsi, Surakarta : Universitas Muhammadiyah Surakarta.
- Skoog, D., West, D., dan Haller J., 1996, "Fundamental of Analytical Chemistry Edisi Ketujuh", New York : Saunders College Publishing.
- Skoog D.A., West D.M., dan Crouch S.R., 2002, "Analytical Chemistry : An Introduction 7th", USA: Mc. Graw Hill Company.
- Sugiarso, D., Nadjib, M., Kurniawan, F., Suprpto., dan Kun, S.B., 1999, "Kimia Analitik I", Surabaya : ITS Press.
- Sugiyanto., 2010, "Peran Glutation sebagai Master of Antioksidan", *Biomedis*, **1**(1).
- Sugiyarto, K.H., 2007, "Dasar-dasar Kimia Anorganik Nonlogam", Yogyakarta : FMIPA UNY.
- Sugiyarto, K. dan Retno, D., 2010, "Kimia Anorganik Logam", Yogyakarta : Graha Ilmu.
- Sukardjo., 1992, "*Ikatan Kimia Koordinasi*", Jakarta : PT. Rineka Cipta.
- Sunardi., 2006, "Unsur Kimia", Jakarta : Yrama Widya.
- Svehla, G., 1985, "Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimakro Edisi Kelima", Jakarta : Kalman Media Pusaka.
- Tennesen, H.H. dan Greenhill, J.V., 1992, "Studies on curcumin and curcuminoids. XXII: Curcumin as a reducing agent and as a radical scavenger", *International Journal of Pharmaceutics*, **87**:79-87.

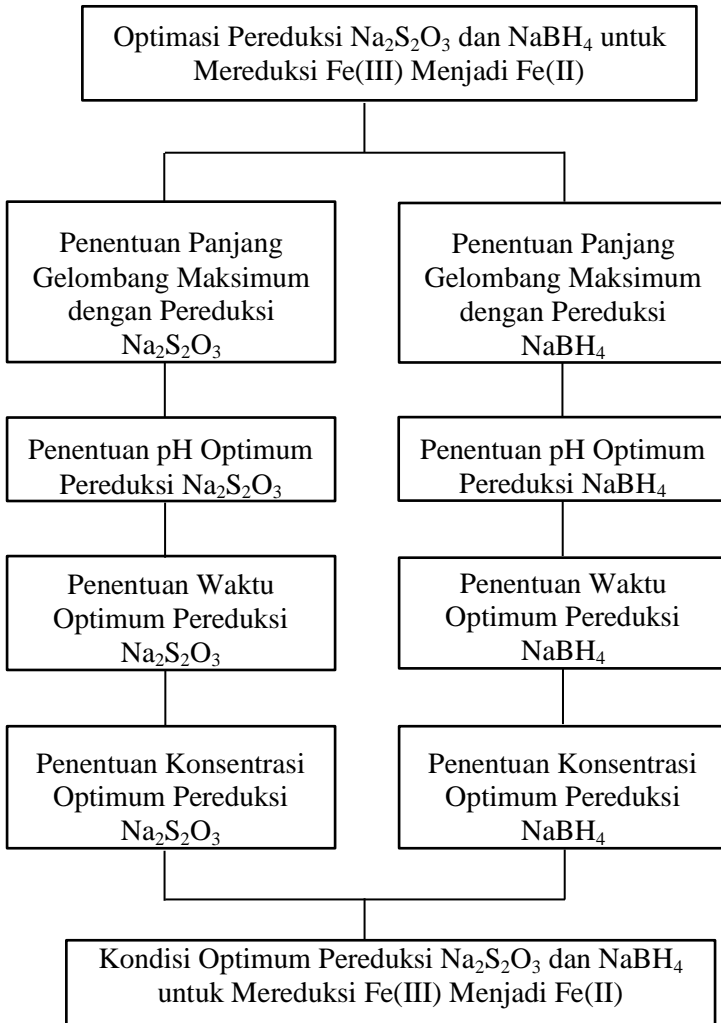
- Tj, Grace., Sulungbudi., Mujamilah., dan Handayani, A., 2012, "Sintesis Nanopartikel Magnetik Core/Shell Fe/Oksida Fe dengan Metode Reduksi Kimia", *Jurnal Sains Materi Indonesia*, **13**(3):182-187.
- Ueno, K., Imamura, T., dan Cheng, K.L., 1992, "Hand Book of Organic Analytical Reagent 2<sup>nd</sup> Edition", Tokyo : CRC Press.
- Underwood, A.L. dan Day, R.A., 1994, "Analisa Kimia Kuantitatif edisi ke-4", Jakarta : Erlangga.
- Underwood, A., 2000, "Analisa Kimia Kuantitatif Edisi Keenam", Jakarta : PT Gelora Aksara Erlangga.
- Vogel., 1979, "Macro and Semimicro Qualitative Inorganic Analysis", New York : Longman Inc.
- Vogel., 1985, "Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro Edisi Kelima", Jakarta : PT. Kalman Media Pustaka.
- Wang, S., 2015, "Studi Gangguan  $\text{Cu}^{2+}$  pada Analisis Besi (III) dengan Pengompleks 1,10-Fenantrolin Pada pH 3,5 Secara Spektrofotometri UV-Vis", Skripsi, Surabaya : Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Widowati, W., Sastiono, A., dan Jusuf, R., 2008, "Efek Toksik Logam", Yogyakarta : ANDI.
- Wulandari, D.A., 2009, "Studi Gangguan Nikel pada Analisa Besi dengan Pengompleks 1,10-Fenantrolin pada pH 4,5 secara Spektrofotometri UV-Vis", Skripsi, Surabaya : Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Xiong, C., Jiang, Z., dan Hu, B., 2006, "Speciation of Dissolved Fe(II) And Fe(III) in Environmental Water Samples by Micro-Column Packed with N-Benzoyl Nphenylhydroxylamine Loaded on Electrothermal Vaporization Inductively Coupled Plasmaoptical Emission Spectrometry", *Analytical Chemica Acta*, **559**:113-119.
- Xiu, J. dan Ma, Y., 1996, "Determination of Iron in Rainwater, Lakewater, and Tapwater by High Performance Capillary Electrophoresis After Precolumn Complexation with



- 1,10-Phenanthroline”, *Journal of Microcolumn Separations*, **8**(2):137-143.
- Yusrin., 2004, “Materi Kuliah Kimia Analisa Air”, Semarang : Universitas Muhammadiyah.
- Yuvakkumar, R., Elango, V., Rajendran, V., dan Kannan, N., 2011, “Preparation and Characterization of Zero Valent Iron Nanoparticles”, *Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures*, **6**(6):1771-1776.

**“Halaman ini sengaja dikosongkan”**

## LAMPIRAN A LANGKAH PENELITIAN



## LAMPIRAN B

### PERHITUNGAN PEMBUATAN LARUTAN

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

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

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

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

$$\text{ppm FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = \frac{100 \text{ ppm} \times 270,47 \text{ g/mol}}{55,85 \text{ g/mol}}$$

$$\text{ppm FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 484,279 \text{ ppm}$$

$$\text{ppm FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 484,279 \text{ mg/L}$$

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

$$484,279 \text{ mg/L} = \frac{\text{massa FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{100 \text{ mL}}$$

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

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

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

Sehingga massa  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  yang harus ditimbang yaitu 0,0484 gram dalam 100 mL untuk mendapatkan larutan Fe(III) 100 ppm.

Adapun larutan kerja yang digunakan adalah larutan standar Fe(III) sebesar 5 ppm yang dibuat dengan mengencerkan larutan stok Fe(III) 100 ppm ke dalam labu ukur 10 mL. Perhitungannya dilakukan dengan menggunakan rumus sebagai berikut.

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

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

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

Keterangan:  $V_1$  adalah volume larutan stok Fe(III) yang diambil

$V_2$  adalah volume larutan standar Fe(III) yang digunakan

$M_1$  adalah konsentrasi larutan stok Fe(III) 100 ppm

$M_2$  adalah konsentrasi larutan standar Fe(III) yang digunakan

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

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

$$\frac{\text{ppm Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}{\text{ppm Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} = \frac{\text{Mr Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}{\text{Mr Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}$$
$$\text{ppm Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O} = \frac{\text{ppm Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times \text{Mr Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}{\text{Mr Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$$

$$\text{ppm Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O} = \frac{100 \times 248,092 \text{ g/mol}}{158,097 \text{ g/mol}}$$

$$\text{ppm Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O} = 156,92 \text{ ppm}$$

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

$$\text{ppm Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O} = \frac{\text{massa Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}{\text{volume aqua DM}}$$

$$156,92 \text{ mg/L} = \frac{\text{massa Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}{100 \text{ mL}}$$

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

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

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

Sehingga massa  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  yang harus ditimbang yaitu 0,0157 gram dalam 100 mL untuk mendapatkan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  100 ppm.

Adapun larutan larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  divariasi dengan konsentrasi 5 ; 7 ; 9 ; 11 ; 13 dan 15 ppm. Perhitungannya dilakukan dengan menggunakan rumus sebagai berikut.

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

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

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

Dengan cara yang sama dapat diketahui volume ambil larutan standar  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  100 ppm pada tabel berikut.

Tabel B.1 Volume Ambil Larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Konsentrasi Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (ppm)	Volume Ambil Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
5	0,5
7	0,7
9	0,9
11	1,1
13	1,3
15	1,5

### B. 3 Pembuatan Larutan Stok Pereduksi $\text{NaBH}_4$ 1500 ppm

Larutan standar pereduksi  $\text{NaBH}_4$  1500 ppm dibuat dari padatan kristal  $\text{NaBH}_4$  yang dilarutkan dengan aqua DM dalam labu ukur 100 mL. Perhitungan berat  $\text{NaBH}_4$  dapat dilihat sebagai berikut.

$$\text{ppm NaBH}_4 = \frac{\text{Mr NaBH}_4}{\text{ppm NaBH}_4}$$

$$\text{ppm NaBH}_4 = \frac{\text{ppm NaBH}_4 \times \text{Mr NaBH}_4}{\text{Mr NaBH}_4}$$

$$\text{ppm NaBH}_4 = \frac{1500 \text{ ppm} \times 37,83 \text{ g/mol}}{37,83 \text{ g/mol}}$$

$$\text{ppm NaBH}_4 = 1500 \text{ ppm}$$

$$\text{ppm NaBH}_4 = 1500 \text{ mg/L}$$

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

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

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

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

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

Sehingga massa NaBH<sub>4</sub> yang harus ditimbang yaitu 0,15 gram dalam 100 mL untuk mendapatkan larutan NaBH<sub>4</sub> 1500 ppm.

Adapun larutan larutan NaBH<sub>4</sub> divariasi dengan konsentrasi 120 ; 135 ; 150 ; 165 ; 180 ; 195 dan 210 ppm. Perhitungannya dilakukan dengan menggunakan rumus sebagai berikut.

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

$$1500 \text{ ppm} \cdot V_1 = 120 \text{ ppm} \cdot 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,8 \text{ mL}$$

Dengan cara yang sama dapat diketahui volume ambil larutan standar NaBH<sub>4</sub> 1500 ppm pada tabel berikut.

Tabel B.2 Volume Ambil Larutan NaBH<sub>4</sub>

Konsentrasi Larutan NaBH <sub>4</sub> (ppm)	Volume Ambil Larutan NaBH <sub>4</sub>
120	0,8
135	0,9
150	1,0
165	1,1
180	1,2
195	1,3
210	1,4

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

Larutan stok 1,10-Fenantroin 1000 ppm dibuat dari padatan kristal 1,10-Fenantroin anhidrat yang dilarutkan dengan aqua DM dalam labu ukur 100 mL. Perhitungan berat 1,10-fenantroin dapat dilihat sebagai berikut.

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

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

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

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

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

Sehingga massa 1,10-fenantrolin yang harus ditimbang yaitu 0,1 gram dalam 100 mL untuk mendapatkan larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm.

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

Larutan stok buffer asetat pH 4,5 dibuat dari padatan natrium asetat anhidrat ( $\text{CH}_3\text{COONa}$ ) yang dilarutkan dalam 1 mL asam asetat glasial ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) dan sejumlah aqua DM dalam labu ukur 25 mL. Perhitungan berat  $\text{CH}_3\text{COONa}$  dapat dilihat sebagai berikut.

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

$$\text{CH}_3\text{COOH 99\%} = 0,99 \times 1,049 \text{ kg/L}$$

$$\text{CH}_3\text{COOH 99\%} = 1,0385 \text{ kg/L}$$

$$\text{CH}_3\text{COOH 99\%} = 1038,5 \text{ gram/L}$$

Konsentrasi tersebut selanjutnya diubah dalam bentuk molaritas (M),

$$M \text{ CH}_3\text{COOH} = \frac{1038,5 \text{ gram/L}}{M_r \text{ CH}_3\text{COOH}}$$

$$M \text{ CH}_3\text{COOH} = \frac{1038,5 \text{ gram/L}}{60,052 \text{ gram/mol}}$$

$$M \text{ CH}_3\text{COOH} = 17,3 \text{ mol/L}$$

$$M \text{ CH}_3\text{COOH} = 17,3 \text{ M}$$

Dari  $\text{CH}_3\text{COOH}$  diambil sebanyak 1 mL dan diencerkan dalam 25 mL larutan sehingga dapat diketahui mol  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , dengan perhitungan sebagai berikut.

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

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

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



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

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

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

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

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

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

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

$$x = 0,0095737 \text{ mol CH}_3\text{COONa}$$

Massa  $\text{CH}_3\text{COONa}$  anhidrat yang dibutuhkan sebanyak:

$$\text{Masa} = \text{mol} \times \text{Mr}$$

$$\text{Massa} = 0,0095737 \text{ mol} \times 82,03 \text{ gram/mol}$$

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

Sehingga massa  $\text{CH}_3\text{COONa}$  yang harus ditimbang yaitu 0,7853 dengan penambahan 1 mL  $\text{CH}_3\text{COOH}$  dalam labu ukur 25 mL untuk mendapatkan larutan buffer asetat pH 4,5.

Selanjutnya dengan cara yang sama dilakukan variasi pH 3 ; 3,5 ; 4 ; 4,5 ; 5 ; 5,5 dan 6 dalam labu ukur 25 mL. berikut merupakan tabel hasil perhitungan variasi pH.

Tabel B.3 Banyaknya  $\text{CH}_3\text{COONa}$  dan  $\text{CH}_3\text{COOH}$  yang dibutuhkan untuk 25 mL larutan

pH buffer	$\text{CH}_3\text{COONa}$ (gram)	$\text{CH}_3\text{COOH}$ (mL)
3	0,0248	1 mL
3,5	0,0785	1 mL
4	0,2483	1 mL
4,5	0,7853	1 mL
5	2,4773	1 mL
5,5	7,8502	1 mL
6	24,8304	1 mL

## LAMPIRAN C PERHITUNGAN LINEARITAS

### C. 1 Perhitungan Persamaan Regresi Linear Kurva

Berdasarkan hukum Lambert-Beer yang menyatakan:

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

Dimana :

A adalah absorbansi

$\epsilon$  adalah tetapan absorptivitas dalam satuan cm

c adalah konsentrasi besi (III) dengan satuan ppm

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

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

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

Tabel C.1 Perhitungan Persamaan Regresi Linear Kurva Kalibrasi dengan Pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

$[\text{Fe}^{3+}]$ (ppm) (x)	Absorbansi (y)	( $x^2$ )	(x.y)
1	0,038	1	0,038
2	0,107	4	0,214
3	0,161	9	0,483
4	0,233	16	0,932
5	0,303	25	1,515
$\sum x = 15$	$\sum y = 0,842$	$\sum x^2 = 55$	$\sum x \cdot y = 3,182$

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

$$B = \frac{5(3,182) - (15 \times 0,842)}{(5 \times 55) - (15)^2}$$

$$B = \frac{15,91 - 12,63}{275 - 225}$$

$$B = \frac{3,28}{50}$$

$$B = 0,0656$$

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

$$A = \frac{0,842 - (0,0656 \times 15)}{5}$$

$$A = \frac{0,842 - 0,984}{5}$$

$$A = \frac{-0,142}{5}$$

$$A = -0,0284$$

Persamaan regresi linear kurva kalibrasi larutan standar besi adalah:

$$y = Bx + A$$

$$y = 0,0656x - 0,0284$$

Tabel C.2 Perhitungan Persamaan Regresi Linear Kurva Kalibrasi dengan Pereduksi  $\text{NaBH}_4$

$[\text{Fe}^{3+}]$ (ppm) (x)	Absorbansi (y)	$(x^2)$	$(x \cdot y)$
1	0,069	1	0,069
2	0,191	4	0,382
3	0,370	9	1,110
4	0,497	16	1,988
5	0,671	25	3,355
$\sum x = 15$	$\sum y = 1,798$	$\sum x^2 = 55$	$\sum x \cdot y = 6,904$

$$\begin{aligned}
B &= \frac{n(\sum x \cdot y) - \sum x \cdot \sum y}{n \sum x^2 - (\sum x)^2} \\
B &= \frac{5(6,904) - (15 \times 1,798)}{(5 \times 55) - (15)^2} \\
B &= \frac{34,52 - 26,97}{275 - 225} \\
B &= \frac{7,55}{50} \\
B &= 0,151 \\
A &= \frac{\sum y - B \sum x}{n} \\
A &= \frac{1,798 - (0,151 \times 15)}{5} \\
A &= \frac{1,798 - 2,265}{5} \\
A &= \frac{-0,467}{5} \\
A &= -0,0934
\end{aligned}$$

Persamaan regresi linear kurva kalibrasi larutan standar besi adalah:

$$\begin{aligned}
y &= Bx + A \\
y &= 0,151x - 0,0934
\end{aligned}$$

## C. 2 Perbandingan Koefisien Korelasi Kurva Kalibrasi

Koefisien korelasi (R) digunakan untuk mengukur keeratan hubungan linear antara konsentrasi larutan besi dengan absorbansi larutan kompleks. Nilai R dihitung menggunakan persamaan:

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

Keterangan: R adalah koefisien korelasi  
y adalah absorbansi  
 $\bar{x}$  adalah rata-rata konsentrasi besi (III)  
 $\bar{y}$  adalah 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	0,038	4	0,017004	0,2608
2	0,107	1	0,003770	0,0614
3	0,161	0	0,000055	0,0000
4	0,233	1	0,004173	0,0646
5	0,303	4	0,018117	0,2692
$\bar{x} = 3$	$\bar{y} = 0,168$	$\Sigma = 10$	$\Sigma = 0,043119$	$\Sigma = 0,6560$

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

$$R = \frac{0,6560}{\sqrt{(10)(0,043119)}}$$

$$R = \frac{0,6560}{\sqrt{0,43119}}$$

$$R = \frac{0,6560}{0,6566}$$

$$R = 0,9991$$

$$R^2 = 0,9982$$

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

x	y	$(x-\bar{x})^2$	$(y-\bar{y})^2$	$(x-\bar{x})(y-\bar{y})$
1	0,069	4	0,084448	0,5812
2	0,191	1	0,028426	0,1686
3	0,370	0	0,000108	0,0000
4	0,497	1	0,018879	0,1374
5	0,671	4	0,096970	0,6228
$\bar{x} = 3$	$\bar{y} = 0,360$	$\Sigma = 10$	$\Sigma = 0,228831$	$\Sigma = 1,5100$

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

$$R = \frac{1,5100}{\sqrt{(10)(0,228831)}}$$

$$R = \frac{1,5100}{\sqrt{2,28831}}$$

$$R = \frac{1,5100}{1,5127}$$

$$R = 0,9982$$

$$R^2 = 0,9965$$

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

Uji-t digunakan untuk mengetahui ada atau tidaknya hubungan korelasi dengan persamaan yang ada:

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

Dimana:

$H_0$  = tidak ada korelasi antara absorbansi dengan konsentrasi

$H_1$  = ada korelasi antara absorbansi dengan konsentrasi

#### 1. Uji-t terhadap Kurva Kalibrasi dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Dimana diketahui bahwa nilai  $r = 0,9991$  dan  $r^2 = 0,9982$  maka nilai t hitung ditunjukkan pada perhitungan dibawah ini:

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

$$t = |0,9991| \frac{\sqrt{5-2}}{\sqrt{(1-0,9982)}}$$

$$t = |0,9991| \frac{1,7320}{0,0424}$$

$$t = |0,9991| \times 40,8491$$

$$t = 40,8123$$

Nilai derajat kebebasan:

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

Nilai  $t_{hitung}$  yang diperoleh sebesar 40,8123 kemudian dibandingkan dengan nilai  $t_{tabel}$  dari nilai kritik sebaran  $t$  yaitu 3,18 untuk derajat kebebasan 3 dengan selang kepercayaan 95 %. Sehingga nilai  $t_{hitung}$  lebih besar dibandingkan  $t_{tabel}$  maka  $H_0$  ditolak dan dikatakan bahwa terdapat korelasi antara absorbansi dengan konsentrasi.

## 2. Uji-t terhadap Kurva Kalibrasi dengan pereduksi $\text{NaBH}_4$

Dimana diketahui bahwa nilai  $r = 0,9982$  dan  $r^2 = 0,9965$  maka nilai  $t$  hitung ditunjukkan pada perhitungan dibawah ini:

$$t = |r| \frac{\sqrt{n-2}}{\sqrt{1-r^2}}$$
$$t = |0,9982| \frac{\sqrt{5-2}}{\sqrt{(1-0,9965)}}$$
$$t = |0,9982| \frac{1,7320}{0,0592}$$
$$t = |0,9982| \times 29,2568$$
$$t = 29,2041$$

Nilai  $t_{hitung}$  yang diperoleh sebesar 29,2041 kemudian dibandingkan dengan nilai  $t_{tabel}$  dari nilai kritik sebaran  $t$  yaitu 3,18 untuk derajat kebebasan 3 dengan selang kepercayaan 95 %. Sehingga nilai  $t_{hitung}$  lebih besar dibandingkan  $t_{tabel}$  maka  $H_0$  ditolak dan dikatakan bahwa terdapat korelasi antara absorbansi dengan konsentrasi.

## LAMPIRAN D PERHITUNGAN PRESISI

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

#### 1. Perhitungan Presisi pada pH Optimum Buffer Asetat

Untuk mengetahui tingkat presisi dapat ditentukan dengan menghitung *Relative Standard 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 pada Buffer Asetat pH 4,5

n	x	$\bar{x}$	$x-\bar{x}$	$(x-\bar{x})^2$
1	0,412	0,415	-0,003	0,000009
2	0,418	0,415	0,003	0,000009
n = 2				$\Sigma = 0,000018$

Dilakukan perhitungan dengan formula sebagai berikut:

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

$$s = \sqrt{\frac{0,000018}{2-1}}$$

$$s = \sqrt{\frac{0,000018}{1}}$$

$$s = 4,24 \times 10^{-3}$$

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 yaitu

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

$$CV = \frac{4,24 \times 10^{-3}}{0,415} \times 100\%$$

$$CV = 1,0223\%$$

Dan nilai RSD sebesar:

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

$$RSD = \frac{4,24 \times 10^{-3}}{0,415} \times 1000 \text{ ppt}$$

$$RSD = 10,223 \text{ ppt}$$

Dari penelitian yang telah dilakukan, diperoleh data sebagai berikut.

Tabel D.2 Data Penentuan pH Optimum Buffer Asetat Pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

n	pH	Absorbansi	SD	CV (%)	RSD (ppt)
1	3	0,335	0,00071	0,2108	2.108
2		0,336			
1	3,5	0,388	0,00071	0,1820	1.820
2		0,389			
1	4	0,392	0,00141	0,3599	3.599
2		0,394			
1	4,5	0,412	0,00424	1,0223	10.223
2		0,418			
1	5	0,212	0,00141	0,6640	6.640
2		0,214			
1	5,5	0,126	0	0	0
2		0,126			
1	6	0,098	0,00071	0,7179	7,179
2		0,099			

## 2. Perhitungan Presisi pada Waktu Optimum

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	0.35	0.3505	-0.0005	0.00000025
2	0.351	0.3505	0.0005	0.00000025
n = 2				$\Sigma = 0.0000005$

Dilakukan perhitungan dengan formula sebagai berikut:

$$s = \sqrt{\frac{\sum (x-\bar{x})^2}{n-1}}$$
$$s = \sqrt{\frac{0,0000005}{2-1}}$$
$$s = \sqrt{\frac{0,0000005}{1}}$$
$$s = 7,1 \times 10^{-4}$$

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

$$CV = \frac{s}{\bar{x}} \times 100\%$$
$$CV = \frac{7,1 \times 10^{-4}}{0,3505} \times 100\%$$
$$CV = 0,2017\%$$

Dan nilai RSD sebesar:

$$RSD = \frac{s}{\bar{x}} \times 1000 \text{ ppt}$$
$$RSD = \frac{7,1 \times 10^{-4}}{0,3505} \times 1000 \text{ ppt}$$
$$RSD = 2,017 \text{ ppt}$$

Dari penelitian yang telah dilakukan, diperoleh data sebagai berikut.

Tabel D.4 Data Penentuan Waktu Optimum Pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

n	Waktu (menit)	Absorbansi	SD	CV (%)	RSD (ppt)
1	0	0,21	0,00071	0,3359	3,359
2		0,211			
1	5	0,231	0,00141	0,6096	6,096
2		0,233			
1	10	0,268	0,00071	0,2634	2,634
2		0,269			
1	15	0,35	0,00071	0,2017	2,017
2		0,351			
1	30	0,27	0,00071	0,2614	2,614
2		0,271			
1	45	0,275	0,00141	0,5124	5,124
2		0,277			
1	60	0,265	0,00071	0,2663	2,663
2		0,266			

### 3. Perhitungan Presisi pada Konsentrasi Optimum

Sebagai contoh perhitungan konsentrasi 11 ppm, maka dapat dihitung sebagai berikut.

Tabel D.5 Perhitungan pada Konsentrasi 11 ppm

n	x	$\bar{x}$	$x-\bar{x}$	$(x-\bar{x})^2$
1	0,349	0,3495	-0,0005	0,00000025
2	0,35	0,3495	0,0005	0,00000025
n = 2				$\Sigma = 0,0000005$

Dilakukan perhitungan dengan formula sebagai berikut:

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

$$s = \sqrt{\frac{0,0000005}{2-1}}$$

$$s = \sqrt{\frac{0,0000005}{1}}$$

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

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

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

$$CV = \frac{7,1 \times 10^{-4}}{0,3495} \times 100\%$$

$$CV = 0,2023\%$$

Dan nilai RSD sebesar:

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

$$RSD = \frac{7,1 \times 10^{-4}}{0,3495} \times 1000 \text{ ppt}$$

$$RSD = 2,023 \text{ ppt}$$

Dari penelitian yang telah dilakukan, diperoleh data sebagai berikut.

Tabel D.6 Data Penentuan Konsentrasi Optimum Pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

n	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi	SD	CV (%)	RSD (ppt)
1	5	0,209	0,00141	0,6734	6,734
2		0,211			
1	7	0,244	0,00071	0,2892	2,892
2		0,245			
1	9	0,262	0,00071	0,2694	2,694
2		0,263			
1	11	0,349	0,00071	0,2023	2,023
2		0,35			
1	13	0,286	0,00071	0,2468	2,468
2		0,287			
1	15	0,278	0,00071	0,2539	2,539
2		0,279			

## D. 2 Pereduksi Natrium Borohidrida ( $\text{NaBH}_4$ )

### 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 pada Buffer Asetat pH 4,5

n	x	$\bar{x}$	$x-\bar{x}$	$(x-\bar{x})^2$
1	0,69	0,6905	-0,0005	0,00000025
2	0,691	0,6905	0,0005	0,00000025
n = 2				$\Sigma = 0,0000005$

Dilakukan perhitungan dengan formula sebagai berikut:

$$s = \sqrt{\frac{\sum (x - \bar{x})^2}{n-1}}$$
$$s = \sqrt{\frac{0,0000005}{2-1}}$$
$$s = \sqrt{\frac{0,0000005}{1}}$$
$$s = 7,1 \times 10^{-4}$$

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 yaitu

$$CV = \frac{s}{\bar{x}} \times 100\%$$
$$CV = \frac{7,1 \times 10^{-4}}{0,6905} \times 100\%$$
$$CV = 0,1024\%$$

Dan nilai RSD sebesar:

$$RSD = \frac{s}{\bar{x}} \times 1000 \text{ ppt}$$
$$RSD = \frac{7,1 \times 10^{-4}}{0,6905} \times 1000 \text{ ppt}$$
$$RSD = 1,024 \text{ ppt}$$

Dari penelitian yang telah dilakukan, diperoleh data sebagai berikut.

Tabel D.8 Data Penentuan pH Optimum Pereduksi  $\text{NaBH}_4$

n	pH	Absorbansi	SD	CV (%)	RSD (ppt)
1	3	0,306	0,00071	0,2307	2,307
2		0,307			
1	3,5	0,34	0,00071	0,2077	2,077
2		0,341			
1	4	0,483	0,00071	0,1462	1,462
2		0,484			
1	4,5	0,69	0,00071	0,1024	1,024
2		0,691			
1	5	0,345	0,00071	0,2047	2,047
2		0,346			
1	5,5	0,235	0	0	0
2		0,235			
1	6	0,225	0,00141	0,6258	6,258
2		0,227			

## 2. Perhitungan Presisi pada Waktu Optimum

Sebagai contoh perhitungan pada waktu pendiaman 5 menit, maka dapat dihitung sebagai berikut.

Tabel D.9 Perhitungan pada Waktu Pendiaman 5 menit

n	x	$\bar{x}$	$x-\bar{x}$	$(x-\bar{x})^2$
1	0,737	0,7375	-0,0005	0,00000025
2	0,738	0,7375	0,0005	0,00000025
n = 2				$\Sigma = 0,0000005$

Dilakukan perhitungan dengan formula sebagai berikut:

$$s = \sqrt{\frac{\sum (x - \bar{x})^2}{n-1}}$$
$$s = \sqrt{\frac{0,0000005}{2-1}}$$
$$s = \sqrt{\frac{0,0000005}{1}}$$
$$s = 7,1 \times 10^{-4}$$

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

$$CV = \frac{s}{\bar{x}} \times 100\%$$
$$CV = \frac{7,1 \times 10^{-4}}{0,7375} \times 100\%$$
$$CV = 0,0959\%$$

Dan nilai RSD sebesar:

$$RSD = \frac{s}{\bar{x}} \times 1000 \text{ ppt}$$
$$RSD = \frac{7,1 \times 10^{-4}}{0,7375} \times 1000 \text{ ppt}$$
$$RSD = 0,959 \text{ ppt}$$



Dari penelitian yang telah dilakukan, diperoleh data sebagai berikut.

Tabel D. 10 Data Penentuan Waktu Optimum Pereduksi  $\text{NaBH}_4$

n	Waktu (menit)	Absorbansi	SD	CV (%)	RSD (ppt)
1	0	0,6	0	0	0
2		0,6			
1	5	0,737	0,00071	0,0959	0,959
2		0,738			
1	10	0,639	0,00071	0,1106	1,106
2		0,64			
1	15	0,53	0,00071	0,1333	1,333
2		0,531			
1	30	0,485	0	0	0
2		0,485			
1	45	0,44	0	0	0
2		0,44			
1	60	0,366	0,00071	0,1929	1,929
2		0,367			

### 3. Perhitungan Presisi pada Konsentrasi Optimum

Sebagai contoh perhitungan konsentrasi 150 ppm, maka dapat dihitung sebagai berikut.

Tabel D.11 Perhitungan pada Konsentrasi 150 ppm

n	x	$\bar{x}$	$x-\bar{x}$	$(x-\bar{x})^2$
1	0,724	0,724	0	0
2	0,724	0,724	0	0
n = 2				$\Sigma = 0$

Dilakukan perhitungan dengan formula sebagai berikut:

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

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

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

$$s = 0$$

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

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

$$CV = \frac{0}{0,724} \times 100\%$$

$$CV = 0\%$$

Dan nilai RSD sebesar:

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

$$RSD = \frac{0}{0,724} \times 1000 \text{ ppt}$$

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

Dari penelitian yang telah dilakukan, diperoleh data sebagai berikut.

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

<b>n</b>	<b>Konsentrasi (ppm)</b>	<b>Absorbansi</b>	<b>SD</b>	<b>CV (%)</b>	<b>RSD (ppt)</b>
1	120	0,606	0,00071	0,1166	1,166
2		0,607			
1	135	0,611	0,00071	0,1156	1,156
2		0,612			
1	150	0,724	0	0	0
2		0,724			
1	165	0,533	0,00071	0,1325	1,325
2		0,534			
1	180	0,503	0,00071	0,1404	1,404
2		0,504			
1	195	0,48	0,00071	0,1472	1,472
2		0,481			
1	210	0,36	0,00141	0,3917	3,917
2		0,362			

## LAMPIRAN E

### PERHITUNGAN KONSENTRASI $\text{Fe}^{2+}$ DAN AKURASI

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

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

Konsentrasi  $\text{Fe}^{2+}$  terukur dapat diperoleh dari persamaan garis kurva kalibrasi pada perhitungan sebelumnya. Sebagai contoh persamaan garis kurva kalibrasi  $\text{Fe}^{2+}$  yang didapatkan dari  $\text{Fe(III)}$  direduksi dengan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  sebesar  $y = y = 0,0655x - 0,0284$  maka dapat dihitung sebagai berikut.

$$y = 0,0655x - 0,0284$$

$$y + 0,0284 = 0,0655x$$

$$x = \frac{y+0,0284}{0,0655}$$

Misalkan perhitungan menggunakan absorbansi ( $y$ ) = 0,350

$$x = \frac{y+0,0284}{0,0655}$$

$$x = \frac{0,350+0,0284}{0,0655}$$

$$x = 5,777 \text{ ppm}$$

Maka nilai *prosen recovery* dapat dihitung sebagai berikut:

$$\text{prosen recovery (\%)} = \frac{\text{konsentrasi Fe(II) terukur}}{\text{konsentrasi Fe mula-mula}} \times 100\%$$

Konsentrasi Fe mula-mula yaitu 5 ppm, tetapi karena Fe terbuat dari  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  yang bersifat higroskopis sehingga dapat menyerap air. Sehingga dilakukan pengukuran melalui AAS untuk mendapatkan konsentrasi murni dari 5 ppm. Sehingga didapatkan Fe mula-mula yaitu 4,55 ppm

$$\text{prosen recovery (\%)} = \frac{5,777 \text{ ppm}}{4,55 \text{ ppm}} \times 100\%$$

$$\text{prosen recovery (\%)} = 126,97\%$$

Dengan dikalikan faktor koreksi sebesar 0,91 sehingga didapatkan

$$\text{prosen recovery (\%)} = 126,97\% \times 0,91$$

$$\text{prosen recovery (\%)} = 115,54\%$$

Untuk data perhitungan selanjutnya dapat dilihat pada Tabel E.1 dan E.2

Tabel E.1 Data Konsentrasi Fe(II) dan *prosen recovery* dengan Pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Konsentrasi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (ppm)	Absorbansi $\text{Fe}^{2+}$	[Fe] mula-mula (ppm)	[ $\text{Fe}^{2+}$ ] terukur (ppm)	<i>Prosen Recovery</i> (%)
5	0,21	4,55	3,64	72,79
7	0,245	4,55	4,17	83,48
9	0,263	4,55	4,45	88,98
11	0,35	4,55	5,78	115,54
13	0,287	4,55	4,82	96,31
15	0,279	4,55	4,69	93,86

Tabel E.2 Data Konsentrasi Fe(II) dan *prosen recovery* dengan Pereduksi  $\text{NaBH}_4$

Konsentrasi $\text{NaBH}_4$ (ppm)	Absorbansi $\text{Fe}^{2+}$	[Fe] mula-mula (ppm)	[ $\text{Fe}^{2+}$ ] terukur (ppm)	<i>Prosen Recovery</i> (%)
120	0,607	4,55	4,64	92,81
135	0,612	4,55	4,67	93,47
150	0,724	4,55	5,42	108,30
165	0,534	4,55	4,16	83,14
180	0,504	4,55	3,96	79,17
195	0,481	4,55	3,81	76,12
210	0,361	4,55	3,01	60,23

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

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

(Miller, 2010)

## BIODATA PENULIS



Penulis bernama Nadya Zahiroh. Penulis yang dilahirkan di Sidoarjo, 4 Juni 1997 ini merupakan anak pertama dari dua bersaudara pasangan Jamil dan Nur Chasanah. Penulis telah menempuh pendidikan formalnya di TK Sekar Kedaton (2001-2003), SDN Petrokimia Gresik (2006-2009), SMP Negeri 1 Kertosono (2009-2012), dan SMA Negeri 1 Kertosono (2012-2015). Penulis melanjutkan jenjang pendidikan S1 di Departemen Kimia

FSAINS ITS melalui jalur SNMPTN dan terdaftar dengan Nomor Registrasi Pokok (NRP) 01211540000009. Selama menempuh pendidikan di ITS penulis aktif di berbagai organisasi mahasiswa diantaranya yaitu Staff Divisi PSDM UKAFO ITS 2016-2017. Selain mengikuti kegiatan organisasi, penulis juga aktif mengikuti kepanitiaan acara di ITS seperti ILIITS, GEMPA FMIPA, Gerigi ITS, INTERVAL ITS, dan Chemistry Week. Penulis juga aktif mengikuti beberapa pelatihan pengembangan diri dan keprofesian seperti LKMM PRA TD FMIPA ITS 2015, Job Preparation HIMKA ITS, dan Pelatihan ISO 9001:2015, ISO 45001:2018, ISO 17025:2017 di Departemen Kimia ITS. Penulis pernah menjalani kerja praktik di PT. Semen Indonesia (Persero) Tbk. Penulis menyelesaikan program Sarjana dengan mengambil tugas akhir di bidang Instrumentasi dan Sains Analitik dibawah bimbingan Bapak Drs. R. Djarot Sugiarto, K.S., M.S. Penulis dapat dihubungi melalui email : nadyaza17@yahoo.com.