



**SKRIPSI**

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

**ERNI DIANASARI  
NRP. 0121154000007**

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

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



## **SCRIPT**

**THE DEVELOPMENT OF IRON ANALYSIS METHOD BY  
OPTIMIZING THE ABILITY OF THE REDUCING  
AGENTS OF  $\text{SnCl}_2$  AND  $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$  TO CONVERT IRON(III)  
TO IRON(II)**

**ERNI DIANASARI  
NRP. 0121154000007**

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

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

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

**Skripsi**

Disusun sebagai syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains  
pada program studi S-1 Kimia  
Di Departemen Kimia, Fakultas Sains  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya

Disusun Oleh:

**ERNI DIANASARI**  
**NRP. 0121154000007**

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

HALAMAN PENGESAHAN

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

SKRIPSI

Disusun oleh:

**ERNI DIANASARI**  
NRP. 0121154000007

Surabaya, 29 Juli 2019  
Menyetujui,

Dosen Pembimbing I



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



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

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

**Nama** : Erni Dianasari  
**NRP.** : 0121154000007  
**Departemen** : Kimia FS ITS  
**Dosen Pembimbing** : Drs. R. Djarot Sugiarto, K.S., M.S.

## **ABSTRAK**

Penelitian ini tentang pengembangan metode analisis besi melalui optimasi kemampuan agen pereduksi  $\text{SnCl}_2$  dan  $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$  untuk mengubah besi(III) menjadi besi(II). Analisis kadar besi pada penelitian ini menggunakan spektrofotometer UV-Vis karena akurasi yang baik, cepat, dan mudah. Analisis kadar besi dilakukan pengukuran panjang gelombang maksimum terlebih dahulu. Panjang gelombang maksimum yang didapatkan dari pereduksi  $\text{SnCl}_2$  dan  $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$  yaitu 510 nm. Pereduksi  $\text{SnCl}_2$  memiliki waktu optimum yaitu 15 menit dengan absorbansi 0,772, pH optimum yaitu 4 dengan absorbansi 0,800, konsentrasi optimum yaitu 3 ppm dengan absorbansi 0,757,  $r^2$  sebesar 0,9957, dan *%recovery* sebesar 140,13%. Sedangkan, pereduksi  $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$  memiliki waktu optimum yaitu 10 jam dengan absorbansi 0,783, pH optimum yaitu 4,5 dengan absorbansi 0,777, konsentrasi optimum yaitu 10 ppm dengan absorbansi 0,792,  $r^2$  sebesar 0,9975, dan *%recovery* sebesar 135,37%. Hasil tersebut, menunjukkan bahwa dari kedua pereduksi tersebut  $\text{SnCl}_2$  lebih baik dibandingkan  $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ .

*Kata kunci:* 1,10-Fenantrolin, Besi,  $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ ,  $\text{SnCl}_2$ , Spektrofotometer UV-Vis.

**THE DEVELOPMENT OF IRON ANALYSIS METHODS  
BY OPTIMIZING THE ABILITY OF THE REDUCING  
AGENTS OF SnCl<sub>2</sub> AND C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub> TO CONVERT IRON(III)  
TO IRON(II)**

**Name** : Erni Dianasari  
**NRP.** : 0121154000007  
**Department** : Kimia FS ITS  
**Advisor Lecturer** : Drs. R. Djarot Sugiarso, K.S., M.S.

**ABSTRACT**

This research is about the development of iron analysis method by optimizing the ability of the reducing agents of SnCl<sub>2</sub> and C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub> to convert iron (III) to iron (II). Analysis of iron content in this study using a UV-Vis spectrophotometer because of good accuracy, fast, and easy. Iron content analysis is carried out at maximum wavelength measurements. The maximum wavelength obtained from the reduction of SnCl<sub>2</sub> and C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub> is 510 nm. The reduction of SnCl<sub>2</sub> has an optimum time of 15 minutes with absorbance of 0.772, optimum pH is 4 with absorbance of 0.800, optimum concentration is 3 ppm with absorbance of 0.757, r<sup>2</sup> of 0.9957, and %recovery of 140.13%. Meanwhile, C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub> reduction has an optimum time of 10 hours with absorbance of 0.783, optimum pH is 4.5 with absorbance of 0.777, optimum concentration is 10 ppm with absorbance of 0.792, r<sup>2</sup> of 0.9975, and %recovery of 135.37%. These results, indicate that SnCl<sub>2</sub> is better than C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>.

*Keywords: 1,10-Fenantrolin, Iron, C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>, SnCl<sub>2</sub>, UV-Vis spectrophotometer.*

*Karya ini dipersembahkan untuk  
Ibu, Ayah, Kakak serta keluarga saya tercinta  
Guru-guru beserta Dosen yang telah membimbing dan mengajar saya  
serta teman-teman tersayang*

## KATA PENGANTAR

Segala puji bagi Allah SWT yang selalu melimpahkan Rahmat dan Karunia-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan dengan baik naskah skripsi yang berjudul **“Pengembangan Metode Analisis Besi Melalui Optimasi Kemampuan Agen Pereduksi  $\text{SnCl}_2$  dan  $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$  Untuk Mengubah Besi(III) Menjadi Besi(II)”**

Pada kesempatan ini, penulis ingin menyampaikan terima kasih kepada:

1. Drs. R. Djarot Sugiarto, K.S., M.S., selaku dosen pembimbing yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan selama proses penyusunan Skripsi ini
2. Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc selaku Kepala Departemen Kimia atas fasilitas yang telah diberikan
3. Dra. Ita Ulfin, M.Si. selaku Kepala Laboratorium Instrumentasi dan Sains Analitik yang telah memberikan izin selama melakukan penelitian
4. Dr. Djoko Hartanto, M.Si. selaku dosen wali yang telah memberikan nasehat dan memberikan bimbingan
5. Ayah Slamet, Ibu Endang Riwayati, Kakak Wisnu Suharto, dan Kakak Sofian Arissaputra yang selalu memberi dukungan dan doa
6. Teman-teman Kimia ITS angkatan 2015 Goldschmidt yang telah berjuang bersama sejak menjadi mahasiswa baru
7. Teman-teman Laboratorium Instrumentasi dan Sains Analitik yang telah membantu dan memberikan semangat
8. Camelia, mutiara, cynthia, cella yang telah setia menemani dan selalu memberikan semangat untuk mengerjakan naskah skripsi hingga selesai.



9. Sahabat saya sejak SMA Erlinna Nur Syah Putri yang juga sedang berjuang menyelesaikan skripsi. Terima kasih atas dukungan serta doanya selama ini.

Penulis menyadari sepenuhnya bahwa penulisan naskah Skripsi ini tidak lepas dari kekurangan. Oleh karena itu, penulis terbuka terhadap kritik dan saran yang membangun. Semoga Naskah Skripsi ini memberikan manfaat bagi penulis dan pembaca.

Surabaya, 29 Juli 2019

Penulis

## DAFTAR ISI

HALAMAN PENGESAHAN .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
ABSTRAK .....	v
KATA PENGANTAR .....	viii
DAFTAR ISI .....	x
DAFTAR GAMBAR .....	xv
DAFTAR TABEL .....	xvi
BAB I .....	1
PENDAHULUAN .....	1
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	2
1.3 Batasan Masalah .....	3
1.4 Tujuan Penelitian .....	3
BAB II .....	5
TINJAUAN PUSTAKA .....	5
2.1 Tinjauan Umum tentang Besi .....	5
2.2 Tinjauan Umum tentang Timah (II) Klorida .....	7
2.3 Tinjauan Umum tentang Fenilhidrazin .....	8
2.4 Tinjauan Umum tentang 1,10-Fenantrolin .....	9
2.5 Tinjauan Umum tentang Senyawa Kompleks .....	9
2.6 Tinjauan Umum tentang Larutan Buffer .....	12

2.7 Spektrofotometer UV-Vis .....	13
2.8 Validasi Metode .....	15
2.8.1 Linieritas.....	15
2.8.2 Akurasi .....	16
2.8.3 Presisi .....	16
BAB III .....	19
METODOLOGI .....	19
3.1 Alat dan Bahan .....	19
3.2 Prosedur Kerja.....	19
3.2.1 Pembuatan Larutan Stok Fe (III) 100 ppm.....	19
3.2.2 Pembuatan Larutan Stok SnCl <sub>2</sub> 100 ppm .....	19
3.2.3 Pembuatan Larutan Stok Fenilhidrazin 1000 ppm .....	19
3.2.4 Pembuatan Larutan Stok 1,10-Fenantrolin 1000 ppm	19
3.2.5 Pembuatan Larutan Stok Buffer Asetat pH 4,5 .....	20
3.2.6 Pembuatan Larutan Blanko .....	20
3.2.7 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum dan Absorbansi .....	20
3.2.8 Penentuan pH Optimum .....	21
3.2.9 Penentuan Waktu Optimum .....	21
3.2.10 Penentuan Konsentrasi Optimum .....	22
3.2.11 Penentuan Kurva Kalibrasi.....	22
BAB IV .....	23
HASIL DAN PEMBAHASAN .....	23

4.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Besi.....	23
4.2 Penentuan pH Optimum .....	26
4.3 Penentuan Waktu Optimum .....	28
4.4 Penentuan Konsentrasi Optimum .....	31
4.5 Penentuan Kurva Kalibrasi.....	33
BAB V .....	37
KESIMPULAN DAN SARAN .....	37
5.1 Kesimpulan.....	37
5.2 Saran.....	37
DAFTAR PUSTAKA.....	39
LAMPIRAN A .....	43
SKEMA KERJA.....	43
A.1 Pembuatan Larutan Stok Fe (III) 100 ppm.....	43
A.2 Pembuatan Larutan Stok Pereduksi SnCl <sub>2</sub> 100 ppm.....	43
A.3 Pembuatan Larutan Stok Pereduksi Fenilhidrazin 1000 ppm .....	43
A.4 Pembuatan Larutan Blanko .....	44
A.5 Pembuatan Larutan Stok 1,10-Fenantrolin 1000 ppm.....	44
A.6 Pembuatan Larutan Stok Buffer Asetat pH 4,5 .....	45
A.7 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum dan Absorbansi .....	46
A.8 Penentuan pH Optimum .....	47
A.9 Penentuan Waktu Optimum .....	48

A.10 Penentuan Konsentrasi SnCl <sub>2</sub> .....	49
A.11 Penentuan Kurva Kalibrasi.....	50
LAMPIRAN B .....	52
PERHITUNGAN PEMBUATAN LARUTAN .....	52
B.1 Pembuatan Larutan Fe (III) 100 ppm .....	52
B.2 Pembuatan Larutan Stok Pereduksi SnCl <sub>2</sub> 100 ppm.....	52
B.3 Pembuatan Larutan Stok Pereduksi Fenilhidrazin 1000 ppm .....	53
B.4 Pembuatan Larutan Stok 1,10-Fenantrolin 1000 ppm .....	54
B.5 Pembuatan Larutan Stok Buffer Asetat pH = 4,5 .....	55
LAMPIRAN C .....	57
PERHITUNGAN LINIERITAS .....	57
C.1 Perhitungan Persamaan Regresi Linier Kurva.....	57
C.2 Perbandingan Koefisien Korelasi Kurva Kalibrasi.....	59
C.3 Perhitungan Uji-t terhadap Kurva Kalibrasi .....	60
LAMPIRAN D .....	63
PERHITUNGAN PRESISI .....	63
D.1 Pereduksi Timah (II) Klorida (SnCl <sub>2</sub> ) .....	63
D.2 Pereduksi Fenilhidrazin (C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> N <sub>2</sub> ) .....	67
LAMPIRAN E .....	73
PERHITUNGAN KONSENTRASI Fe <sup>2+</sup> DAN AKURASI .....	73
LAMPIRAN F.....	75
TABEL NILAI KRITIK SEBARAN t.....	75

BIODATA PENULIS ..... 77

## DAFTAR GAMBAR

Gambar2. 1 Mineral Besi .....	5
Gambar2. 2 Struktur Kimia Timah (II) Klorida .....	7
Gambar2. 3 Struktur Kimia Fenilhidrazin.....	8
Gambar2. 4 Struktur Kimia 1,10-Fenantrolin .....	9
Gambar2. 5 Struktur Fe(II)-Fenantrolin .....	11
Gambar2. 6 Sistem Kerja Spektrofotometer UV-Vis <i>single beam</i> .....	14
Gambar 4. 1 Kurva Panjang Gelombang Maksimum Pereduksi SnCl <sub>2</sub> .....	25
Gambar 4. 2 Kurva Panjang Gelombang Maksimum Pereduksi C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> N <sub>2</sub> .....	26
Gambar 4. 3 Kurva Penentuan pH Optimum Pereduksi SnCl <sub>2</sub> ...	27
Gambar 4. 4 Kurva Penentuan pH Optimum Pereduksi C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> N <sub>2</sub>	28
Gambar 4. 5 Kurva Waktu Optimum Pereduksi SnCl <sub>2</sub> .....	29
Gambar 4. 6 Kurva Penentuan Waktu Optimum Pereduksi C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> N <sub>2</sub> .....	30
Gambar 4. 7 Kurva Penentuan Konsentrasi Pereduksi SnCl <sub>2</sub> .....	32
Gambar 4. 8 Kurva Penentuan Konsentrasi Optimum Pereduksi C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> N <sub>2</sub> .....	32
Gambar 4. 9 Kurva Penentuan Regresi Linier Pereduksi SnCl <sub>2</sub> ..	34
Gambar 4. 10 Kurva Penentuan Regresi Linier Pereduksi C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> N <sub>2</sub> .....	35

## DAFTAR TABEL

Tabel D. 1 Perhitungan Pada Buffer Asetat pH 4 .....	63
Tabel D. 2 Data Penentuan pH Optimum Buffer Asetat Pereduksi Timah (II) Klorida ( $\text{SnCl}_2$ ).....	64
Tabel D. 3 Perhitungan Pada Waktu Pendiaman 15 menit ....	64
Tabel D. 4 Data Penentuan Waktu Optimum Pereduksi Timah (II) Klorida .....	66
Tabel D. 5 Perhitungan pada Konsentrasi 3 ppm .....	66
Tabel D. 6 Data Penentuan Konsentrasi Timah (II) Klorida ( $\text{SnCl}_2$ ) .....	67
Tabel D. 7 Perhitungan pada Buffer Asetat pH 4,5.....	67
Tabel D. 8 Data Penentuan pH Optimum Buffer Asetat Pereduksi Fenilhidrazin ( $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ ) .....	69
Tabel D. 9 Perhitungan Pada Waktu Pendiaman 10 jam.....	69
Tabel D. 10 Data Penentuan Waktu Optimum Pereduksi Fenilhidrazin ( $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ ) .....	70
Tabel D. 11 Data Perhitungan pada Konsentrasi 10 ppm .....	70
Tabel D. 12 Data Penentuan Konsentrasi Optimum Fenilhidrazin ( $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ ) .....	72
Tabel E. 1 Data Konsentrasi $\text{Fe}^{2+}$ dan % dengan Pereduksi Timah(II) Klorida ( $\text{SnCl}_2$ ).....	74
Tabel E. 2 Data Konsentrasi $\text{Fe}^{2+}$ dan % dengan Pereduksi Fenilhidrazin ( $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ ) .....	74



## **BAB I**

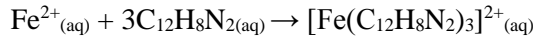
### **PENDAHULUAN**

#### **1.1 Latar Belakang**

Besi merupakan logam transisi yang memiliki nomor atom 26, titik didih 2750°C, titik leleh 1535°C dan berat molekul 55,847 g/mol (MSDS, 2007). Logam besi termasuk golongan logam berat, yang bila dibuang ke lingkungan menjadi limbah bahan berbahaya dan beracun (B3) yang dapat membahayakan manusia. Limbah B3 dapat berasal dari bahan kimia yang tidak dapat digunakan kembali atau kadaluarsa, limbah industri & pertanian, dan lain-lain. Apabila logam Fe terakumulasi di dalam tubuh, dapat menyebabkan beberapa gangguan kesehatan, misalnya menyebabkan iritasi pada kulit dan mata, mengganggu pernafasan dan menyebabkan kanker dalam jangka panjang (Nurhaini dan Arief, 2016).

Analisis kadar besi dapat menggunakan berbagai metode, seperti spektrofotometri serapan atom, metode *flow injection*, dan fluorometri, namun yang banyak digunakan pada penentuan besi adalah spektrofotometri UV-Vis karena akurasi yang baik, cepat, dan mudah (Dinararum dan Djarot, 2013). Besi (II)-Fenantrolin lebih stabil dibanding Besi (III)-fenantrolin, sehingga Besi (III) direduksi menjadi Besi (II) terlebih dahulu sebelum dikomplekskan dengan 1,10-fenantrolin.

Besi dapat dikomplekskan dengan pengompleks besi yang dapat membentuk suatu warna yang spesifik. Pengompleks 1,10-Fenantrolin merupakan pengompleks yang baik, sehingga pada penelitian ini memilih pengompleks 1,10-Fenantrolin untuk menentukan kadar besi menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis (Handayani dkk., 2018). Senyawa kompleks besi (II)-fenantrolin yang terbentuk memiliki warna merah jingga dengan reaksi:



Penelitian ini menggunakan pereduksi  $\text{SnCl}_2$  dan  $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$  untuk mereduksi  $\text{Fe}(\text{III})$  menjadi  $\text{Fe}(\text{II})$  dengan pengompleks 1,10-Fenantrolin membentuk kompleks  $\text{Fe}(\text{II})$ -Fenantrolin menggunakan instrumen spektrofotometer UV-Vis. Penelitian sebelumnya, Liyana dan Djarot (2010) menggunakan  $\text{SnCl}_2$  untuk mereduksi  $\text{Fe}^{3+}$  menjadi  $\text{Fe}^{2+}$  yang dikomplekskan dengan 1,10-Fenantrolin membentuk kompleks  $\text{Fe}(\text{II})$ -Fenantrolin berwarna merah jingga. Panjang gelombang maksimum yang didapatkan pada penelitian tersebut sebesar 505 nm. Selain itu, pH optimum yang diperoleh pada pereduksi  $\text{SnCl}_2$  sebesar 4 dengan konsentrasi optimum sebesar 3 ppm dan regresi yang didapatkan yaitu sebesar 0,997.

Penelitian Larasati dkk., 2018 menggunakan metode  $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$  sebagai uji kualitatif, untuk menguji penggunaan zat pewarna yang dilarang pada pembuatan makanan. Penelitian tersebut, memberikan hasil dengan perubahan warna. Penelitian ini juga menggunakan uji kualitatif pada analisis kadar besi menggunakan metode spektrofotometer UV-Vis. Uji kualitatif dapat dilihat warna larutan kompleks  $\text{Fe}(\text{II})$ -Fenantrolin yang semula berwarna warna jingga pudar menjadi merah jingga pekat setelah jangka waktu tertentu. Oleh karena itu, penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan pereduksi yang lebih bagus dengan cara membandingkan pereduksi  $\text{SnCl}_2$  dan  $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$  melalui aktivitas optimum pada variasi pH, waktu dan konsentrasi yang telah divariasi.

## 1.2 Rumusan Masalah

Logam besi dalam air tanah berbentuk  $\text{Fe}(\text{II})$  dan  $\text{Fe}(\text{III})$  terlarut,  $\text{Fe}(\text{II})$  dapat larut dan dapat bergabung dengan zat organik membentuk senyawa kompleks. Dalam keadaan kompleks,  $\text{Fe}(\text{II})$  lebih stabil dibanding  $\text{Fe}(\text{III})$ . Sehingga pada penelitian ini, untuk

analisis kadar besi menggunakan metode spektrofotometer UV-Vis harus mereduksi Fe(III) menjadi Fe(II) terlebih dahulu dengan pereduksi  $\text{SnCl}_2$  dan  $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$  sebelum dikomplekskan dengan 1,10-Fenantrolin membentuk kompleks Fe(II)-Fenantrolin. Jadi, rumusan masalah yang diambil dalam penelitian ini adalah diantara kedua pereduksi tersebut manakah yang lebih bagus dalam analisis kadar besi (Fe).

### **1.3 Batasan Masalah**

Batasan masalah dalam penelitian ini menganalisis kadar besi melalui optimasi kemampuan agen pereduksi  $\text{SnCl}_2$  dan  $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$  untuk mengubah  $\text{Fe}^{3+}$  menjadi  $\text{Fe}^{2+}$  dengan menentukan pH optimum yaitu 3; 3,5; 4; 4,5; dan 5, waktu optimum yaitu 0, 5, 10, 15, dan 20 menit untuk pereduksi  $\text{SnCl}_2$  sedangkan pereduksi  $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$  yaitu 0, 5, 10, 15, dan 20 jam, dan konsentrasi optimum untuk pereduksi  $\text{SnCl}_2$  yaitu 2; 2,5; 3; 3,5; 4 ppm sedangkan pereduksi  $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$  yaitu 10, 20, 30, 40, dan 50 ppm.

### **1.4 Tujuan Penelitian**

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mendapatkan pereduksi yang paling bagus dengan cara membandingkan pereduksi  $\text{SnCl}_2$  dan  $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$  melalui aktivitas optimum pada variasi pH, waktu dan konsentrasi yang telah divariasikan pada penentuan kadar besi.

*“Halaman ini sengaja dikosongkan”*

## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Tinjauan Umum tentang Besi

Besi merupakan logam transisi yang memiliki nomor atom 26, titik didih 2750°C, titik leleh 1535°C dan berat molekul 55,847 g/mol (MSDS, 2007). Besi merupakan salah satu logam yang melimpah di alam, bersifat resisten korosif, padat, memiliki titik lebur yang rendah, dan dialam didapat dalam bentuk senyawa dengan unsur lain, seperti hematit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), dan pyrit ( $\text{FeS}_2$ ). Besi murni merupakan logam yang berwarna putih-perak, kukuh, dan liat. Besi murni sulit ditemukan, biasanya besi masih mengandung sejumlah kecil karbida, silisida, fosfida, dan sulfida dari besi serta sedikit grafit. Zat-zat pencemar tersebut, mempengaruhi kekuatan struktur besi (Amrin dan Dita, 2013). Mineral besi dapat dilihat pada Gambar 2.1



Gambar2. 1 Mineral Besi

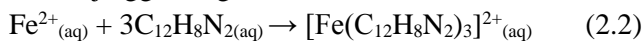
Besi dalam air dalam bentuk ferro ( $\text{Fe}^{2+}$ ) dan ferri ( $\text{Fe}^{3+}$ ), hal ini bergantung pada pH dan oksigen yang terlarut dalam air. Kadar besi dalam air mempengaruhi kesadahan pH air. Apabila pH air rendah, maka akan terjadi proses korosif sehingga menyebabkan besi larut dalam air. Logam besi termasuk golongan logam berat, yang bila dibuang ke lingkungan menjadi limbah bahan berbahaya dan beracun (B3) yang dapat membahayakan manusia. Limbah B3 dapat berasal dari bahan kimia yang tidak dapat digunakan kembali atau kadaluarsa, limbah industri &

pertanian, dan lain-lain. Apabila terakumulasi di dalam tubuh, Fe dapat menyebabkan beberapa gangguan kesehatan, misalnya menyebabkan iritasi pada kulit dan mata, mengganggu pernafasan dan menyebabkan kanker dalam jangka panjang (Nurhaini dan Arief, 2016).

Menurut penelitian Apriani dkk., (2013), air gambut mengandung logam besi (Fe), sehingga menyebabkan warna air tersebut menjadi merah kecoklatan. Besi ion ferro ( $\text{Fe}^{2+}$ ) dalam air memiliki pH < 5,8 dan konsentrasi oksigen yang rendah. Namun, jika konsentrasi oksigen dalam air tinggi, maka  $\text{Fe}^{2+}$  akan teroksidasi menjadi  $\text{Fe}^{3+}$ . Senyawa humus dalam air gambut membentuk kompleks yang stabil dengan ion logam yang akan menyebabkan peningkatan kadar ion logam dalam air. Senyawa humus dalam air gambut menghalangi proses oksidasi ion  $\text{Fe}^{2+}$  yang lebih bersifat toksik menjadi ion  $\text{Fe}^{3+}$  (Morti dkk., 2018).

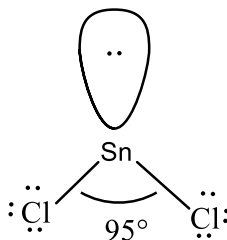
Logam besi dalam air tanah berbentuk  $\text{Fe}^{+2}$  dan  $\text{Fe}^{+3}$  terlarut,  $\text{Fe}^{+2}$  dapat larut dan dapat bergabung dengan zat organik membentuk senyawa kompleks (Rahayu dan Adhitiyawarman, 2014). Besi dapat dikomplekskan dengan pengompleks besi yang dapat membentuk suatu warna yang spesifik. Pengompleks 1,10-Fenantrolin merupakan pengompleks yang baik, sehingga pada penelitian ini memilih pengompleks 1,10-fenantrolin untuk menentukan kadar besi menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis (Handayani dkk., 2018).

Besi (II)-Fenantrolin lebih stabil dibanding Besi (III)-Fenantrolin, sehingga besi(III) direduksi menjadi besi(II) terlebih dahulu sebelum dikomplekskan dengan 1,10-Fenantrolin. Senyawa kompleks besi (II)-fenantrolin yang terbentuk memiliki warna merah jingga dengan reaksi:



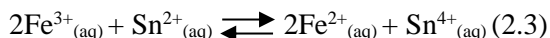
## 2.2 Tinjauan Umum tentang Timah (II) Klorida

Timah (II) klorida merupakan padatan kristal putih yang memiliki berat molekul 260,5 g/mol, memiliki titik leleh 247°C, dan memiliki rumus SnCl<sub>2</sub> (MSDS, 2015). Timah (II) klorida merupakan senyawa yang stabil apabila membentuk Timah (II) klorida dihidrat, sedangkan dalam fasa larutan cenderung mengalami hidrolisis, terutama jika dalam keadaan panas. Timah (II) klorida diklasifikasikan sebagai katalis asam lewis yang merupakan spesies yang dapat membentuk ikatan kovalen dengan menerima pasangan elektron bebas dari spesies lain yang kaya elektron (Pratama, 2016). Struktur kimia dari Timah (II) Klorida dapat dilihat pada Gambar 2.2



Gambar2. 2 Struktur Kimia Timah (II) Klorida

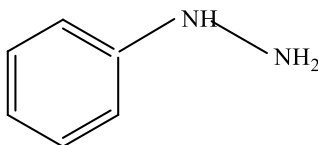
Timah (II) klorida memiliki potensial elektroda standar yang relatif rendah yaitu ( $E^\circ$ ) +0,14 V, sehingga dapat mereduksi suatu zat dengan jumlah yang baik (Liyana dan Djarot, 2010). Timah (II) klorida juga memiliki beberapa keuntungan, diantaranya yaitu digunakan sebagai larutan pereduksi dan merupakan pereduksi yang efektif karena berbentuk larutan, sehingga lebih mudah bereaksi dan waktu reduksinya juga lebih cepat (Liyana dan Djarot, 2010). Reaksi yang terjadi saat Fe<sup>3+</sup> tereduksi menjadi Fe<sup>2+</sup> setelah direduksi oleh SnCl<sub>2</sub> adalah sebagai berikut:



Pada penelitian sebelumnya, Liyana dan Djarot (2010) menggunakan  $\text{SnCl}_2$  untuk mereduksi  $\text{Fe}^{3+}$  menjadi  $\text{Fe}^{2+}$  yang dikomplekskan dengan 1,10-Fenantrolin membentuk kompleks besi(II)-fenantrolin berwarna merah jingga. Panjang gelombang maksimum yang didapatkan pada penelitian Liyana dan Djarot (2010) yaitu 505 nm. Selain itu, pH optimum yang diperoleh pada pereduksi  $\text{SnCl}_2$  yaitu 4 dengan konsentrasi optimum sebesar 3 ppm dan regresi yang didapatkan yaitu sebesar 0,997.

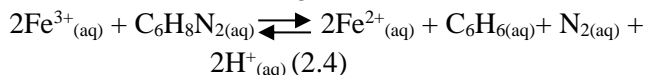
### 2.3 Tinjauan Umum tentang Fenilhidrazin

Fenilhidrazin merupakan cairan berwarna coklat, memiliki titik didih  $244^\circ\text{C}$ , titik leleh  $19,6^\circ\text{C}$ , berat molekul 108,14 g/mol dan memiliki rumus kimia  $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$  (MSDS, 2017). Fenilhidrazin larut dalam alkohol, eter, kloroform, benzena, aseton, dan larut dalam air (rentang nilai 145-837g/L pada  $24^\circ\text{C}$ ). Struktur kimia Fenilhidrazin dapat dilihat pada Gambar 2.3



Gambar2. 3 Struktur Kimia Fenilhidrazin

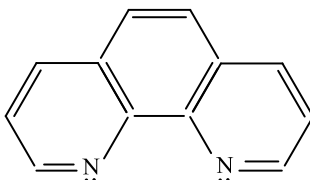
Fenilhidrazin menyerap kuat sinar ultraviolet dalam rentang yang signifikan. Fenilhidrazin akan berubah warna apabila terkena cahaya matahari dan akan mengalami autoksidasi karena adanya oksigen, hal ini menyebabkan reaksi dipercepat oleh cahaya dan panas, substansi akan menjadi coklat kemerahan pada udara terbuka sebagai hasil dari autoksidasi ini (Napitupulu, 2018). Reaksi yang terjadi saat  $\text{Fe}^{3+}$  menjadi  $\text{Fe}^{2+}$  setelah direduksi oleh  $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$  adalah sebagai berikut:





## 2.4 Tinjauan Umum tentang 1,10-Fenantrolin

1,10-Fenantrolin merupakan padatan kristal berwarna putih yang memiliki titik leleh 93°C, berat molekul 198,22 g/mol, dan memiliki rumus  $C_{12}H_8N_2$  (MSDS, 2012). Pengompleks fenantrolin merupakan pengompleks yang sering ditemukan dalam bentuk monohidratnya. Fenantrolin juga larut dalam air, benzena, alkohol, aseton, kloroform (Fa'izzah, 2016). Struktur kimia dari 1,10-Fenantrolin dapat dilihat pada Gambar 2.4



Gambar 2. 4 Struktur Kimia 1,10-Fenantrolin

1,10-Fenantrolin dapat membentuk kompleks oktahedron  $[Fe(C_{12}H_8N_2)_3]^{2+}$  karena berikatan dengan logam transisi. Fenantrolin merupakan ligan N-heterosiklik yang memiliki dua atom donor N yang terikat pada cincin aromatisnya, sehingga dapat berfungsi sebagai ligan bidentat. Adanya cincin aromatis yang dimiliki oleh ligan tersebut akan meningkatkan kestabilan senyawa kompleks yang terbentuk. Keadaan ini terjadi karena cincin aromatis tersebut mempunyai orbital  $-π$  yang masih mampu menerima elektron dari ion pusat sehingga terjadi ikatan balik dari ion pusat ke ligan (Fa'izzah, 2016).

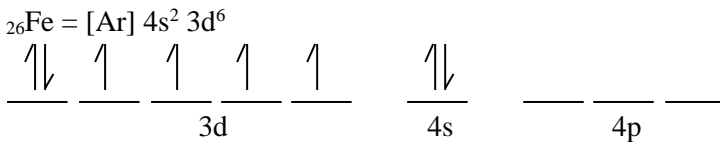
## 2.5 Tinjauan Umum tentang Senyawa Kompleks

Senyawa kompleks merupakan senyawa yang tersusun dari suatu ion logam pusat dengan satu atau lebih ligan yang mendonorkan pasangan elektron bebasnya kepada ion logam pusat (Kusyanto dan Kristian, 2017). Pada umumnya, senyawa

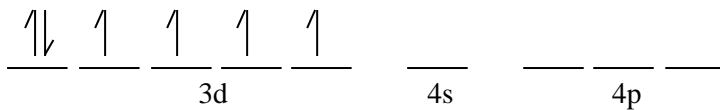
kompleks Fe (III) membentuk struktur oktahedral dengan bilangan koordinasi enam. Namun, juga dapat membentuk struktur lain seperti tetrahedral dengan bilangan koordinasi empat dan segiempat piramida dengan bilangan koordinasi lima (Kusyanto dan Kristian, 2017).

Reaksi pembentukan senyawa kompleks merupakan reaksi asam basa lewis, dimana asam lewis adalah senyawa yang bertindak sebagai penerima pasangan elektron bebas atau atom pusat, sedangkan basa lewis adalah senyawa yang bertindak sebagai penyumbang pasangan elektron bebas atau ligan (Fa'izzah dan Kristian, 2016). Pasangan elektron ligan yang didonorkan kepada ion logam pusat menghasilkan ikatan kovalen koordinasi sehingga senyawa kompleks juga disebut senyawa koordinasi.

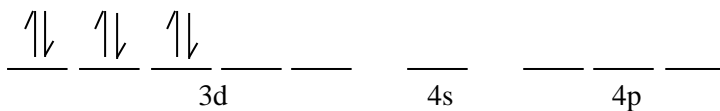
Logam Fe merupakan salah satu logam transisi yang memiliki orbital *d* yang belum terisi penuh sehingga dapat membentuk senyawa kompleks. Logam Fe memiliki konfigurasi dan hibridisasi sebagai berikut :



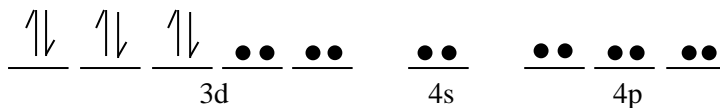
Keadaan dasar :



Eksitasi :



Kompleks Fe(II)-Fenantrolin :

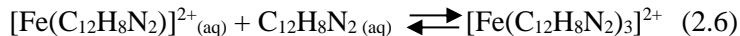
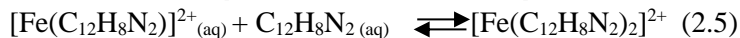


Keterangan :

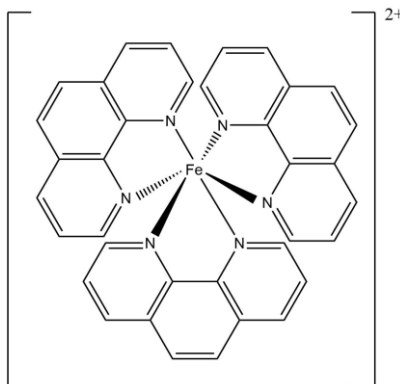
●● : pasangan elektron bebas dari ligan *o-Phen*

↑↓ : pasangan elektron bebas dari logam Fe

1,10-Fenantrolin merupakan senyawa kompleks yang stabil pada interval pH 2-9. Fe (II) dengan panjang gelombang 510 nm yang direaksikan 1,10-Fenantrolin dapat membentuk kompleks yang stabil berwarna jingga yang disebut Ferroin. langkah-langkah pembentukan Ferroin dapat dilihat pada persamaan reaksi 2.4 sampai persamaan reaksi 2.6



Struktur senyawa kompleks Fe(II)-Fenantrolin dapat dilihat pada Gambar 2.5



Gambar2. 5 Struktur Fe(II)-Fenantrolin

## 2.6 Tinjauan Umum tentang Larutan Buffer

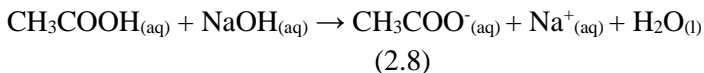
Larutan penyangga atau larutan buffer merupakan larutan yang mengandung asam basa konjugatnya. Campuran antara asam lemah atau basa lemah dan basa konjugasi atau asam konjugasi dari garam yang terbentuk menyebabkan perubahan pH larutan sangat kecil ketika ditambahkan sedikit asam ataupun basa. Contohnya, larutan penyangga yang terbentuk dari campuran asam lemah  $\text{CH}_3\text{COOH}$  dan basa konjugasinya (ion  $\text{CH}_3\text{COO}^-$ ).

1. Apabila ditambahkan sedikit asam misalnya  $\text{HCl}$  kedalam campuran tersebut, akan terjadi reaksi berikut



Berdasarkan reaksi ini, jumlah basa konjugasi ( $\text{CH}_3\text{COO}^-$ ) akan berkurang dan asam lemah  $\text{CH}_3\text{COOH}$  akan bertambah.

2. Apabila ditambahkan sedikit basa  $\text{NaOH}$  akan terjadi reaksi berikut:



Berdasarkan reaksi tersebut, berarti jumlah asam lemah  $\text{CH}_3\text{COOH}$  akan berkurang dan basa konjugasi (ion  $\text{CH}_3\text{COO}^-$ ) akan bertambah pada persamaan 2.9 sampai sampai persamaan reaksi 2.12

Maka:

$$K_a = \frac{[\text{CH}_3\text{COO}^-] \cdot [\text{H}^+]}{[\text{CH}_3\text{COOH}]} \quad (2.9)$$

Sedangkan jumlahnya  $[\text{CH}_3\text{COO}^-] = [\text{H}^+]$

Maka, diperoleh:

$$K_a = \frac{[\text{H}^+] \cdot [\text{H}^+]}{[\text{CH}_3\text{COOH}]} \quad (2.10)$$

Sehingga

$$[\text{H}^+] = K_a \times \frac{\text{mol asam}}{\text{mol garam}} \quad (2.11)$$

Maka dapat ditentukan:

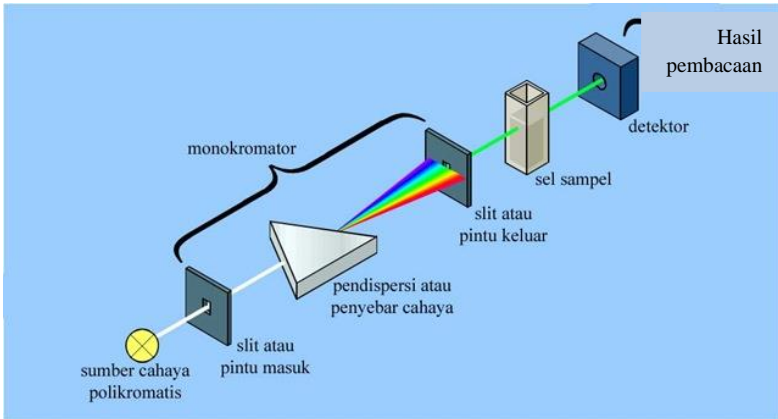
$$\text{pH} = \text{pKa} + \log \frac{[\text{garam}]}{[\text{asam}]} \quad (2.12)$$

## 2.7 Spektrofotometer UV-Vis

Spektrofotometer UV-Vis adalah salah satu alat untuk analisa unsur-unsur secara kuantitatif maupun secara kualitatif. Spektrofotometri UV-Vis adalah metode analisis berdasarkan interaksi antara radiasi elektromagnetik ultraviolet dekat (190-380 nm) dan sinar tampak (380-780 nm) menggunakan instrumen spektrofotometer dengan suatu senyawa (Octaviani, 2014). Metode ini berdasarkan penyerapan sinar ultraviolet maupun sinar tampak yang menyebabkan terjadinya transisi elektron (perpindahan elektron dari tingkat energi yang rendah ke tingkat energi yang lebih tinggi) (Octaviani, 2014). Penentuan secara kualitatif dan kuantitatif dapat dilihat dari spektrum yang dihasilkan. Untuk penentuan secara kualitatif yaitu berdasarkan puncak-puncak yang dihasilkan pada spektrum suatu unsur tertentu pada panjang gelombang tertentu, sedangkan untuk penentuan secara kuantitatif yaitu berdasarkan nilai absorbansi yang dihasilkan dari spektrum senyawa kompleks unsur yang dianalisa dengan pengompleks yang sesuai.

Prinsip kerja dari spektrofotometer uv-vis yaitu suatu sumber cahaya akan dipancarkan melalui monokromator, kemudian monokromator akan menguraikan sinar yang masuk dari sumber cahaya tersebut menjadi pita-pita panjang gelombang yang diinginkan untuk pengukuran suatu zat tertentu, dan menunjukkan bahwa setiap gugus kromofor mempunyai panjang gelombang maksimum yang berbeda. Dari monokromator, cahaya atau energi radiasi diteruskan dan diserap oleh suatu larutan yang akan diperiksa di dalam kuvet. Kemudian jumlah cahaya yang diserap oleh larutan akan menghasilkan sinyal elektrik pada detektor, hal ini signal elektrik sebanding dengan cahaya yang diserap oleh larutan tersebut. Besarnya sinyal elektrik yang

dialirkan ke pencatat dapat dilihat sebagai angka (Afifah, 2016). Berikut ini adalah sisem kerja spektrofotometer UV-Vis dapat dilihat pada Gambar 2.6



Gambar2. 6 Sistem Kerja Spektrofotometer UV-Vis *single beam* (Suhartati, 2017)

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

$$A = -\log T = -\log I_t/I_o = a.b.C \quad (2.13)$$

Keterangan:

A = Absorbansi dari sampel yang diukur

T = Transmittansi

$I_o$  = Intensitas sinar masuk

$I_t$  = Intensitas sinar yang diteruskan

a = Tetapan absorptivitas (jika konsentrasi larutan yang diukur dalam ppm)

b = Tebal kuvet UV-Vis yang digunakan

C = Konsentrasi dari sampel

## 2.8 Validasi Metode

Validasi metode analisis merupakan faktor penting karena suatu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu, untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan dalam penggunaannya (Christianty dkk., 2018). Suatu metode analisis harus divalidasi untuk melakukan verifikasi bahwa parameter-parameter kinerjanya mampu untuk mengatasi problem analisis (Arikalang dkk., 2018). Beberapa parameter analisis yang harus dipertimbangkan dalam validasi suatu metode analisis adalah sebagai berikut :

### 2.8.1 Linieritas

Linieritas merupakan suatu metode analisis untuk menunjukkan hasil konsentrasi yang linear terhadap kepekatan analit dalam jangkauan kepekatan tertentu. Linieritas menunjukkan ketelitian metode analisis ketika harga  $R^2$  lebih besar dari 0,997 (Kuntari dkk., 2017). Penentuan linieritas dapat dilakukan dengan membuat kurva kalibrasi, yaitu membuat beberapa deret larutan standar yang telah diketahui konsentrasinya (Sari dan Kuntari, 2019).

Tujuan dari uji linieritas yaitu untuk mengetahui apakah spesifikasi model yang digunakan sudah benar atau tidak. Apabila variabel independen dan variabel dependen memiliki hubungan linier antara keduanya, maka data yang didapatkan baik. Koefisien korelasi dapat diperoleh dengan persamaan (2.14)

$$r = \frac{\Sigma(x-\bar{x})(y-\bar{y})}{\sqrt{\Sigma(x-\bar{x})^2 \Sigma(y-\bar{y})^2}} \quad (2.14)$$

$x$  dan  $y$  merupakan titik-titik pada suatu garis dengan persamaan  $y = Bx + A$ . Apabila  $r$  negatif, menunjukkan bahwa korelasi bernilai negatif sempurna dimana semua titik percobaan terletak pada garis lurus yang negatif lerengnya. sedangkan, apabila hasil  $r$  positif, menunjukkan bahwa korelasi positif sempurna dimana semua titik percobaan terletak pada garis lurus

yang positif lerengnya. Nilai  $r = 0$  menunjukkan bahwa tidak ada korelasi antara  $x$  dan  $y$  dari persamaan yang terbentuk. Dari persamaan tersebut dapat menunjukkan bahwa  $r$  dapat mempunyai nilai dalam rentang  $-1 \leq r \leq 1$  (Putri, 2018).

Untuk mengetahui apakah koefisien dengan korelasi yang diperoleh pada banyak pasangan titik maka dilakukan uji-t. Uji-t dinyatakan pada persamaan 2.15

$$t = |r| \frac{\sqrt{(n-2)}}{\sqrt{(1-r^2)}} \quad (2.15)$$

Ketika nilai  $t$  hitung dibandingkan dengan  $t$  tabel pada selang kepercayaan yang diinginkan, memakai uji-t dua arah dan derajat kebebasan  $(n-2)$ .  $H_0$  adalah tidak ada korelasi  $x$  dan  $y$ .  $H_1$  adalah ada korelasi  $x$  dan  $y$ . Apabila  $t_{hitung} > t_{tabel}$ , maka  $H_0$  ditolak yang berarti ada korelasi antara  $x$  dan  $y$ .

### 2.8.2 Akurasi

Akurasi merupakan ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Kecermatan dinyatakan sebagai persen *recovery* analit yang ditambahkan. Untuk akurasi yang tinggi dapat dilakukan dengan mengurangi galat sistematik seperti menggunakan pelarut dan pereaksi yang baik, peralatan yang telah dikalibrasi, pengontrolan suhu, dan pelaksanaan prosedur dengan cermat (Putri, 2018). Akurasi dapat dihitung dengan persamaan 2.16

$$\% \text{ Perolehan kembali (recovery)} = \frac{(Cx)}{(Cs)} \times 100\% \quad (2.16)$$

Keterangan:

$Cx$  = konsentrasi logam yang ditentukan dalam cuplikan

$Cs$  = konsentrasi larutan standar logam yang ditambahkan pada cuplikan

### 2.8.3 Presisi

Presisi merupakan ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan antara hasil uji individual, diukur melalui penyebaran



hasil individual dari rata-rata yang dilakukan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogen (Budari, 2015). Adapun kriteria data-data pengamatan dikatakan presisi, apabila  $RSD < 20$  ppt dan  $CV < 2\%$  (Putri, 2018).

*Standard Deviation (SD)*, *Relative Standard Deviation (RSD)*, dan *Coefficient of Variation (CV)* dapat diperoleh dari persamaan 2.17

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(x-\bar{x})^2}{n-1}} \quad (2.17)$$

$$RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 1000 \text{ ppt} \quad (2.18)$$

Nilai % RSD menyatakan tingkat ketelitian analisis, semakin kecil nilai % RSD maka makin teliti tingkat ketelitiannya, namun hal ini disesuaikan dengan konsentrasi komponen terukur dalam sampel. Semakin kecil konsentrasi komponen maka semakin besar nilai % RSD yang dihasilkan (Darmapatni dkk., 2016).

$$CV = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% \quad (2.19)$$

*“Halaman ini sengaja dikosongkan”*

## **BAB III METODOLOGI**

### **3.1 Alat dan Bahan**

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah botol timbang, gelas beker, gelas ukur, *magnetic stirrer*, *bulp*, spatula, termometer, pipet volume, pipet ukur, pipet tetes, labu ukur, neraca analitik, corong, hotplate, pH meter digital, botol semprot, kuvet, spektrofotometer UV-Vis.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah besi (III) klorida heksahidrat ( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) (*Merck*),  $\text{SnCl}_2$  (*Merck*), fenilhidrazin 98% (*Merck*), 1,10-Fenantrolin ( $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2$ ) (*Merck*), aseton 99% (*SPAM Chemical*), natrium asetat ( $\text{CH}_3\text{COONa}$ ) (*Merck*), asam asetat ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) (*Merck*), aqua DM.

### **3.2 Prosedur Kerja**

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

Larutan Stok Fe (III) 100 ppm dibuat dengan melarutkan 0,0484 g  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dengan aqua dm di labu ukur 100 mL hingga tanda batas kemudian di kocok hingga homogen.

#### **3.2.2 Pembuatan Larutan Stok $\text{SnCl}_2$ 100 ppm**

Larutan Stok  $\text{SnCl}_2$  100 ppm dibuat dengan melarutkan 0,1000 g  $\text{SnCl}_2$  dengan aqua dm di labu ukur 100 mL hingga tanda batas kemudian di kocok hingga homogen.

#### **3.2.3 Pembuatan Larutan Stok Fenilhidrazin 1000 ppm**

Larutan Stok Fenilhidrazin 1000 ppm dibuat dengan melarutkan 102  $\mu\text{L}$  dengan aqua dm di labu ukur 100 mL hingga tanda batas kemudian di kocok hingga homogen.

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

Larutan Stok 1,10-Fenantrolin 1000 ppm dibuat dengan melarutkan 0,1000 g 1,10-Fenantrolin dengan 50 mL aqua dm

yang dimasukkan ke dalam gelas beker kemudian dipanaskan pada suhu  $60^{\circ}\text{C}$ . Setelah dipanaskan, dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan aqua dm hingga tanda batas kemudian di kocok hingga homogen.

### **3.2.5 Pembuatan Larutan Stok Buffer Asetat pH 4,5**

Larutan Stok Buffer Asetat pH 4,5 dibuat dengan melarutkan 0,7852 g  $\text{CH}_3\text{COONa}$  di labu ukur 50 mL kemudian ditambahkan  $\text{CH}_3\text{COOH}$ . Setelah ditambahkan  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , diukur pH buffer asetat menggunakan pH meter digital lalu tambahkan aqua dm hingga tanda batas kemudian di kocok hingga homogen.

### **3.2.6 Pembuatan Larutan Blanko**

Larutan Blanko dibuat dengan 1,1 mL pereduksi  $\text{SnCl}_2$  atau 1,1 mL Fenilhidrazin dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL kemudian ditambahkan 1,5 mL 1,10-Fenantrolin, 1,5 mL buffer asetat pH 4,5, dan 5 mL aseton lalu ditambahkan aqua dm hingga tanda batas. Setelah itu, di kocok hingga homogen.

### **3.2.7 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum dan Absorbansi**

Penentuan panjang gelombang maksimum dan absorbansi dibuat dengan 0,5 mL  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL kemudian ditambahkan pereduksi yaitu 0,2 mL  $\text{SnCl}_2$  atau 1,1 mL Fenilhidrazin lalu didiamkan selama 3 menit. Setelah itu, ditambahkan 1,5 mL 1,10-Fenantrolin, 1,5 mL buffer asetat pH 4,5, dan 5 mL aseton kemudian ditambahkan aqua dm hingga tanda batas. Setelah itu, dikocok hingga homogen kemudian didiamkan 15 menit untuk pereduksi  $\text{SnCl}_2$  dan didiamkan selama 15 jam untuk pereduksi Fenilhidrazin lalu diukur panjang gelombang maksimum pada 400-600 nm. Dilakukan pengukuran

sebanyak 2 kali pada pengukuran panjang gelombang maksimum dan absorbansi.

### **3.2.8 Penentuan pH Optimum**

Penentuan pH optimum dibuat dengan 0,5 mL  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL kemudian ditambahkan pereduksi yaitu 0,2 mL  $\text{SnCl}_2$  atau 1,1 mL Fenilhidrazin lalu didiamkan selama 3 menit. Setelah itu, ditambahkan 1,5 mL 1,10-Fenantrolin, 1,5 mL buffer asetat pH 4,5, dan 5 mL aseton kemudian ditambahkan aqua dm hingga tanda batas. Setelah itu, dikocok hingga homogen kemudian didiamkan 15 menit untuk pereduksi  $\text{SnCl}_2$  dan didiamkan selama 15 jam untuk pereduksi Fenilhidrazin lalu diukur pH optimum pada panjang gelombang maksimum 510 nm. Variasi pH yang dibuat yaitu 3; 3,5; 4; 4,5; 5. Dilakukan pengukuran sebanyak 2 kali pada penentuan pH optimum.

### **3.2.9 Penentuan Waktu Optimum**

Penentuan waktu optimum dibuat dengan 0,5 mL  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL kemudian ditambahkan pereduksi yaitu 0,2 mL  $\text{SnCl}_2$  atau 1,1 mL Fenilhidrazin lalu didiamkan selama 3 menit. Setelah itu, ditambahkan 1,5 mL 1,10-Fenantrolin, 1,5 mL buffer asetat pH 4,5, dan 5 mL aseton kemudian ditambahkan aqua dm hingga tanda batas. Setelah itu, dikocok hingga homogen kemudian didiamkan 15 menit untuk pereduksi  $\text{SnCl}_2$  dan didiamkan selama 15 jam untuk pereduksi Fenilhidrazin lalu diukur waktu optimum pada panjang gelombang maksimum 510 nm. Variasi waktu yang dibuat untuk pereduksi  $\text{SnCl}_2$  yaitu 0, 5, 10, 15, 20 menit. Sedangkan variasi waktu yang dibuat untuk pereduksi Fenilhidrazin yaitu 0, 5, 10, 15, 20 jam. Dilakukan pengukuran sebanyak 2 kali pada penentuan waktu optimum.

### **3.2.10 Penentuan Konsentrasi Optimum**

Penentuan konsentrasi optimum dibuat dengan 0,5 mL  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL kemudian ditambahkan pereduksi yaitu 0,2 mL  $\text{SnCl}_2$  atau 1,1 mL Fenilhidrazin lalu didiamkan selama 3 menit. Setelah itu, ditambahkan 1,5 mL 1,10-Fenantrolin, 1,5 mL buffer asetat pH 4,5, dan 5 mL aseton kemudian ditambahkan aqua dm hingga tanda batas. Setelah itu, dikocok hingga homogen kemudian didiamkan 15 menit dan diukur pada panjang gelombang maksimum 510 nm. Variasi konsentrasi yang dibuat untuk pereduksi  $\text{SnCl}_2$  yaitu 2; 2,5; 3; 3,5; 4. Sedangkan, variasi konsentrasi untuk pereduksi fenilhidrazin yaitu 10, 20, 30, 40, 50. Dilakukan sebanyak 2 kali pada penentuan konsentrasi optimum.

### **3.2.11 Penentuan Kurva Kalibrasi**

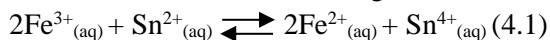
Penentuan kurva kalibrasi dibuat dengan variasi konsentrasi  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  yaitu 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL kemudian ditambahkan pereduksi 0,2 mL  $\text{SnCl}_2$  atau 0,1 mL Fenilhidrazin lalu didiamkan selama 3 menit. Setelah itu, ditambahkan 1,5 mL 1,10-Fenantrolin, 1,5 mL buffer asetat pH 4,5, dan 5 mL aseton kemudian ditambahkan aqua dm hingga tanda batas. Setelah itu, dikocok hingga homogen kemudian didiamkan 15 menit untuk pereduksi  $\text{SnCl}_2$  dan didiamkan 15 jam untuk pereduksi fenilhidrazin. Penentuan kurva kalibrasi diukur pada panjang gelombang maksimum 510 nm. Dilakukan sebanyak 2 kali pada penentuan kurva kalibrasi.

## BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

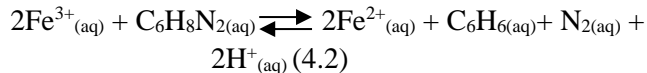
### 4.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Besi

Analisis kadar besi dapat menggunakan berbagai metode, seperti spektrofotometri serapan atom, metode *flow injection*, dan fluorometri, namun yang banyak digunakan pada penentuan besi adalah spektrofotometer UV-Vis karena akurasi yang baik, cepat, dan mudah (Dinararum dan Djarot, 2013). Analisis kadar besi dapat dilakukan dengan menentukan panjang gelombang maksimum terlebih dahulu. Pengukuran panjang gelombang maksimum dapat diketahui dari absorbansi tertinggi. Rentang panjang gelombang yang digunakan untuk mengukur panjang gelombang maksimum yaitu 400-600 nm dengan interval 1 nm. Pereduksi yang dipakai pada penelitian ini yaitu SnCl<sub>2</sub> dan C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>. Percobaan ini dilakukan sebanyak dua kali pengulangan pengukuran agar mendapatkan hasil dengan akurasi yang baik.

Untuk mendapatkan panjang gelombang maksimum, langkah pertama yang dilakukan yaitu memasukkan larutan FeCl<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O yang mengandung cuplikan Fe dengan konsentrasi 5 ppm kedalam labu ukur 10 mL kemudian direduksi dengan 9 ppm SnCl<sub>2</sub> dan 11 ppm C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>. Karena besi(II)-fenantrolin lebih stabil dibanding besi(III)-fenantrolin, maka besi(III) direduksi menjadi besi(II) terlebih dahulu dengan pereduksi SnCl<sub>2</sub> atau C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub> sebelum dikomplekskan dengan 1,10-Fenantrolin. Setelah ditambahkan pereduksi SnCl<sub>2</sub> atau C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub> kemudian dibiarkan selama 3 menit. Reaksi yang terjadi saat Fe<sup>3+</sup> tereduksi menjadi Fe<sup>2+</sup> setelah direduksi oleh SnCl<sub>2</sub> adalah sebagai berikut:



Reaksi yang terjadi saat Fe<sup>3+</sup> menjadi Fe<sup>2+</sup> setelah direduksi oleh C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub> adalah sebagai berikut:



Setelah melalui proses reduksi, Fe(II) dikomplekskan dengan 1,10-Fenantrolin. Berikut ini adalah persamaan reaksi pembentukan kompleks antara Fe(II) dengan 1,10-Fenantrolin

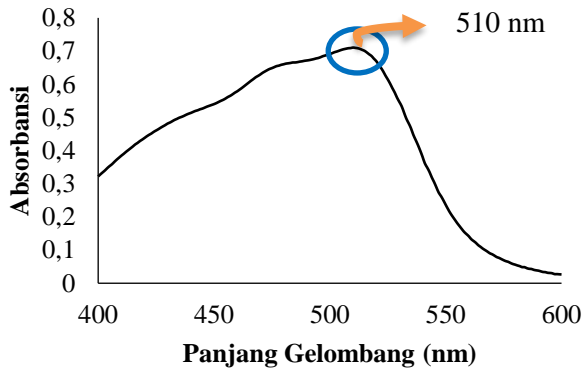


Bentuk kompleks yang terbentuk antara Fe(II) dengan 1,10-Fenantrolin ditunjukkan pada persamaan reaksi 4.3

Lalu, ditambahkan 1,5 mL 1,10-Fenantrolin sebagai ligan bidentat untuk membentuk senyawa kompleks karena 1,10-Fenantrolin merupakan ligan N-heterosiklik yang memiliki dua atom donor N yang terikat pada cincin aromatisnya. Senyawa kompleks 1,10-Fenantrolin memiliki warna jingga kemerahan dengan warna dasar merah dimana warna merah merupakan warna komplementer sehingga warna yang terserap pada spektrofotometer UV-Vis adalah hijau-biru yang memiliki panjang gelombang sekitar 500 nm (Dianawati dan Djarot, 2015). Kemudian ditambahkan 1,5 mL buffer asetat pH 4,5 untuk membuat reaksi tetap pada pH tersebut sehingga proses reaksi pembentukan kompleks berjalan optimum dan stabil. Setelah itu, ditambahkan 5 mL aseton. Kompleks yang terbentuk antara  $\text{Fe}^{2+}$  dengan 1,10-Fenantrolin menghasilkan kompleks organo logam dengan sifat semipolar sehingga perlu penambahan pelarut semipolar seperti aseton untuk memperbesar kelarutannya dalam air. Lalu diencerkan dengan aqua demineralisasi (DM) hingga tanda batas pada labu ukur 10 mL. Kemudian didiamkan selama 15 menit untuk pereduksi  $\text{SnCl}_2$ . Sedangkan untuk pereduksi  $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$  didiamkan selama 15 jam. Blanko yang digunakan untuk mengukur panjang gelombang maksimum yaitu berfungsi sebagai larutan pembanding untuk membuat titik nol konsentrasi pada pengukuran absorbansi kompleks Fe(II)-Fenantrolin. Gambar 4.1

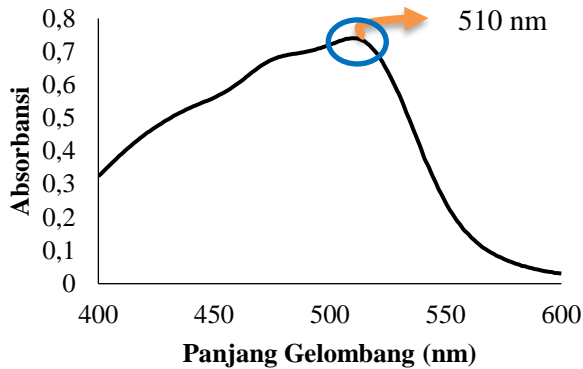


adalah kurva panjang gelombang maksimum kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi SnCl<sub>2</sub> memiliki rentang 400-600 nm dengan interval 1 nm.



Gambar 4. 1 Kurva Panjang Gelombang Maksimum Pereduksi SnCl<sub>2</sub>

Berdasarkan Gambar 4.1 dapat diketahui bahwa panjang gelombang maksimum dari kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi SnCl<sub>2</sub> yaitu 510 nm dengan absorbansi sebesar 0,711. Gambar 4.2 adalah kurva panjang gelombang maksimum kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub> memiliki rentang 400-600 nm dengan interval 1 nm.



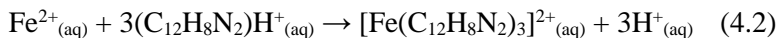
Gambar 4. 2 Kurva Panjang Gelombang Maksimum Pereduksi  $C_6H_8N_2$

Berdasarkan Gambar 4.2 dapat diketahui bahwa panjang gelombang maksimum dari kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi  $C_6H_8N_2$  yaitu 510 nm dengan absorbansi sebesar 0,741. Oleh karena itu, untuk pengujian selanjutnya dilakukan pada panjang gelombang 510 nm.

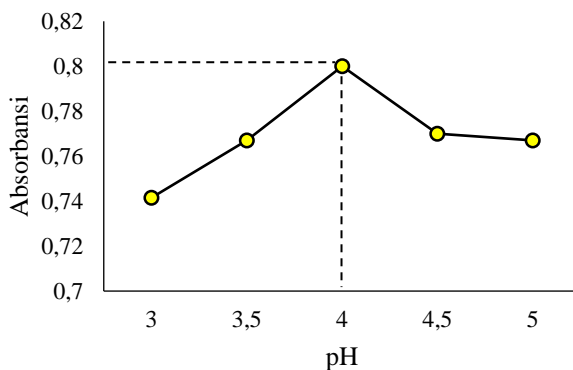
#### 4.2 Penentuan pH Optimum

Larutan kompleks Fe(II)-Fenantrolin stabil dalam kondisi asam maupun basa yaitu rentang 2-9. Penentuan pH optimum dilakukan pada kondisi asam karena pada kondisi basa terdapat ion  $OH^-$ . Ion  $OH^-$  termasuk salah satu ligan yang dapat berkompetisi dengan ligan 1,10-Fenantrolin dalam pembentukan kompleks  $[Fe(C_{12}H_8N_2)_3]^{2+}$  (Pangastuti dkk., 2017). Sifat ligan 1,10-Fenantrolin lebih kuat dibandingkan dengan ligan  $OH^-$  sehingga ligan  $OH^-$  dapat mendesak dan menggantikan satu molekul ligan 1,10-Fenantrolin dan membentuk senyawa kompleks  $[(Fe(C_{12}H_8N_2)_2(OH)_2]$  (Pangastuti dkk., 2017).

Berikut ini adalah ligan 1,10-Fenantrolin dalam suasana asam:

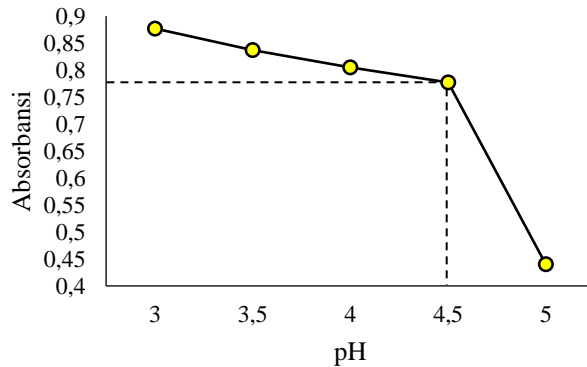


Penentuan pH optimum dilakukan untuk mendapatkan pH yang paling baik dalam menjaga kestabilan kompleks Fe(II)-Fenantrolin. Variasi buffer asetat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu 3,0; 3,5; 4,0; 4,5; dan 5,0 untuk mengetahui pengaruhnya terhadap absorbansi dari larutan kompleks Fe(II)-Fenantrolin yang diukur pada panjang gelombang maksimum 510 nm. Gambar 4.3 adalah kurva penentuan pH optimum larutan untuk mereduksi Fe(III) menjadi Fe(II) dengan pereduksi  $\text{SnCl}_2$ .



Gambar 4. 3 Kurva Penentuan pH Optimum Pereduksi  $\text{SnCl}_2$

Berdasarkan Gambar 4.3 menunjukkan bahwa pH optimum berada pada pH 4 dengan absorbansi sebesar 0,800 dan memiliki *Standard Deviation* (SD) = 0. Gambar 4.4 adalah kurva penentuan pH optimum larutan untuk mereduksi Fe(III) menjadi Fe(II) dengan pereduksi  $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ .



Gambar 4. 4 Kurva Penentuan pH Optimum Pereduksi  $C_6H_8N_2$

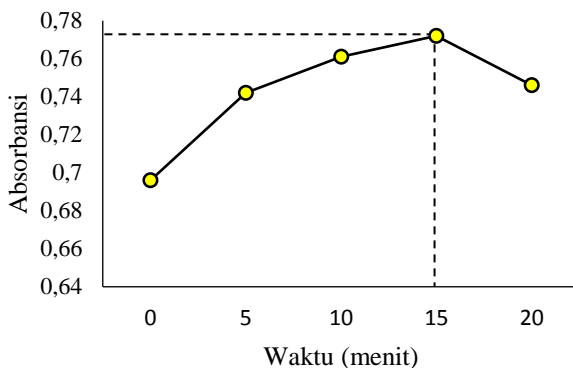
Berdasarkan Gambar 4.4 menunjukkan bahwa pH optimum berada pada pH 4,5 dengan absorbansi sebesar 0,777 dan memiliki nilai *Standard Deviation* (SD) = 0.

Pada pereduksi  $SnCl_2$ , sebelum pH 4 absorbansi kurang optimum dikarenakan masih ada pengaruh Fe(II) yang belum terkompleks sempurna dengan ligan 1,10-Fenantrolin sehingga kompleks yang terbentuk kurang stabil. Sedangkan, pada pereduksi  $C_6H_8N_2$ , sebelum pH 4,5 absorbansi yang didapatkan terlalu besar dikarenakan konsentrasinya terlalu pekat sehingga melebihi range absorbansi 0,2-0,8 yang ada pada sinar UV-Tampak.

#### 4.3 Penentuan Waktu Optimum

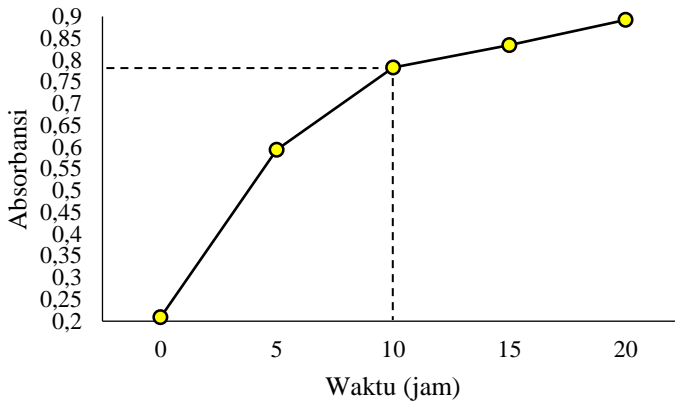
Penentuan waktu optimum bertujuan untuk mengetahui berapa lama waktu yang digunakan agar Fe(II) dapat berikatan dengan ligan 1,10-Fenantrolin untuk membentuk kompleks Fe(II)-Fenantrolin. Waktu pendiaman merupakan salah satu faktor yang mempengaruhi reaksi pembentukan kompleks yang stabil. Larutan Fe(III) direduksi menggunakan pereduksi  $SnCl_2$  atau  $C_6H_8N_2$

kemudian dikomplekskan dengan 1,10-Fenantrolin sehingga membentuk larutan berwarna yang stabil. Variasi waktu yang digunakan pada penelitian ini untuk pereduksi  $\text{SnCl}_2$  yaitu 0, 5, 10, 15, dan 20 menit pada keadaan pH optimum 4. Sedangkan variasi waktu yang digunakan untuk pereduksi  $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$  yaitu 0, 5, 10, 15, dan 20 jam pada keadaan pH optimum 4,5. Penentuan waktu optimum diukur menggunakan panjang gelombang 510 nm. Gambar 4.5 adalah kurva waktu optimum untuk mereduksi Fe(III) menjadi Fe(II) dengan pereduksi  $\text{SnCl}_2$



Gambar 4. 5 Kurva Waktu Optimum Pereduksi  $\text{SnCl}_2$

Berdasarkan Gambar 4.5 menunjukkan bahwa waktu optimum untuk mereduksi Fe(III) menjadi Fe(II) dengan pereduksi  $\text{SnCl}_2$  membentuk kompleks Fe(II)-Fenantrolin yaitu 15 menit dengan absorbansi 0,772 dan SD sebesar  $1,41 \times 10^{-3}$  diukur menggunakan panjang gelombang 510 nm, hal ini menunjukkan bahwa kompleks Fe(II)-Fenantrolin tidak stabil dan mulai rusak karena absorbansi setelah mencapai waktu optimum mengalami penurunan. Gambar 4.6 adalah kurva waktu optimum untuk mereduksi Fe(III) menjadi Fe(II) dengan pereduksi  $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$



Gambar 4. 6 Kurva Penentuan Waktu Optimum Pereduksi  $C_6H_8N_2$

Berdasarkan Gambar 4.6 menunjukkan bahwa waktu optimum untuk mereduksi  $Fe^{3+}$  menjadi  $Fe^{2+}$  dengan pereduksi  $C_6H_8N_2$  membentuk kompleks Fe(II)-Fenantrolin yaitu 10 jam dengan absorbansi 0,783 dan SD sebesar 0 diukur menggunakan panjang gelombang 510 nm. Dapat dilihat kurva diatas bahwa semakin lama waktu maka absorbansi semakin tinggi, hal ini menunjukkan bahwa sampel tersebut semakin pekat. Waktu yang digunakan pada saat penentuan panjang gelombang maksimum yaitu 15 jam, namun ketika pada penentuan waktu optimum, pada waktu 10 jam absorbansi yang didapatkan sudah tinggi yang masih masuk pada range 0,2-0,8 yaitu 0,783. Sedangkan pada waktu 15 jam, absorbansi yang didapatkan sudah melewati range 0,2-0,8 yaitu 0,834 sehingga tidak dipilih sebagai waktu optimum.

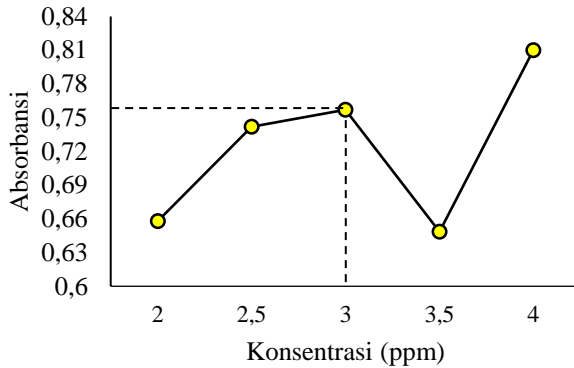
Pendiaman larutan untuk mereduksi Fe(III) menjadi Fe(II) yang kemudian dikomplekskan dengan 1,10-Fenantrolin untuk pereduksi  $SnCl_2$  selama 15 menit dan  $C_6H_8N_2$  selama 10 jam. Data-data yang telah diperoleh, selanjutnya digunakan untuk

menghitung *Relative Standard Deviation* (RSD) dan *Coefficient of Variation* (CV) untuk mengetahui tingkat presisi dari metode penelitian ini. Pereduksi  $\text{SnCl}_2$  mempunyai nilai RSD dan CV yang baik yaitu nilai RSD sebesar 1,82 ppt dan nilai CV sebesar 0,182% karena nilai RSD < 20 ppt dan CV < 2%. Pereduksi  $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$  juga mempunyai nilai RSD dan CV yang baik yaitu nilai RSD sebesar 0 ppt dan nilai CV sebesar 0% karena nilai RSD < 20 ppt dan CV < 2%. Sehingga waktu pendiaman 15 menit untuk pereduksi  $\text{SnCl}_2$  dan waktu pendiaman 10 jam untuk pereduksi  $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$  dapat digunakan untuk pengukuran selanjutnya.

#### **4.4 Penentuan Konsentrasi Optimum**

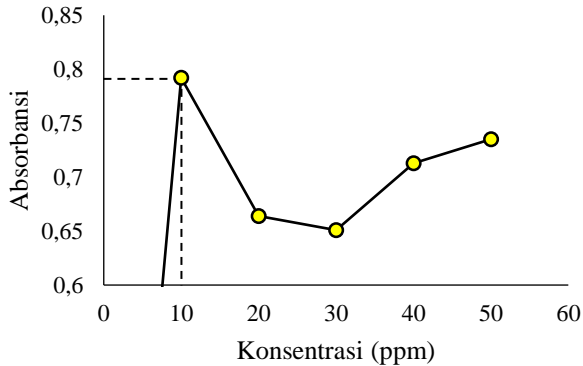
Penentuan konsentrasi optimum bertujuan untuk mengetahui konsentrasi yang baik untuk mereduksi Fe(III) menjadi Fe(II). Penentuan konsentrasi optimum juga berpengaruh pada banyaknya ion  $\text{Fe}^{2+}$  yang tereduksi dalam pembentukan Fe(II)-Fenantrolin yang stabil. Variasi yang digunakan pada penelitian ini untuk pereduksi  $\text{SnCl}_2$  yaitu 2; 2,5; 3; 3,5; dan 4 ppm. Sedangkan, variasi yang digunakan untuk pereduksi  $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$  yaitu 10, 20, 30, 40, dan 50 ppm.

Konsentrasi larutan Fe(III) yang digunakan untuk menentukan konsentrasi optimum yaitu 5 ppm. Larutan Fe(III) ditambahkan pereduksi  $\text{SnCl}_2$  atau  $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$  dengan beberapa variasi kemudian dikomplekskan dengan 1,10-Fenantrolin. Setelah itu, ditambahkan pH optimum yaitu 4, aseton dan aqua DM hingga tanda batas selama waktu optimum yaitu 15 menit untuk pereduksi  $\text{SnCl}_2$ . Sedangkan, untuk pereduksi  $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ , pH optimum yang dipakai yaitu pH 4,5 selama waktu optimum yaitu 10 jam. Penentuan konsentrasi optimum diukur menggunakan panjang gelombang 510 nm. Gambar 4.7 adalah kurva penentuan konsentrasi optimum pada pereduksi  $\text{SnCl}_2$ .



Gambar 4. 7 Kurva Penentuan Konsentrasi Pereduksi  $\text{SnCl}_2$

Berdasarkan Gambar 4.7 menunjukkan bahwa konsentrasi optimum untuk pereduksi  $\text{SnCl}_2$  yaitu pada konsentrasi 3 ppm memiliki absorbansi 0,757 dan nilai  $\text{SD} = 0$ . Gambar 4.8 adalah kurva penentuan konsentrasi optimum pada pereduksi  $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$



Gambar 4. 8 Kurva Penentuan Konsentrasi Optimum Pereduksi  $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$

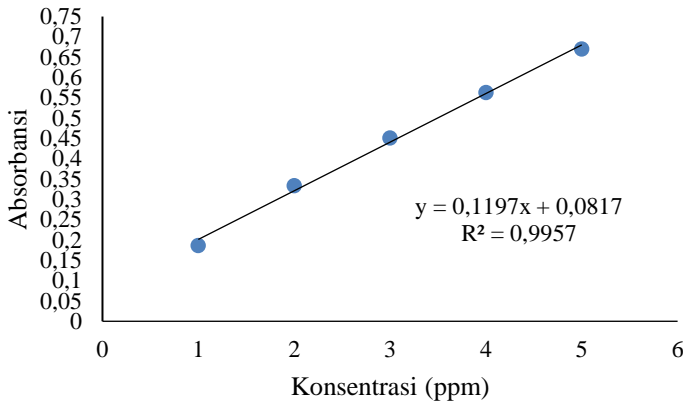


Berdasarkan Gambar 4.8 menunjukkan bahwa konsentrasi optimum untuk pereduksi  $C_6H_8N_2$  yaitu pada konsentrasi 10 ppm memiliki absorbansi 0,792 dan nilai  $SD = 0$ . Pada Gambar 4.7 menunjukkan bahwa kurva tersebut pada konsentrasi 4 ppm memiliki absorbansi yang tinggi, namun absorbansi tersebut melewati range 0,2-0,8 yaitu 0,810 sehingga tidak dipilih sebagai konsentrasi optimum. Pada Gambar 4.7 dan Gambar 4.8 dapat dilihat bahwa absorbansi yang didapatkan kurang optimum karena masih terdapat ion  $Fe^{2+}$  yang belum tereduksi sehingga kompleks Fe(II)-Fenantrolin yang terbentuk hanya sedikit. Setelah didapatkan konsentrasi optimum, terjadi penurunan absorbansi akibat pereduksi yang digunakan berlebih sehingga dapat berkompetisi dengan pengompleks 1,10-Fenantrolin yang dapat mempengaruhi pembentukan kompleks Fe(II)-Fenantrolin. Data-data yang diperoleh dapat digunakan untuk menghitung RSD dan CV. Nilai RSD dan CV untuk pereduksi  $SnCl_2$  secara berturut-turut 0 ppt dan 0%. Sedangkan nilai RSD dan CV untuk pereduksi  $C_6H_8N_2$  secara berturut-turut adalah 0 ppt dan 0%. Dari hasil tersebut, dapat dinyatakan bahwa data penelitian ini baik dan dapat digunakan untuk pengukuran selanjutnya dikarenakan memenuhi syarat batas nilai yang dapat diterima untuk  $RSD < 20$  ppt dan untuk  $CV < 2\%$ .

#### **4.5 Penentuan Kurva Kalibrasi**

Kurva kalibrasi merupakan suatu garis yang diperoleh dari titik-titik yang menyatakan suatu konsentrasi terhadap absorbansi yang diserap setelah dilakukan analisa regresi linier. Penentuan kurva kalibrasi dibuat dengan cara memvariasikan konsentrasi  $Fe^{3+}$  yaitu 0, 1, 2, 3, 4, dan 5 ppm. Penentuan kurva kalibrasi untuk pereduksi  $SnCl_2$  dilakukan pada pH optimum yaitu 4, waktu optimum yaitu 15 menit, dan konsentrasi optimum yaitu 3 ppm. Sedangkan untuk pereduksi  $C_6H_8N_2$  dilakukan pada pH

optimum yaitu 4,5, waktu optimum yaitu 10 jam, dan konsentrasi optimum yaitu 10 ppm. Kurva kalibrasi pada pereduksi  $\text{SnCl}_2$  dapat dilihat pada Gambar 4.9

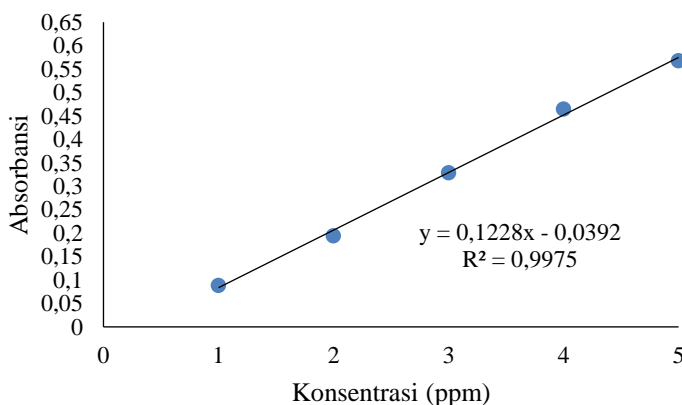


Gambar 4. 9 Kurva Penentuan Regresi Linier Pereduksi  $\text{SnCl}_2$

Berdasarkan Gambar 4.9 menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi Fe(III) semakin besar pula absorbansinya dan warna larutan semakin pekat, sehingga menghasilkan titik-titik yang dapat membentuk suatu garis yaitu garis linier. Kurva kalibrasi yang dihasilkan pada pereduksi  $\text{SnCl}_2$  memiliki persamaan garis  $y = 0,1197x + 0,0817$  serta memiliki  $r^2$  sebesar 0,9957, sedangkan koefisien korelasi yang diperoleh dari perhitungan sebesar 0,9978. Nilai koefisien korelasi ( $r$ ) bernilai +1 hingga -1. Nilai +1 menunjukkan korelasi sempurna dengan kemiringan (*slope*) positif, nilai -1 menunjukkan korelasi sempurna dengan kemiringan (*slope*) negatif, dan nilai 0 menunjukkan tidak ada korelasi antara konsentrasi dan absorbansi. Nilai R pada penelitian ini dikatakan variabel searah

dan memiliki kemiringan (*slope*) positif karena nilai tersebut mendekati +1.

Kurva kalibrasi juga dapat dianalisis dengan uji-t yang berfungsi untuk mengetahui pengaruh antar dua variabel. Variabel yang dimaksud yaitu antara konsentrasi dan absorbansi. Uji ini membandingkan nilai  $t_{hitung}$  dengan  $t_{tabel}$ , dengan  $H_0$  menunjukkan bahwa tidak adanya pengaruh antara dua variabel dan  $H_1$  menunjukkan adanya pengaruh antara dua variabel.  $H_0$  dapat diterima apabila  $t_{hitung} < t_{tabel}$ , sedangkan  $H_1$  dapat diterima apabila  $t_{hitung} > t_{tabel}$ . Hasil dari kurva kalibrasi diketahui memiliki  $t_{hitung}$  sebesar 22,3115 dan  $t_{tabel}$  sebesar 3,18 pada selang kepercayaan 95% dan  $n = 3$ . Artinya  $H_0$  ditolak dan  $H_1$  diterima, sehingga dapat disimpulkan bahwa ada pengaruh antara konsentrasi dan absorbansi dengan pereduksi  $SnCl_2$ . Kurva kalibrasi pada pereduksi  $C_6H_8N_2$  dapat dilihat pada Gambar 4.10



Gambar 4. 10 Kurva Penentuan Regresi Linier Pereduksi  $C_6H_8N_2$

Berdasarkan Gambar 4.9 menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi  $Fe(III)$  semakin besar pula absorbansinya dan

warna larutan semakin pekat, sehingga menghasilkan titik-titik yang dapat membentuk suatu garis yaitu garis linier. Kurva kalibrasi yang dihasilkan pada pereduksi  $C_6H_8N_2$  memiliki persamaan garis  $y = 0,1228x - 0,0392$  serta memiliki  $R^2$  sebesar 0,9975, sedangkan koefisien korelasi yang diperoleh dari perhitungan sebesar 0,9987. Nilai koefisien korelasi ( $r$ ) bernilai +1 hingga -1. Nilai +1 menunjukkan korelasi sempurna dengan kemiringan (*slope*) positif, nilai -1 menunjukkan korelasi sempurna dengan kemiringan (*slope*) negatif, dan nilai 0 menunjukkan tidak ada korelasi antara konsentrasi dan absorbansi. Nilai R pada penelitian ini dikatakan variabel searah dan memiliki kemiringan (*slope*) positif karena nilai tersebut mendekati +1.

Kurva kalibrasi juga dapat dianalisis dengan uji-t yang berfungsi untuk mengetahui pengaruh antar dua variabel. Variabel yang dimaksud yaitu antara konsentrasi dan absorbansi. Uji ini membandingkan nilai  $t_{hitung}$  dengan  $t_{tabel}$ , dengan  $H_0$  menunjukkan bahwa tidak adanya pengaruh antara dua variabel dan  $H_1$  menunjukkan adanya pengaruh antara dua variabel.  $H_0$  dapat diterima apabila  $t_{hitung} < t_{tabel}$ , sedangkan  $H_1$  dapat diterima apabila  $t_{hitung} > t_{tabel}$ . Hasil dari kurva kalibrasi diketahui memiliki  $t_{hitung}$  sebesar 34,5959 dan  $t_{tabel}$  sebesar 3,18 pada selang kepercayaan 95% dan  $n = 3$ . Artinya  $H_0$  ditolak dan  $H_1$  diterima, sehingga dapat disimpulkan bahwa ada pengaruh antara konsentrasi dan absorbansi dengan pereduksi  $C_6H_8N_2$ .

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

Dari hasil penelitian diatas, dapat disimpulkan bahwa pereduksi  $\text{SnCl}_2$  dan  $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$  dapat digunakan untuk menganalisis kadar besi menggunakan metode spektrofotometer UV-Vis. Pereduksi  $\text{SnCl}_2$  memiliki keunggulan yaitu waktu optimum yang digunakan untuk analisis kadar besi hanya 15 menit dengan absorbansi 0,772, sedangkan waktu optimum pada pereduksi  $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$  yaitu 10 jam dengan absorbansi 0,783. Selain waktu optimum yang berbeda, pH optimum, konsentrasi optimum,  $r^2$ , dan *%recovery* juga berbeda. Namun perbedaan tersebut tidak terlalu jauh. Pereduksi  $\text{SnCl}_2$  memiliki pH optimum yaitu 4 dengan absorbansi 0,800, konsentrasi optimum yaitu 3 ppm dengan absorbansi 0,757,  $r^2 = 0,9957$ , dan *%recovery* 140,13%. Sedangkan, pereduksi  $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$  memiliki pH optimum yaitu 4,5 dengan absorbansi 0,777, konsentrasi optimum yaitu 10 ppm dengan absorbansi 0,792,  $r^2 = 0,9975$ , dan *%recovery* 135,37%. Dari hasil tersebut, dapat disimpulkan bahwa  $\text{SnCl}_2$  lebih baik digunakan daripada  $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ .

#### **5.2 Saran**

Penelitian ini dapat dikembangkan dengan menggunakan pereduksi lain pada analisis kadar besi (Fe).

*“Halaman ini sengaja dikosongkan”*

## DAFTAR PUSTAKA

- Afifah, S. P. (2016). Validasi Metode Penetapan Kadar Asam Amino Hidroksiprolin Menggunakan Metode Spektrofotometri UV-Vis. Jakarta: Skripsi Farmasi UIN Syarif Hidayatullah Jakarta.
- Amrin, Dita, A. (2013). Analisis Besi (Fe) dan Aluminium (Al) dalam Tanah Lempung Secara Spektrofotometri Serapan Atom. Prosiding Semirata FMIPA Universitas Lampung. Padang : Kimia FMIPA Universitas Negeri Padang.
- Arikalang, T. G., Sri, S., dan Johnly, A. R. (2018). Optimasi dan Validasi Metode Analisis dalam Penentuan Kandungan Total Fenolik pada Ekstrak Daun Gedi Hijau (*Abelmoschus manihot* L.) yang Diukur dengan Spektrofotometer UV-Vis. *Jurnal Ilmiah Farmasi*. Manado: Farmasi dan Kimia UNSRAT Manado. 7, (3), 1-20.
- Budari, M. K. S., Dewantara, IG. N. A., dan Wijayanti, N. P. A. D. (2015). Validasi Metode Analisis Penetapan Kadar  $\alpha$ -*Mangostin* Pada Gel Ekstrak Kulit Buah Manggis (*Garcinia mangostana* L.) dengan KLT Spektrofotometri. *Jurnal Farmasi Udayana*. 4, (2), 1-100.
- Christianty, M. A., Yohanes M., dan Cucun A. R. (2018). Validasi Metode Analisis Amilosa Secara Spektrofotometri Ultraviolet-Visible (UV-Vis) dalam Singkong. Salatiga: Kimia UKSW Salatiga.
- Darmapatni, K. A. G., Achmad B., dan Ni M. S. (2016). Pengembangan Metode GC-MS Untuk Penetapan Kadar Acetaminophen Pada Spesimen Rambut Manusia. *Jurnal Biosains Pascasarjana*. Surabaya: Program Studi Magister Ilmu Forensik UNAIR. 18, (3).

- Dianawati, N., Raden, D. S. (2015). Penentuan Kadar Besi Selama Fase Pematangan Padi Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis. *Jurnal Sains dan Seni ITS*. 4, (2), 2337-3520.
- Fa'izzah, M. Dan Kristian H. S. (2016). Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Kobalt (II) dengan Ligan 1,10-Fenantrolin dan Anion Trifluorometanasulfonat. Yogyakarta : Skripsi. Jurusan Kimia UNY.
- Handayani, T., Lia D., Nora I. (2018). Perbandingan Pengompleks Kalium Tiosianat dan 1,10-Fenantrolin Pada Penentuan Kadar Besi dengan Spektrofotometer UV-Vis. *Jurnal Kimia Khatulistiwa*. 7, (2), 47-53.
- Kuntari dkk. (2017). Verifikasi Metode Penentuan Asetosal dalam Obat Sakit Kepala dengan Metode Spektrofotometer UV. *Jurnal Sains dan Teknologi*. Yogyakarta : Analisis Kimia UII Yogyakarta. 6, (1), 31-40.
- Kusyanto, A. dan Kristian H. S. (2017). Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Besi (III) dengan Ligan 1,10-Fenantrolin dan Anion Trifluorometanasulfonat. *Jurnal Kimia Dasar*. (6), 51-58.
- Liyana, D. E. dan Djarot S. (2010). Optimasi pH Buffer dan Konsentrasi Larutan Pereduksi Natrium Tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) dan Timah (II) Klorida ( $\text{SnCl}_2$ ) dalam Penentuan Kadar Besi Secara Spektrofotometri UV-Vis. Surabaya : Skripsi Kimia ITS
- MSDS. (2007). [www.fishersci.com](http://www.fishersci.com). Diakses pada tanggal 14 Juni 2019 pukul 7.28
- MSDS. (2012). [www.labchem.com](http://www.labchem.com). Diakses pada tanggal 13 Juni 2019 pukul 18.32
- Morti, T., Lia, D., dan Nora, I. (2018). Penentuan Kadar Besi (Fe) Pada Air Gambut Menggunakan Spektrofotometer Ultra Violet-Visible dengan Perbandingan Pengompleks

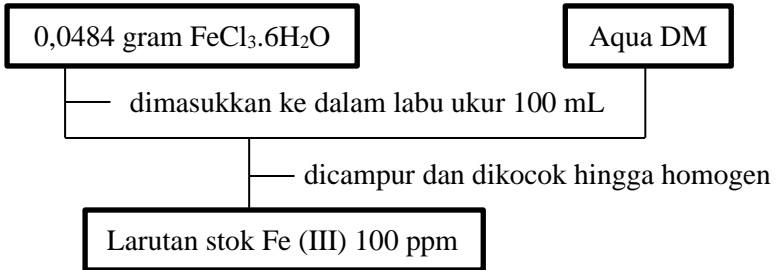


- Fenantrolin dan Alizarin Red S. *Jurnal Kimia Khatulistiwa*. Tanjungpura : Kimia FMIPA Universitas Tanjungpura. 7, (3), 109-117.
- Napitupulu, D. S. (2018). Sintesis Basa Schiff Hasil Kondensasi Fenilhidrazin dengan Furfural dari Tongkol Jagung serta Pemanfaatannya sebagai Inhibitor Korosi pada Logam Seng (Zn). Medan : Skripsi S1 Kimia USU.
- Nurhaini, R. Arief, A. (2016). Analisa Logam Besi (Fe) di Sungai Pasar Daerah Belangwetan Klaten dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom. *Jurnal Ilmiah Manuntung*. Klaten : Farmasi Stikes Muhammadiyah. 2, (1), 39-43
- Octaviani, T., Any, G., dan Hari, S. (2014). Penetapan Kadar  $\beta$  Karoten pada Beberapa Jenis Cabe (Genus Capsicum) dengan Metode Spektrofotometri Tampak. 4, (2), 101-109.
- Pratama, B. R. (2016). Pemodelan Reaksi Esterifikasi dalam Sintesis Biodiesel Berbasis Campuran Minyak Non Pangan Secara Kontinyu dengan *Reactive Distillation* Menggunakan Katalis Timah (II) Klorida. Semarang : Skripsi Teknik Kimia UNNES Semarang
- Rahayu, S. A., Adhityawarman. (2014). Pemanfaatan Tongkol Jagung Sebagai Adsorben Besi pada Air Tanah. Tanjungpura : Kimia FMIPA Universitas Tanjungpura. 3, (3), 7-13.
- Sari, A. I. N., Kuntari. (2019). Penentuan Kafein dan Parasetamol dalam Sediaan Obat Sakit Kepala Secara Simultan Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis. *Journal of Chemical Analysis*. Yogyakarta: Kimia UII Yogyakarta. 2, (1), 20-27.
- Suhartati, T. (2017). Dasar-Dasar Spektrofotometri UV-Vis Dan Spektrometri Massa Untuk Penentuan Struktur Senyawa Organik. Lampung: AURA (Anugrah Utama Raharja).

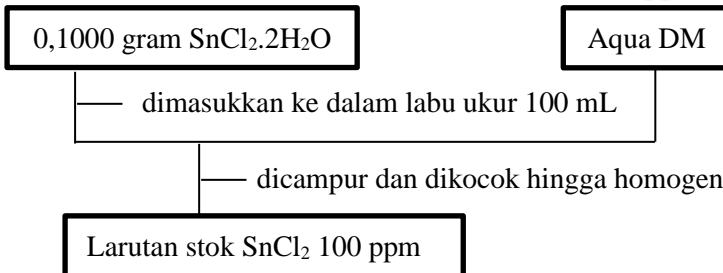
*“Halaman ini sengaja dikosongkan”*

## LAMPIRAN A SKEMA KERJA

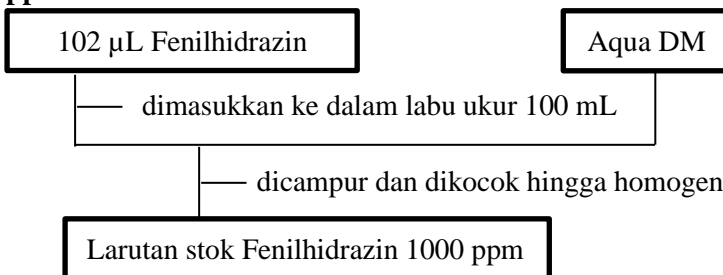
### A.1 Pembuatan Larutan Stok Fe (III) 100 ppm



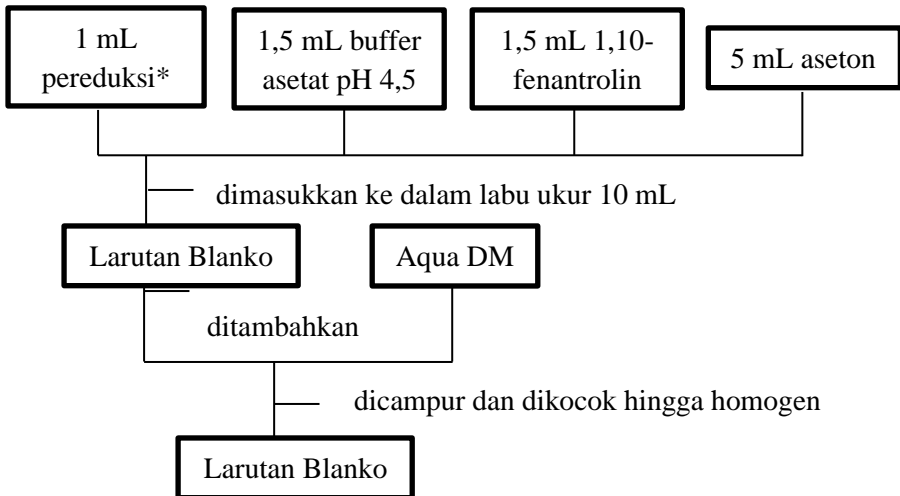
### A.2 Pembuatan Larutan Stok Pereduksi $\text{SnCl}_2$ 100 ppm



### A.3 Pembuatan Larutan Stok Pereduksi Fenilhidrazin 1000 ppm

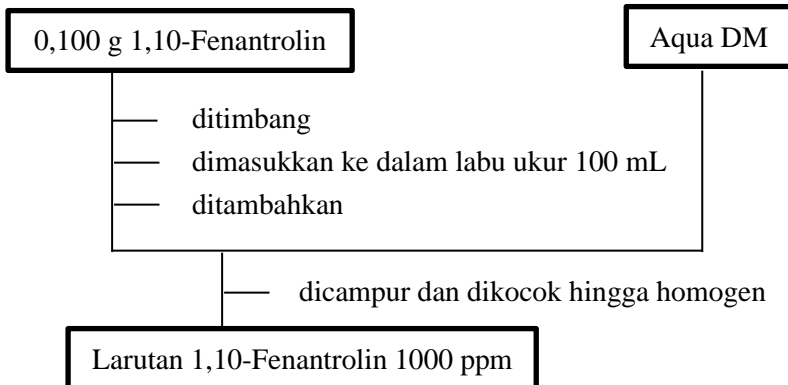


#### A.4 Pembuatan Larutan Blanko

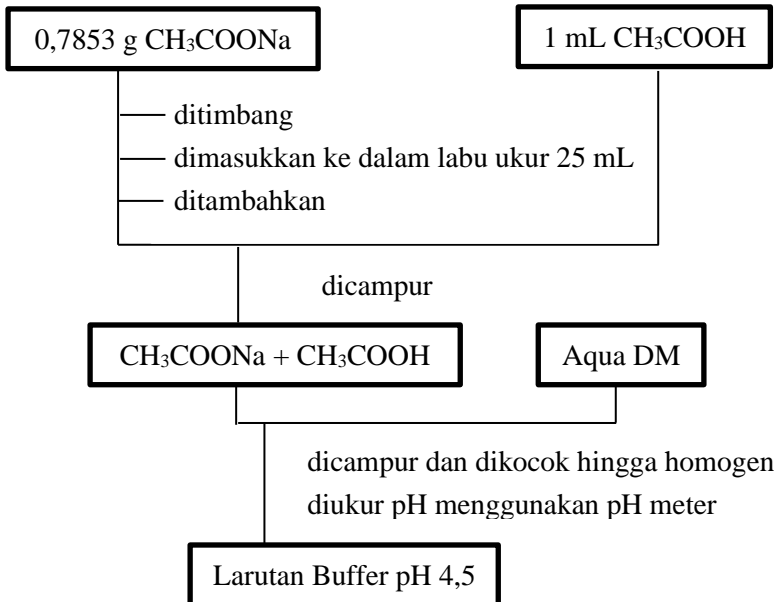


\*Pereduksi yang digunakan adalah  $\text{SnCl}_{2(\text{aq})}$  100 ppm dan

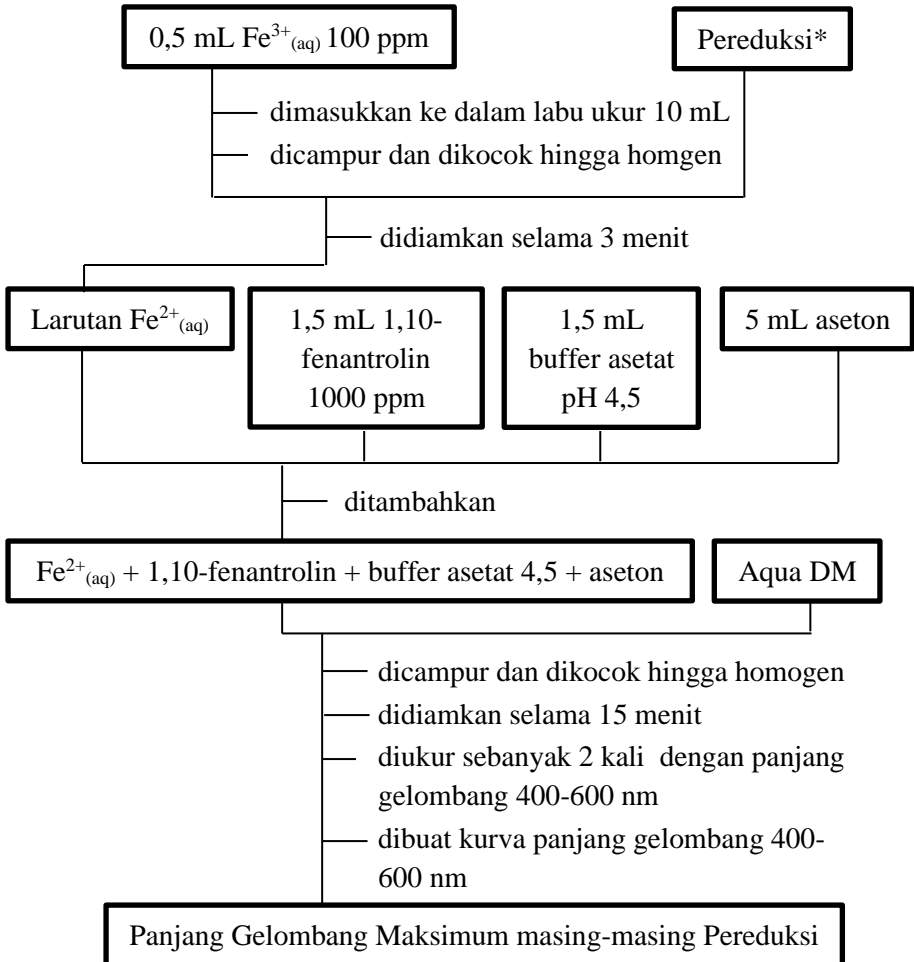
#### A.5 Pembuatan Larutan Stok 1,10-Fenantrolin 1000 ppm



### A.6 Pembuatan Larutan Stok Buffer Asetat pH 4,5



### A.7 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum dan Absorbansi

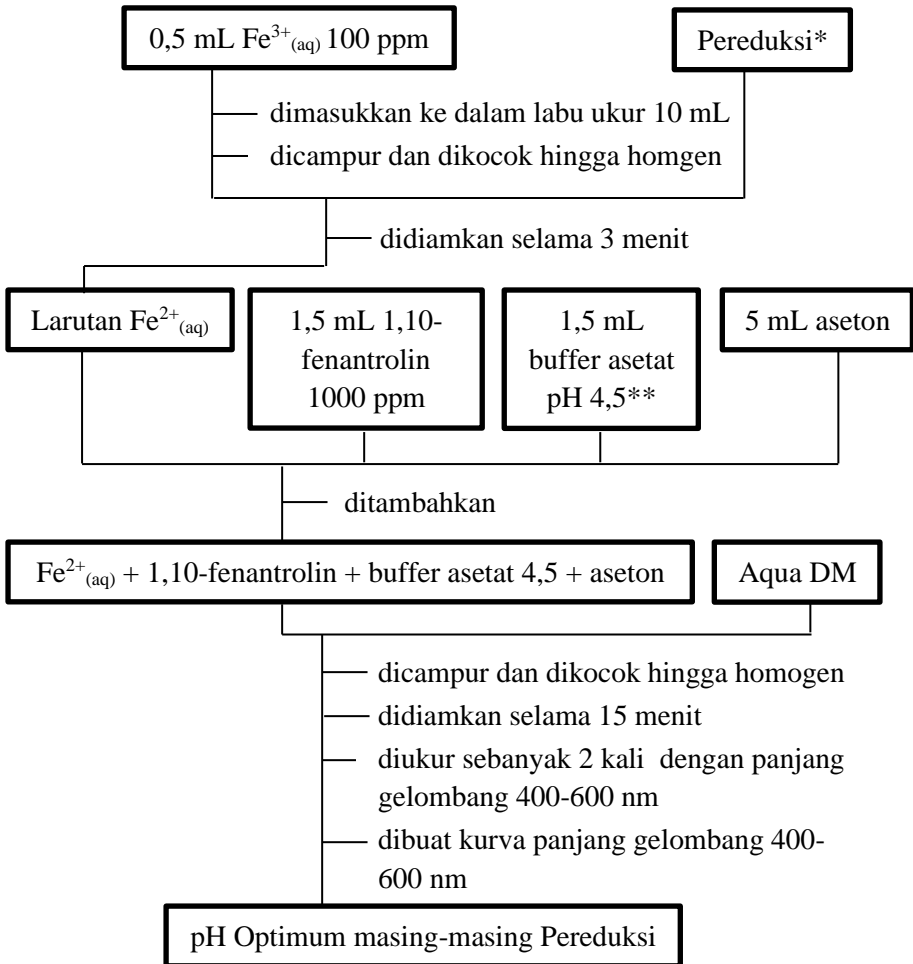


\*Pereduksi yang digunakan yaitu:

- SnCl<sub>2(aq)</sub> 100 ppm dengan volume 0,9 mL

- Fenilidrazin<sub>(aq)</sub> 1000 ppm dengan volume 1,1 mL

### A.8 Penentuan pH Optimum

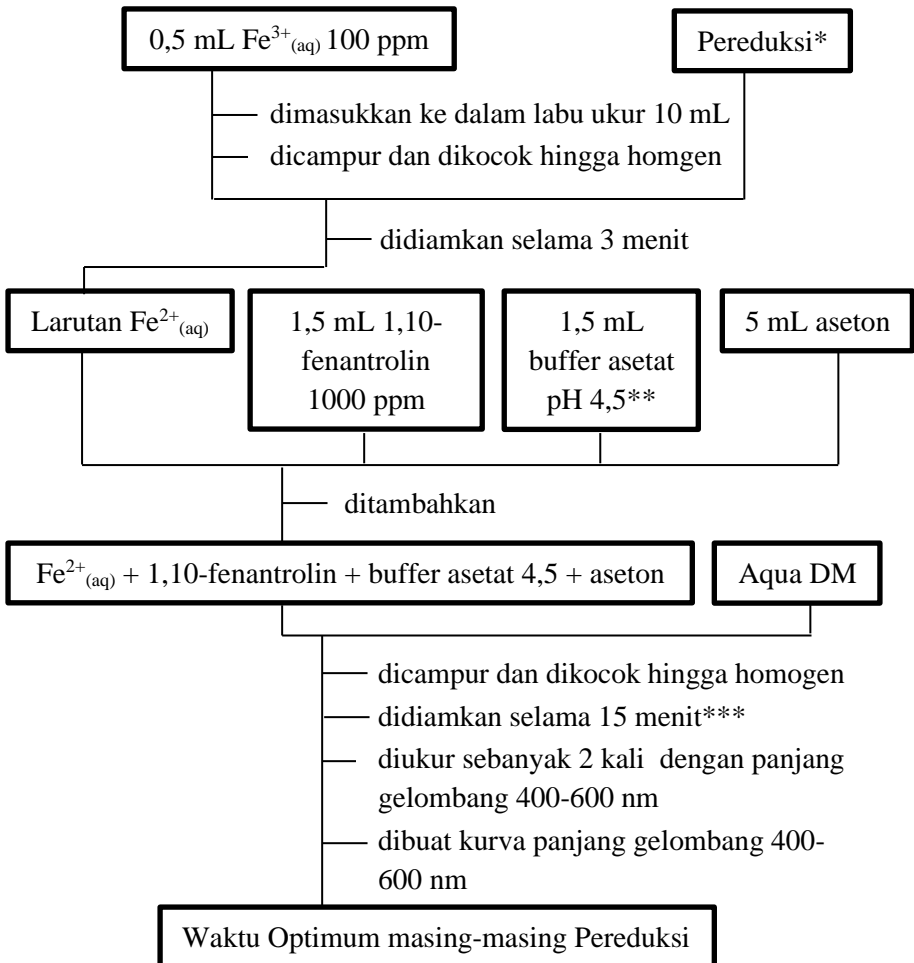


\*Pereduksi yang digunakan yaitu:

- SnCl<sub>2(aq)</sub> 100 ppm dengan volume 0,2 mL
- Fenilhidrazin<sub>(aq)</sub> 1000 ppm dengan volume 1,1 mL

\*\*Dilakukan variasi pH buffer asetat yaitu: 3; 3,5; 4; 4,5; 5

### A.9 Penentuan Waktu Optimum



\*Pereduksi yang digunakan yaitu:

- SnCl<sub>2(aq)</sub> 100 ppm dengan volume 0,2 mL
- Fenilhidrazin<sub>(aq)</sub> 1000 ppm dengan volume 1,1 mL

\*\*Buffer asetat yang digunakan untuk:

- SnCl<sub>2(aq)</sub> 100 ppm yaitu pH 4

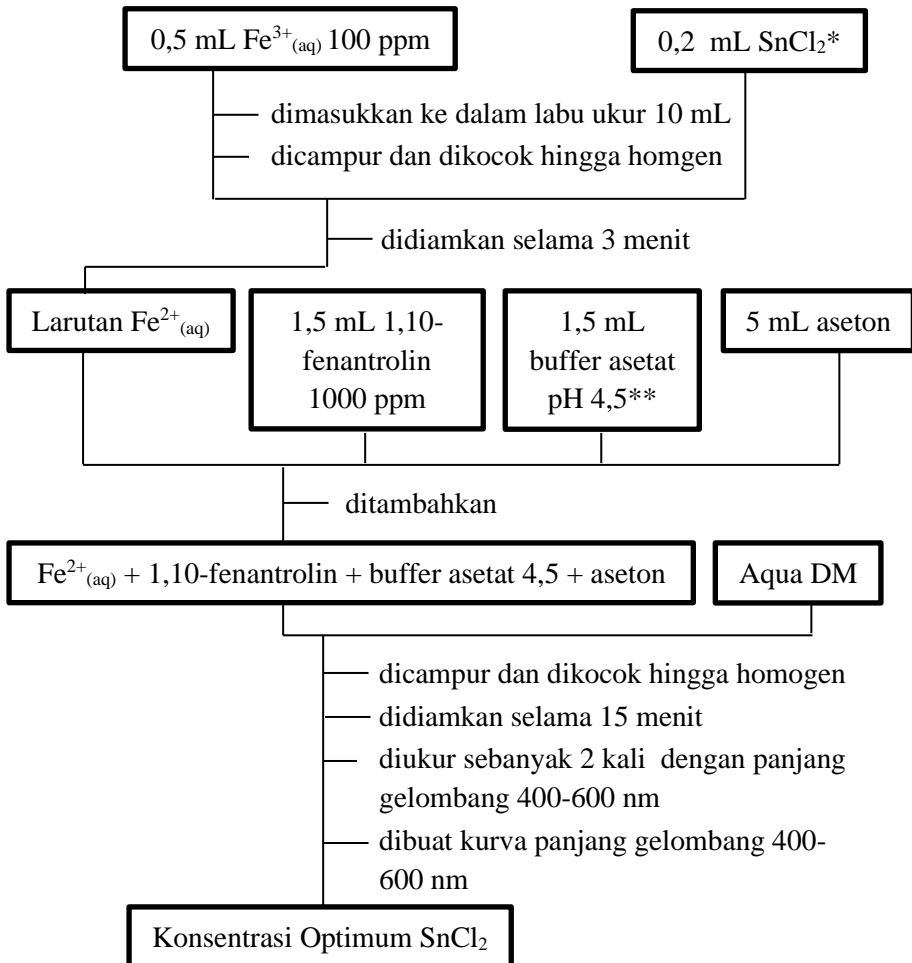


- Fenilhidrazin<sub>(aq)</sub> 1000 ppm yaitu pH 4,5

\*\*\*Dilakukan variasi waktu pendiaman pada pereduksi SnCl<sub>2(aq)</sub>  
yaitu: 0, 5, 10, 15, 20 menit

\*\*\*Dilakukan variasi waktu pendiaman pada pereduksi  
Fenilhidrazin<sub>(aq)</sub> yaitu: 0, 5, 10, 15, 20 jam

### A.10 Penentuan Konsentrasi SnCl<sub>2</sub>



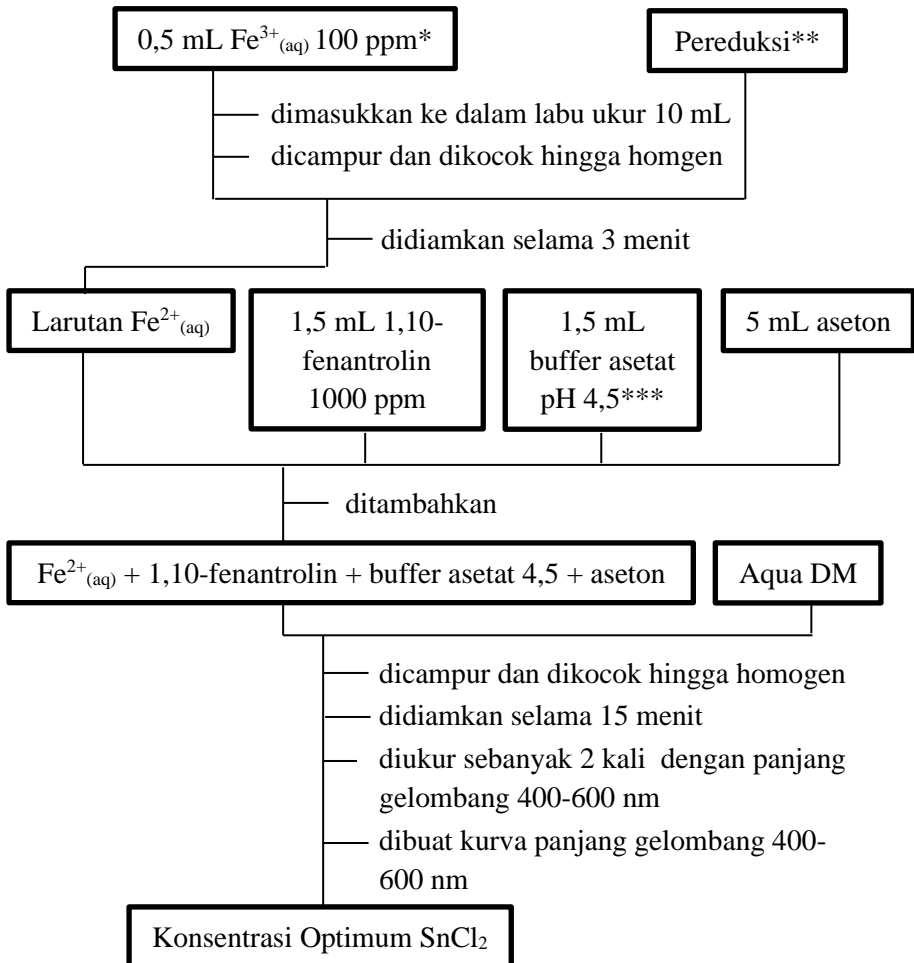
\*Dilakukan variasi konsentrasi optimum pada pereduksi  $\text{SnCl}_2$  yaitu: 1, 2, 3, 4, 5 ppm

\*Dilakukan variasi konsentrasi optimum pada pereduksi Fenilhidrazin yaitu: 10, 20, 30, 40, 50 ppm

\*\*Buffer asetat yang digunakan  $\text{SnCl}_{2(aq)}$  100 ppm yaitu pH 4

\*\*Buffer asetat yang digunakan Fenilhidrazin $_{(aq)}$  1000 ppm yaitu pH 4,5

### A.11 Penentuan Kurva Kalibrasi



\*Dilakukan variasi konsentrasi  $\text{Fe}^{3+}(\text{aq})$  100 ppm yaitu: 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5

\*\*Pereduksi yang digunakan yaitu:

- $\text{SnCl}_{2(\text{aq})}$  100 ppm dengan volume 0,3 mL
- Fenilhidrazin<sub>(aq)</sub> 1000 ppm dengan volume 0,1 mL

\*\*Buffer asetat yang digunakan untuk:

- $\text{SnCl}_{2(\text{aq})}$  100 ppm yaitu pH 4
- Fenilhidrazin<sub>(aq)</sub> 1000 ppm yaitu pH 4,5

## LAMPIRAN B

### PERHITUNGAN PEMBUATAN LARUTAN

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

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

$$\begin{aligned}
 \frac{\text{ppm Fe}}{\text{ppm FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} &= \frac{\text{Ar Fe}}{\text{Mr FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} \\
 \text{ppm FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} &= \frac{\text{ppm Fe} \times \text{Mr FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{\text{Ar Fe}} \\
 \text{ppm FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} &= \frac{100 \text{ ppm} \times 270,47 \text{ gr/mol}}{55,85 \text{ g/mol}} \\
 \text{ppm FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} &= 484,279 \text{ ppm} = 484,279 \text{ mg/L} \\
 \text{ppm FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} &= \frac{\text{massa FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{\text{Volume aqua DM}} \\
 484,279 \text{ mg/L} &= \frac{\text{massa FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{100 \text{ mL}} \\
 \text{Massa FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} &= 484,279 \text{ mg/L} \times 0,1 \text{ L} \\
 \text{Massa FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} &= 48,4279 \text{ mg} \\
 \text{Massa FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} &= 0,0484 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

Jadi, massa  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  yang dibutuhkan adalah sebanyak 0,0484 gram dalam 100 mL larutan untuk mendapatkan konsentrasi Fe (III) 100 ppm.

#### B.2 Pembuatan Larutan Stok Pereduksi $\text{SnCl}_2$ 100 ppm

Larutan  $\text{SnCl}_2$  100 ppm dibuat dari padatan kristal  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  yang dilarutkan dalam 100 mL aqua DM. Perhitungan berat  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  dapat dilihat sebagai berikut.

$$\begin{aligned}
 \text{ppm SnCl}_2 &= \frac{\text{massa SnCl}_2}{\text{massa total}} \times 10^6 \\
 100 &= \frac{x}{1000} \times 10^6 \\
 x &= \frac{100000}{10^6} = 0,1 \text{ g}
 \end{aligned}$$

Jadi, massa  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  yang dibutuhkan adalah sebanyak 0,1 gram dalam 100 mL larutan untuk mendapatkan konsentrasi 100 ppm.

Adapun  $\text{SnCl}_2$  divariasikan dengan konsentrasi 1; 2; 3; 4; dan 5 ppm yang dilakukan dengan menggunakan rumus sebagai berikut

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

$$100 \text{ ppm} \cdot V_1 = 2 \text{ ppm} \cdot 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,2 \text{ mL}$$

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

Konsentrasi Larutan $\text{SnCl}_2$ (ppm)	Volume ambil larutan $\text{SnCl}_2$ (mL)
2	0,2
2,5	0,25
3	0,3
3,5	0,35
4	0,4

Tabel B. 1 Volume Ambil Larutan  $\text{SnCl}_2$

### B.3 Pembuatan Larutan Stok Pereduksi Fenilhidrazin 1000 ppm

Larutan Fenilhidrazin 1000 ppm dibuat dari cairan pekat 98% Fenilhidrazin yang dilarutkan dalam 100 mL aqua DM. Perhitungan berat Fenilhidrazin dapat dilihat sebagai berikut.

$$\text{ppm Fenilhidrazin} = \frac{\text{Volume Fenilhidrazin}}{100 \text{ mL}} \times 10^6$$

$$\text{Volume Fenilhidrazin} = \frac{1000 \times 100}{10^6} \times \frac{100}{98} = 102 \mu\text{L}$$

Jadi, volume Fenilhidrazin yang dibutuhkan adalah sebanyak 102  $\mu\text{L}$  dalam 100 mL larutan untuk mendapatkan konsentrasi Fenilhidrazin 1000 ppm.

Adapun Fenilhidrazin divariasikan dengan konsentrasi 10; 20; 30; 40; dan 50 ppm yang dilakukan dengan menggunakan rumus sebagai berikut

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

$$1000 \text{ ppm} \cdot V_1 = 10 \text{ ppm} \cdot 10 \text{ mL}$$

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

Dengan cara yang sama dapat diketahui volume ambil larutan standar Fenilhidrazin 1000 ppm pada tabel berikut.

Konsentrasi Larutan Fenilhidrazin (ppm)	Volume ambil larutan Fenilhidrazin (mL)
10	0,1
20	0,2
30	0,3
40	0,4
50	0,5

Tabel B. 2 Volume Ambil Larutan C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>

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

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

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

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

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

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

$$\text{Massa 1,10-Fenantrolin} = 0,1 \text{ gram}$$

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

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

Larutan buffer asetat pH 4,5 dibuat dari padatan natrium asetat ( $\text{CH}_3\text{COONa}$ ) yang dilarutkan dalam 1 mL asam asetat glasial ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) dan aqua DM. Perhitungannya dapat dilihat berikut ini

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

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

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

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

Konsentrasi tersebut selanjutnya diubah dalam bentuk molaritas (M).

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

$$M \text{ CH}_3\text{COOH} = \frac{1038,5 \text{ gram/L}}{60,052 \text{ gram/mol}} = 17,30 \text{ mol/L} = 17,30M$$

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

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

$$M_1 \cdot 25 \text{ mL} = 17,30 \text{ mol/L} \cdot 1 \text{ mL}$$

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

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

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

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

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

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

$$[10^{-4,5}] = 1,75 \cdot 10^{-5} \left( \frac{0,01730 \text{ mol}}{x \text{ mol}} \right)$$

$$x = \frac{1,75 \cdot 10^{-5} \times 0,01730}{10^{-4,5}}$$

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

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

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

$$\text{Massa} = 0,00957 \text{ mol} \times 82,03 \text{ gram/mol} = 0,7835 \text{ gram}$$

Jadi,  $\text{CH}_3\text{COONa}$  trihidrat yang dibutuhkan adalah sebanyak 0,7835 gram untuk membuat larutan buffer asetat pH 4,5 yang nantinya akan ditambahkan 1 mL  $\text{CH}_3\text{COOH}$  dalam labu ukur 25 mL.



## LAMPIRAN C

### PERHITUNGAN LINIERITAS

#### C.1 Perhitungan Persamaan Regresi Linier Kurva

Berdasarkan hukum Lambert-Beer yang menyatakan:

$$A = \varepsilon \cdot b \cdot c$$

Dimana :

A adalah absorbansi

$\varepsilon$  adalah tetapan absorptivitas molar

b adalah tebal medium penyerap 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:

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

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

[Fe <sup>3+</sup> ] (ppm) (x)	Absorbansi (y)	(x <sup>2</sup> )	(x.y)
1,000	0,186	1,000	0,186
2,000	0,334	4,000	0,668
3,000	0,451	9,000	1,353
4,000	0,563	16,000	2,252
5,000	0,670	25,000	3,35
<b><math>\sum x = 15,000</math></b>	<b><math>\sum y = 2,204</math></b>	<b><math>\sum x^2 = 55,000</math></b>	<b><math>\sum x.y = 7,809</math></b>

Tabel C. 1 Perhitungan Persamaan Regresi Linier Kurva Kalibrasi dengan Pereduksi SnCl<sub>2</sub>

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

$$B = \frac{5(7,809) - (15 \times 2,204)}{(5 \times 55) - (15)^2}$$

$$B = \frac{39,045 - 33,06}{275 - 225}$$

$$B = \frac{5,985}{50} = 0,1197$$

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

$$A = \frac{2,204 - (0,1197 \times 15)}{5}$$

$$A = \frac{2,204 - 1,7955}{5}$$

$$A = \frac{0,4085}{5} = 0,0817$$

Persamaan regresi linier kurva kalibrasi larutan standar besi adalah :

$$y = Bx + A$$

$$y = 0,1197x + 0,0817$$

[Fe <sup>3+</sup> ] (ppm) (x)	Absorbansi (y)	(x <sup>2</sup> )	(x.y)
1,000	0,089	1,000	0,089
2,000	0,195	4,000	0,390
3,000	0,329	9,000	0,987
4,000	0,465	16,000	1,860
5,000	0,568	25,000	2,840
<b>Σx = 15,000</b>	<b>Σy = 1,646</b>	<b>Σx<sup>2</sup> = 55,000</b>	<b>Σx.y = 6,166</b>

Tabel C. 2 Perhitungan Persamaan Regresi Linier Kurva Kalibrasi dengan Pereduksi C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>

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

$$B = \frac{5(6,166) - (15 \times 1,646)}{(5 \times 55) - (15)^2}$$

$$B = \frac{30,83 - 24,69}{275 - 225}$$

$$B = \frac{6,14}{50} = 0,1228$$

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

$$A = \frac{1,646 - (0,1228 \times 15)}{5}$$

$$A = \frac{1,646 - 1,842}{5}$$

$$A = \frac{-0,196}{5} = -0,0392$$

Persamaan regresi linier kurva kalibrasi larutan standar besi adalah:

$$y = Bx + A$$

$$y = 0,1228x - 0,0392$$

## C.2 Perbandingan Koefisien Korelasi Kurva Kalibrasi

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

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

Keterangan:  $r$  adalah koefisien korelasi

$y$  adalah absorbansi

$\bar{x}$  adalah rata-rata konsentrasi besi (III)

$\bar{y}$  adalah rata-rata absorbansi

x	y	$(x-\bar{x})^2$	$(y-\bar{y})^2$	$(x-\bar{x})(y-\bar{y})$
1,000	0,186	4	0,06492304	0,5096
2,000	0,334	1	0,01140624	0,1068
3,000	0,451	0	1,0404x10 <sup>-4</sup>	0
4,000	0,563	1	0,01493284	0,1222
5,000	0,670	4	0,05253264	0,4584
$\bar{x} = 3$	$\bar{y} = 0,4408$	$\Sigma = 10$	$\Sigma = 0,1438988$	$\Sigma = 1,197$

Tabel C. 3 Data Perhitungan Koefisien Korelasi Kurva Kalibrasi dengan Pereduksi SnCl<sub>2</sub>

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

$$r = \frac{1,197}{\sqrt{(10 \times 0,1438988)}}$$

$$r = \frac{1,197}{\sqrt{1,438988}}$$

$$r = \frac{1,197}{1,199578259}$$

$$r = 0,9978506955$$

$$r^2 = 0,9957$$

x	y	$(x-\bar{x})^2$	$(y-\bar{y})^2$	$(x-\bar{x})-(y-\bar{y})$
1,000	0,089	4	0,05769604	0,4804
2,000	0,195	1	0,01800964	0,1342
3,000	0,329	0	$4 \times 10^{-8}$	0
4,000	0,465	1	0,01844164	0,1358
5,000	0,568	4	0,05702544	0,4776
$\bar{x} = 3$	$\bar{y} = 0,3292$	$\Sigma = 10$	$\Sigma = 0,1511728$	$\Sigma = 1,228$

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

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

$$r = \frac{1,228}{\sqrt{(10 \times 0,1511728)}}$$

$$r = \frac{1,228}{\sqrt{1,511728}}$$

$$r = \frac{1,228}{1,229523485}$$

$$r = 0,9987609143$$

$$r^2 = 0,9975$$

### 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 $\text{SnCl}_2$

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

$$t = |0,9978| \sqrt{\frac{5-3}{(1-0,9957)}}$$

$$t = |0,9978| \sqrt{\frac{2}{4 \times 10^{-3}}}$$

$$t = |0,9978| \sqrt{500}$$

$$t = |0,9978| \times 22,3606$$

$$t = 22,3115$$

Nilai derajat kebebasan:

$$n - 2 = 5 - 2 = 3$$

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

### 2. Uji-t terhadap Kurva Kalibrasi dengan Pereduksi Fenilhidrazin

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

$$t = |0,9987| \sqrt{\frac{5-2}{(1-0,9975)}}$$

$$t = |0,9987| \times \sqrt{\frac{3}{2,5 \times 10^{-3}}}$$

$$t = |0,9987| \times \sqrt{1200}$$

$$t = |0,9987| \times 34,6410$$

$$t = 34,5959$$

Nilai derajat kebebasan:

$$n - 2 = 5 - 2 = 3$$

Setelah dilakukan perhitungan untuk  $t_{hitung}$  kemudian dibandingkan hasil dengan nilai  $t_{tabel}$  dari nilai kritik sebaran  $t$  yaitu untuk derajat kebebasan 3 dengan selang kepercayaan 95%. Karena nilai  $t_{hitung} > t_{tabel}$  maka  $H_0$  ditolak dan dapat disimpulkan bahwa terdapat korelasi terhadap absorbansi dengan konsentrasi.

## LAMPIRAN D PERHITUNGAN PRESISI

### D.1 Pereduksi Timah (II) Klorida ( $\text{SnCl}_2$ )

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

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

n	X	$\bar{x}$	$x-\bar{x}$	$(x-\bar{x})^2$
1	0,800	0,800	0	0
2	0,800	0,800	0	0
n = 2				$\Sigma = 0$

Tabel D. 1 Perhitungan Pada Buffer Asetat pH 4

Dilakukan perhitungan dengan formula sebagai berikut:

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

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

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

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:

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

$$CV = \frac{0}{0,800} \times 100\%$$

$$CV = 0\%$$

Dan nilai RSD sebesar:

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

$$\text{RSD} = \frac{0}{0,800} \times 1000 \text{ ppt}$$

$$\text{RSD} = 0$$

Dari penelitian yang telah dilakukan, diperoleh data sebagai berikut.

n	pH	Absorbansi	SD	CV (%)	RSD (ppt)
1	3	0,741	$7,07 \times 10^{-4}$	0,095	0,953
2		0,742			
1	3,5	0,767	0	0	0
2		0,767			
1	4	0,800	0	0	0
2		0,800			
1	4,5	0,770	0	0	0
2		0,770			
1	5	0,767	0	0	0
2		0,767			

Tabel D. 2 Data Penentuan pH Optimum Buffer Asetat Pereduksi Timah (II) Klorida ( $\text{SnCl}_2$ )

## 2. Perhitungan Presisi pada Waktu Optimum

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

n	x	$\bar{x}$	$x - \bar{x}$	$(x - \bar{x})^2$
1	0,771	0,772	-0,001	$10^{-6}$
2	0,773	0,772	0,001	$10^{-6}$
n = 2				$\Sigma = 2 \times 10^{-6}$

Tabel D. 3 Perhitungan Pada Waktu Pendiaman 15 menit

Dilakukan perhitungan dengan formula sebagai berikut:



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

$$s = \sqrt{\frac{2 \times 10^{-6}}{2-1}}$$

$$s = \sqrt{\frac{2 \times 10^{-6}}{1}}, s = 1,41 \times 10^{-3}$$

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

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

$$CV = \frac{1,41 \times 10^{-3}}{0,772} \times 100\%$$

$$CV = 1,82 \times 10^{-3} \times 100\% = 0,182\%$$

Dan nilai RSD sebesar:

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

$$RSD = \frac{1,41 \times 10^{-3}}{0,772} \times 1000 \text{ ppt}$$

$$RSD = 1,82 \times 10^{-3} \times 1000 \text{ ppt} = 1,82 \text{ ppt}$$

Dari penelitian yang telah dilakukan, diperoleh data sebagai berikut.

n	Waktu (menit)	Absorbansi	SD	CV (%)	RSD (ppt)
1	0	0,693	$6,09 \times 10^{-3}$	0,609	6,09
2		0,699			
1	5	0,741	$1,41 \times 10^{-3}$	0,190	1,90
2		0,743			
1	10	0,761	0	0	0
2		0,761			
1	15	0,771	$1,41 \times 10^{-3}$	0,182	1,82
2		0,773			
1	20	0,746	0	0	0
2		0,746			

Tabel D. 4 Data Penentuan Waktu Optimum Pereduksi Timah (II)  
Klorida

### 3. Perhitungan Presisi pada Konsentrasi Optimum

Sebagai contoh perhitungan konsentrasi 3 ppm, maka dapat dihitung sebagai berikut.

n	x	$\bar{x}$	$x-\bar{x}$	$(x-\bar{x})^2$
1	0,757	0,757	0	0
2	0,757	0,757	0	0
n = 2				$\Sigma = 0$

Tabel D. 5 Perhitungan pada Konsentrasi 3 ppm

Dilakukan perhitungan dengan formula sebagai berikut:

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

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

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

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

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

$$CV = \frac{0}{0,757} \times 100\%$$

$$CV = 0\%$$

Dan nilai RSD sebesar:

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

$$RSD = \frac{0}{0,757} \times 1000 \text{ ppt}$$

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

Dari penelitian yang telah dilakukan, diperoleh data sebagai berikut.

n	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi	SD	CV (%)	RSD (ppt)
1	2	0,657	$1,41 \times 10^{-3}$	0,214	2,14
2		0,659			
1	2,5	0,741	$1,41 \times 10^{-3}$	0,190	1,90
2		0,743			
1	3	0,757	0	0	0
2		0,757			
1	3,5	0,646	$1,90 \times 10^{-3}$	0,545	5,45
2		0,651			
1	4	0,810	0	0	0
2		0,810			

Tabel D. 6 Data Penentuan Konsentrasi Timah (II) Klorida ( $\text{SnCl}_2$ )

## D.2 Pereduksi Fenilhidrazin ( $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ )

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

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

n	x	$\bar{x}$	$x - \bar{x}$	$(x - \bar{x})^2$
1	0,777	0,777	0	0
2	0,777	0,777	0	0
n = 2				$\Sigma = 0$

Tabel D. 7 Perhitungan pada Buffer Asetat pH 4,5

Dilakukan perhitungan dengan formula sebagai berikut:

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

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

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

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:

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

$$CV = \frac{0}{0,777} \times 100\%$$

$$CV = 0\%$$

Dan nilai RSD sebesar:

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

$$RSD = \frac{0}{0,777} \times 1000 \text{ ppt}$$

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

Dari penelitian yang telah dilakukan, diperoleh data sebagai berikut.

n	pH	Absorbansi	SD	CV (%)	RSD (ppt)
1	3	0,877	0	0	0
2		0,877			
1	3,5	0,837	0	0	0
2		0,837			
1	4	0,805	0	0	0
2		0,805			
1	4,5	0,777	0	0	0

2		0,777			
1	5	0,440	0	0	0
2		0,440			

Tabel D. 8 Data Penentuan pH Optimum Buffer Asetat Pereduksi Fenilhidrazin ( $C_6H_8N_2$ )

## 2. Perhitungan pada Waktu Pendiaman 10 jam

Sebagai contoh perhitungan pada waktu pendiaman 10 jam, maka dapat dihitung sebagai berikut.

n	x	$\bar{x}$	$x-\bar{x}$	$(x-\bar{x})^2$
1	0,783	0,783	0	0
2	0,783	0,783	0	0
n = 2				$\Sigma = 0$

Tabel D. 9 Perhitungan Pada Waktu Pendiaman 10 jam

Dilakukan perhitungan dengan formula sebagai berikut:

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

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

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

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:

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

$$CV = \frac{0}{0,783} \times 100\%$$

$$CV = 0\%$$

Dan nilai RSD sebesar:

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

$$RSD = \frac{0}{0,773} \times 1000 \text{ ppt}$$

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

Dari penelitian yang telah dilakukan, diperoleh data sebagai berikut.

n	Waktu (jam)	Absorbansi	SD	CV (%)	RSD (ppt)
1	0	0,208	$1,41 \times 10^{-3}$	0,674	6,74
2		0,210			
1	5	0,593	$7,07 \times 10^{-4}$	0,119	1,19
2		0,594			
1	10	0,783	0	0	0
2		0,783			
1	15	0,834	0	0	0
2		0,834			
1	20	0,892	0	0	0
2		0,892			

Tabel D. 10 Data Penentuan Waktu Optimum Pereduksi Fenilhidrazin ( $C_6H_8N_2$ )

### 3. Perhitungan Presisi pada Konsentrasi Optimum

Sebagai contoh perhitungan konsentrasi 10 ppm, maka dapat dihitung sebagai berikut.

n	x	$\bar{x}$	$x - \bar{x}$	$(x - \bar{x})^2$
1	0,792	0,792	0	0
2	0,792	0,792	0	0
n = 2				$\Sigma = 0$

Tabel D. 11 Data Perhitungan pada Konsentrasi 10 ppm

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:

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

$$CV = \frac{0}{0,792} \times 100\%$$

$$CV = 0\%$$

Dan nilai RSD sebesar:

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

$$RSD = \frac{0}{0,792} \times 1000 \text{ ppt}$$

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

Dari penelitian yang telah dilakukan, diperoleh data sebagai berikut.

n	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi	SD	CV (%)	RSD (ppt)
1	10	0,792	0	0	0
2		0,792			
1	20	0,664	0	0	0
2		0,664			
1	30	0,651	0	0	0
2		0,651			
1	40	0,713	0	0	0
2		0,713			
1	50	0,735	0	0	0
2		0,735			

Tabel D. 12 Data Penentuan Konsentrasi Optimum Fenilhidrazin  
( $C_6H_8N_2$ )



## LAMPIRAN E

### PERHITUNGAN KONSENTRASI Fe<sup>2+</sup> DAN AKURASI

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

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

Konsentrasi Fe<sup>2+</sup> terukur dapat diperoleh dari persamaan garis kurva kalibrasi pada perhitungan sebelumnya. Sebagai contoh persamaan garis kurva kalibrasi Fe<sup>2+</sup> yang didapatkan dari Fe<sup>3+</sup> direduksi dengan Fenilhidrazin (C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>) sebesar maka dapat dihitung sebagai berikut.

$$y = 0,1228x - 0,0392$$

maka dapat dihitung sebagai berikut.

$$y = 0,1228x - 0,0392$$

$$y + 0,0392 = 0,1228x$$

Misalkan perhitungan menggunakan absorbansi ( $y$ ) = 0,792

$$x = \frac{y+0,0392}{0,1228}$$

$$x = \frac{0,792+0,0392}{0,1228}$$

$$x = 6,768$$

Maka nilai %Recovery dapat dihitung sebagai berikut:

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

Konsentrasi Fe mula-mula yaitu 5 ppm, tetapi karena Fe terbuat dari FeCl<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O yang bersifat higroskopis sehingga dapat menyerap air sehingga dilakukan pengukuran melalui AAS untuk mendapatkan konsentrasi murni dari Fe 5 ppm. Sehingga didapatkan Fe mula-mula yaitu 5 ppm

$$\% \text{ Recovery} = \frac{6,768}{5} \times 100\%$$

$$\% \text{ Recovery} = 135,37$$

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

Konsentrasi SnCl <sub>2</sub> (ppm)	Absorbansi Fe <sup>2+</sup>	[Fe] mula-mula (ppm)	[Fe <sup>2+</sup> ] terukur (ppm)	% Recovery
2	0,659	5	6,187	123,75
2,5	0,743	5	6,889	137,79
3	0,757	5	7,006	140,13
3,5	0,651	5	6,121	122,42
4	0,810	5	7,449	148,98

Tabel E. 1 Data Konsentrasi Fe<sup>2+</sup> dan % dengan Pereduksi Timah(II) Klorida (SnCl<sub>2</sub>)

Konsentrasi C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> N <sub>2</sub> (ppm)	Absorbansi Fe <sup>2+</sup>	[Fe] mula-mula (ppm)	[Fe <sup>2+</sup> ] terukur (ppm)	% Recovery
10	0,792	5	6,768	135,37
20	0,664	5	5,726	114,52
30	0,651	5	5,620	112,41
40	0,713	5	6,125	122,50
50	0,735	5	6,304	126,09

Tabel E. 2 Data Konsentrasi Fe<sup>2+</sup> dan % dengan Pereduksi Fenilhidrazin (C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>)

**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

*“Halaman ini sengaja dikosongkan”*

## BIODATA PENULIS



Penulis bernama Erni Dianasari yang dilahirkan di Surabaya pada tanggal 13 September 1997. Penulis merupakan anak ketiga dari tiga bersaudara. Penulis pernah menempuh pendidikan di TK Dharma Wanita Jaticalang, SDN 01 Jaticalang, SMPN 3 Krian, dan SMA Wachid Hasyim 2 Taman Sidoarjo. Penulis melanjutkan pendidikan tinggi di Departemen Kimia Fakultas Sains (FS) Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) Surabaya melalui jalur SNMPTN Undangan pada tahun 2015 dan terdaftar sebagai mahasiswi Kimia ITS dengan NRP 0121154000007. Penulis pernah melakukan kerja praktek di PT. PETROKIMIA GRESIK selama 1 bulan. Selama menempuh pendidikan di ITS, penulis aktif berorganisasi. Penulis pernah menjabat sebagai staff perekonomian Himpunan Mahasiswa Kimia ITS 2016/2017, staff media dan informasi UKM Karate-do ITS 2016/2017, bendahara UKM Karate-do ITS 2017/2018. Penulis menyelesaikan pendidikannya di Departemen Kimia FS ITS dengan mengambil tugas akhir yang berjudul “Pengembangan Metode Analisis Besi Melalui Optimasi Kemampuan Agen Pereduksi  $\text{SnCl}_2$  dan  $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$  untuk Mengubah Besi(III) Menjadi Besi(II)” yang dibimbing oleh Bapak Drs. R. Djarot Sugiarto, K.S., M.S. Penulis dapat diajak berdiskusi mengenai tugas akhir maupun topik lainnya dan dapat dihubungi melalui email [ernidianasari4@gmail.com](mailto:ernidianasari4@gmail.com)