



**SKRIPSI**

**STUDI PENGARUH ION  $\text{Ca}^{2+}$  dan  $\text{Ba}^{2+}$  PADA ANALISA  
BESI(III) DENGAN PENGOMPLEKS 1,10-FENANTROLIN  
PADA pH 3,5 SECARA SPEKTROFOTOMETRI UV-Vis**

**NURHATI DEWI KUSUMA  
NRP 1412 100 110**

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

**JURUSAN KIMIA  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya  
2016**



SCRIPT

**STUDY OF THE EFFECT OF  $\text{Ca}^{2+}$  and  $\text{Ba}^{2+}$  ON  
THE ANALYSIS OF IRON(III) WITH 1,10-  
FENANTROLINE COMPLEXING AGENT AT pH  
3,5 BY UV-Vis SPECTROPHOTOMETRY  
METHOD**

**NURHATI DEWI KUSUMA  
NRP 1412 100 110**

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

**DEPARTMENT OF CHEMISTRY  
Faculty of Mathematics and Natural Sciences  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya  
2016**

**LEMBAR PENGESAHAN**  
**STUDI PENGARUH ION Ca<sup>2+</sup> dan Ba<sup>2+</sup> PADA**  
**ANALISA BESI(III) DENGAN PENGOMPLEKS 1,10-**  
**FENANTROLIN PADA pH 3,5 SECARA**  
**SPEKTROFOTOMETRI UV-Vis**

**SKRIPSI**

Oleh :

**NURHATI DEWI KUSUMA**  
**NRP. 1412 100 110**

Surabaya, 28 Juli 2016

Menyetujui,

Dosen Pembimbing



**Drs. R. Djarot Sugiarto, K.S., M.S.**  
**NIP. 19650419 1988031 001**

Mengetahui :  
Ketua Jurusan Kimia,





**Prof. Dr. Didik Prasetyoko, S.Si., M.Sc**  
**NIP. 19710616 1997031 002**

**STUDI PENGARUH ION  $\text{Ca}^{2+}$  dan  $\text{Ba}^{2+}$  PADA  
ANALISA BESI(III) DENGAN PENGOMPLEKS 1,10-  
FENANTROLIN PADA pH 3,5 SECARA  
SPEKTROFOTOMETRI UV-Vis**

**Nama Mahasiswa** : Nurhati Dewi Kusuma  
**NRP** : 1412100110  
**Jurusan** : Kimia FMIPA-ITS  
**Pembimbing** : Drs. R. Djarot Sugiarto, K.S.,  
M.S.

**Abstrak**

Pada penelitian ini telah dilakukan studi pengaruh ion  $\text{Ca}^{2+}$  dan  $\text{Ba}^{2+}$  pada analisa besi(III) dengan pengompleks 1,10-fenantrolin pada pH 3,5 secara spektrofotometri UV-Vis. Panjang gelombang maksimum campuran Fe(III)-fenantrolin adalah 315 nm. Koefisien korelasi ( $r$ ) yang diperoleh pada kurva kalibrasi adalah 0,997. Hasil penelitian menunjukkan bahwa ion  $\text{Ca}^{2+}$  dan  $\text{Ba}^{2+}$  mulai mengganggu pada analisa besi yaitu pada konsentrasi 0,3 ppm dengan persen (%) recovery masing-masing ion  $\text{Ca}^{2+}$  sebesar 65,76 % dan ion  $\text{Ba}^{2+}$  sebesar 66,48 %.

***Kata kunci:*** Besi, Spektrofotometri UV-Vis, 1,10-Fenantrolin,  $\text{Ca}^{2+}$  dan  $\text{Ba}^{2+}$ .

**STUDY OF THE EFFECT OF  $\text{Ca}^{2+}$  and  $\text{Ba}^{2+}$  ON THE  
ANALYSIS OF IRON(III) WITH 1,10-  
PHENANTHROLINE COMPLEXING AGENT AT pH  
3,5 BY UV-Vis SPECTROPHOTOMETRY METHOD**

**Student's Name** : Nurhati Dewi Kusuma  
**NRP** : 1412100110  
**Department** : Chemistry, Faculty of  
Mathematics and Science-ITS  
  
**Supervisor** : Drs. R. Djarot Sugiarto, K.S.,  
M.S.

**Abstract**

The study of the effect of  $\text{Ca}^{2+}$  and  $\text{Ba}^{2+}$  on the analysis of iron (III) with 1,10-phenanthroline complexing agent at pH 3.5 by UV-Vis spectrophotometry method has been conducted. The maximum wavelength of Fe(III)-phenanthroline is 315 nm. The correlation coefficient (r) obtained in the calibration curve is 0.997. The results show that  $\text{Ca}^{2+}$  and  $\text{Ba}^{2+}$  began to interfere in iron analysis at a concentration of 0.3 ppm percent (%) recovery of each  $\text{Ca}^{2+}$  and  $\text{Ba}^{2+}$  are 65.76% and 66.48% with respectively.

**Keywords** : Iron, UV-Vis Spektrofotometri, 1,10-Phenanthroline,  $\text{Ca}^{2+}$  and  $\text{Ba}^{2+}$

*Karyainiku persembahkan untuk  
Ayah, Ibu dan Kakakku tercinta  
Dosen Pembimbing, serta  
Teman-teman Jurusan Kimia ITS*

## KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadirat Tuhan Yang Maha Esa yang selalu melimpahkan rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan naskah Skripsi yang berjudul **”Studi Pengaruh Ion  $\text{Ca}^{2+}$  dan  $\text{Ba}^{2+}$  Pada Analisa Besi(III) Dengan Pengompleks 1,10-Fenantrolin Pada pH 3,5 Secara Spektrofotometri UV-Vis”**. Tulisan ini tidak akan terwujud tanpa bantuan, dukungan, doa serta dorongan semangat dari semua pihak. Untuk itu penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Drs. R. Djarot Sugiarto K.S., M.S selaku dosen pembimbing yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan selama proses penyusunan naskah Skripsi ini.
2. Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc selaku Ketua Jurusan Kimia atas fasilitas yang telah diberikan.
3. Dr.rer.nat. Fredy Kurniawan, M.Si selaku Kepala Laboratorium Instrumentasi dan Sains Analitik atas fasilitas laboratorium yang diberikan sehingga Skripsi ini dapat terselesaikan.
4. Dr. Affifah Rosyidah, M.Si selaku Dosen Wali yang telah memberikan arahan dalam pengambilan mata kuliah.
5. Ayah, Ibu, Kakak yang selalu memberikan semangat serta doa.
6. Dosen Kimia ITS dan teman-teman Laboratorium ISA, kimia angkatan 2012, serta semuapihak yang telah membantu.

Penulis menyadari sepenuhnya bahwa penulisan naskah Skripsi ini tidak lepas dari kekurangan. Oleh karena itu penulis terbuka atas kritik dan saran yang membangun untuk dapat meningkatkan kualitas dan perbaikan lebih lanjut. Semoga Skripsi ini dapat memberikan manfaat bagi penulis dan pembaca.

Surabaya, 28 Juli 2016

Penulis

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	i
<b>LEMBAR PENGSAHAN</b> .....	iv
<b>ABSTRAK</b> .....	v
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	viii
<b>DAFTAR ISI</b> .....	xi
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	xii
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	xiii
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	xiv
<b>BAB I PENDAHULUAN</b> .....	1
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	2
1.3 Tujuan.....	3
1.4 Batasan Masalah .....	3
1.5 Manfaat Penelitian.....	3
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	5
2.1 Besi.....	5
2.1.1 Kelimpahan Besi .....	5
2.1.2 Sifat Fisik Besi .....	6
2.1.3 Sifat Kimia Besi .....	7
2.1.4 Sifat Katalisis Besi .....	8
2.2 Reaksi Besi .....	8
2.3 Senyawa Kompleks .....	9
2.4 Pengompleks Besi dengan 1,10-Fenantrolin.....	10
2.5 Ion Pengganggu.....	11
2.6 Analisis Kation.....	12
2.7 Spektrofotometer UV-Vis.....	13
2.7.1 Sumber Cahaya.....	14
2.7.2 Monokromator.....	14
2.7.3 Sampel .....	14
2.7.4 Detektor .....	14
2.8 Metode Validasi .....	15
2.8.1 Linieritas .....	15
2.8.2 Akurasi.....	15



2.8.3 Presisi .....	16
<b>BAB III METODE PENELITIAN.....</b>	<b>17</b>
3.1 Peralatan .....	17
3.2 Bahan .....	17
3.3 Prosedur Kerja .....	17
3.3.1 Pembuatan Larutan Standar Besi(III) 150 ppm.....	17
3.3.2 Pembuatan Larutan Standar Kalsium(II) 50 ppm.....	17
3.3.3 Pembuatan Larutan Standar Barium(II) 50 ppm .....	17
3.3.4 Pembuatan Larutan Buffer Asetat pH 3,5.....	18
3.3.5 Pembuatan Larutan 1,10-Fenantrolin 500 ppm.....	18
3.3.6 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Besi(III)- Fenantrolin .....	18
3.3.7 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kasium(II)-Fenantrolin.....	18
3.3.8 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Barium(II)- Fenantrolin .....	19
3.3.9 Pembuatan Kurva Kalibrasi .....	19
3.3.10 Pengaruh Ion Kalsium(II) pada Analisa Besi(III) pada pH 3,5 .....	20
3.3.11 Pengaruh Ion Barium(II) pada Analisa Besi(III) pada pH 3,5.....	20
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>21</b>
4.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Besi(III)-Fenantrolin.....	21
4.2 Pembuatan Kurva Kalibrasi Kompleks Besi(III)- Fenantrolin .....	25
4.3 Pengaruh Ion Pengganggu pada Analisa Besi(III) pada pH 3,5 .....	26
4.3.1 Pengaruh Ion Kalsium(II) .....	26
4.3.2 Pengaruh Ion Barium(II) .....	29
4.3.3 Perbandingan Ion Pengganggu Pada Analisa Besi.....	32
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN .....</b>	<b>35</b>
5.1 Kesimpulan.....	35
5.2 Saran .....	35
<b>DAFTAR PUSTAKA.....</b>	<b>37</b>

<b>LAMPIRAN</b> .....	41
-----------------------	----

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur Senyawa Kompleks 1,10-Fenantrolin	10
Gambar 2.2	Bentuk Geometri Molekul $\text{Fe}^{3+}$ dengan 1,10 Fenantrolin	11
Gambar 2.3	Bagian-bagian Spektrofotometer UV-Vis	14
Gambar 4.1	Kurva Absorbansi Kompleks $\text{Fe(III)}$ -fenantrolin Pada Panjang Gelombang 300-500 nm dengan interval 5 nm	22
Gambar 4.2	Kurva Absorbansi Kompleks $\text{Fe(III)}$ -fenantrolin Pada Panjang Gelombang 300-500 nm dengan interval 1 nm	23
Gambar 4.3	Struktur Oktahedral $\text{Fe(III)}$ -fenantrolin	24
Gambar 4.4	Kurva Kalibrasi $\text{Fe(III)}$ -fenantrolin	26
Gambar 4.5	Hubungan Konsentrasi Kompleks Ca-fenantrolin dengan $\text{Fe(III)}$ -fenantrolin	28
Gambar 4.6	Hasil Recovery dengan Konsentrasi Ion $\text{Ca(II)}$	29
Gambar 4.7	Hubungan Konsentrasi Kompleks Ba-fenantrolin dengan $\text{Fe(III)}$ -fenantrolin	31
Gambar 4.8	Hasil Recovery dengan Konsentrasi Ion $\text{Ba(II)}$	32

## DAFTAR TABEL

Tabel 2. 1	Sifat Fisik Besi	7
Tabel 4. 1	Data Absorbansi $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{3+}$	25
Tabel 4. 2	Data Absorbansi dan Recovery Setelah Penambahan Ion $\text{Ca}(\text{II})$	27
Tabel 4. 3	Data Absorbansi dan Recovery Setelah Penambahan Ion $\text{Ba}^{2+}$	30

## **DAFTAR LAMPIRAN**

LAMPIRAN A	SKEMA KERJA	41
LAMPIRAN B	PEMBUATAN LARUTAN	47
LAMPIRAN C	PERHITUNGAN NILAI RECOVERY	52
LAMPIRAN D	PANJANG GELOMBANG MAKSIMUM 1,10- FENANTROLIN	55

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Besi adalah unsur terbesar keempat di bumi, merupakan logam yang keberadaannya memiliki jumlah besar dan beragam penggunaannya. Besi di kulit bumi pengolahannya relatif mudah dan murah, serta mempunyai sifat-sifat yang menguntungkan dan mudah dimodifikasi sehingga banyak dimanfaatkan oleh masyarakat dan industri (Canham dan Overtone, 2003).

Besi (Fe) mempunyai dua tingkat oksidasi, yaitu +2 (Ferro), dan +3 (Ferri), sehingga terbentuk ion  $Fe^{2+}$  dan  $Fe^{3+}$ . Besi sebagai ferri dapat direduksi menjadi ferro menggunakan beberapa reduktor, diantaranya menggunakan hidroksilamin hidroklorida ( $NH_2OH.HCl$ ) atau  $Na_2S_2O_3$ . Dalam pengukuran besi, ion-ion dalam larutan sering memberikan gangguan yang dapat mengurangi akurasi pengukuran. Oleh sebab itu, maka dalam penelitian ini akan dilakukan studi gangguan ion-ion lain dalam analisis besi dengan pengompleks 1,10-fenantrolin dan pengompleks ion tiosianat secara spektrofotometri sinar tampak (Amalia, 2004).

Metode analisis dengan spektrofotometri sinar tampak digunakan karena selain pekerjaannya cepat, sederhana, praktis, murah, peka dan teliti dalam hasil yang diperoleh. Metode spektrofotometri umumnya membandingkan absorbansi yang dihasilkan oleh suatu larutan yang diuji dengan absorbansi larutan baku. Larutan berwarna yang dapat diukur biasanya merupakan senyawa kompleks sehingga dapat menghasilkan nilai absorbansi yang spesifik. Besi merupakan salah satu yang umum dianalisis secara spektrofotometri melalui pembentukan kompleks dengan ligan tertentu, seperti 1,10-fenantrolin dan tiosianat ( $SCN$ ) (Vogel, 1990).

Analisa besi menggunakan pengompleks 1,10-fenantrolin tidak terlepas dari gangguan analisa. Pada penelitian sebelumnya, beberapa logam transisi seperti misalnya, Tembaga(II), Nikel(II), Mangan(II), Kobalt(II), Perak(I) dan Zink(II) telah diuji konsentrasinya dimana ion-ion tersebut telah mengganggu analisa besi. Sebagai contoh adalah ion Tembaga(II). Hasil menunjukkan bahwa 0,5 ppm ion Tembaga(II) dalam larutan yang mengandung Besi(III) 5 ppm dapat mempengaruhi hasil analisa besi dengan menaikkan absorbansi. Persen (%) *recovery* yang didapat adalah sebesar 100,62% (Wang, 2011). Disamping ion-ion logam transisi, ion logam dari unsur utama juga telah dilakukan dalam penelitian, seperti logam Magnesium(II). Hasil menunjukkan bahwa 0,05 ppm ion Magnesium(II) dalam larutan yang mengandung Besi(III) 5 ppm dapat mempengaruhi hasil analisa, sehingga didapat persen (%) *recovery* adalah sebesar 100,27% (Vogel dan Mendham, 2000).

Dari beberapa penelitian yang telah dilakukan, untuk penentuan Besi(III) dengan pengompleks 1,10-fenantrolin pada pH 3,5 dan juga studi gangguannya dengan ion  $\text{Ca}^{2+}$  dan  $\text{Ba}^{2+}$  masih belum pernah dilakukan. Berdasarkan hal ini, maka akan dilakukan studi gangguan ion  $\text{Ca}^{2+}$  dan  $\text{Ba}^{2+}$  terhadap analisa besi khususnya spesi  $\text{Fe}^{3+}$  dengan pengompleks 1,10-fenantrolin dengan spektrofotometri UV-Vis.

## 1.2 Rumusan Masalah

Permasalahan yang muncul dalam penelitian ini adalah apakah penambahan ion  $\text{Ca}^{2+}$  dan ion  $\text{Ba}^{2+}$  pada campuran Fe(III)-fenantrolin dapat mengganggu uji analisa kuantitatif Fe dan jika mengganggu seberapa besar konsentrasi  $\text{Ca}^{2+}$  dan  $\text{Ba}^{2+}$  mulai mengganggu pada analisa Fe dengan pengompleks 1,10-fenantrolin pada pH 3,5 secara spektrofotometri UV-Vis.

### **1.3 Batasan Masalah**

Batasan masalah dalam penelitian ini menggunakan ion pengganggu  $\text{Ca}^{2+}$  dan  $\text{Ba}^{2+}$  pada analisa campuran Fe(III)-fenantrolin.

### **1.4 Tujuan**

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh ion  $\text{Ca}^{2+}$  dan  $\text{Ba}^{2+}$  pada analisa campuran Fe(III)-fenantrolin serta menentukan konsentrasi dari kedua ion tersebut pada pH 3,5 secara spektrofotometri UV-Vis.

### **1.5 Manfaat Penelitian**

Hasil penelitian ini diharapkan dapat menjadi salah satu solusi untuk menganalisa Fe secara spektrofotometri UV-Vis dengan ion pengganggu  $\text{Ca}^{2+}$  dan  $\text{Ba}^{2+}$  pada air limbah.



***“halaman ini sengaja dikosongkan”***

## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1 Besi**

Besi (Fe) merupakan logam transisi yang berguna dan logam yang sangat reaktif. Dalam keadaan murni, besi tidak terlalu keras, tetapi jika ditambahkan dengan sedikit karbon dan logam lainnya maka akan terbentuk alloy baja yang kuat. Besi adalah logam kedua dan unsur keempat terbanyak di kerak bumi yaitu sebesar 6,2% dalam persen massa (Chang, 2005). Kelimpahan besi cukup besar sehingga pengolahannya relatif mudah dan murah. Besi memiliki dua bilangan oksidasi yaitu +2 dan +3 dan mempunyai sifat-sifat yang menguntungkan serta mudah dimodifikasi. Besi sangat banyak dimanfaatkan karena kemudahannya dalam perolehan atau proses penambangan bijihnya dan dapat ditemukan di banyak tempat (Canham, 2003). Penentuan besi sangat penting untuk untuk perlindungan lingkungan, hidrogeologi, proses kimia dan studi kesehatan masyarakat (Pourreza, N., 2004).

Besi membentuk dua macam garam penting, yaitu garam  $\text{Fe}^{2+}$  dan garam  $\text{Fe}^{3+}$ . Garam  $\text{Fe}^{2+}$  berwarna sedikit hijau dalam larutan, sedangkan  $\text{Fe}^{3+}$  berwarna kuning muda. Ion  $\text{Fe}^{2+}$  merupakan zat reduktor kuat dan mudah dioksidasi menjadi  $\text{Fe}^{3+}$  pada suasana netral atau basa. Garam  $\text{Fe}^{3+}$  lebih stabil dibanding garam  $\text{Fe}^{2+}$  (Vogel dan Mendham, 2000). Logam besi sangat mudah terkorosi karena sifatnya yang mudah untuk teroksidasi. Dalam suasana asam atau di udara,  $\text{Fe}^{2+}$  akan bertindak sebagai donor elektron sehingga akan teroksidasi menjadi  $\text{Fe}^{3+}$ . Apabila dalam suasana basa,  $\text{Fe}^{3+}$  menerima elektron sehingga akan tereduksi kembali menjadi  $\text{Fe}^{2+}$  (Pauling, 1988).

##### **2.1.1 Kelimpahan Besi**

Besi merupakan unsur yang ditemukan berlimpah di alam. Inti bumi diyakini mayoritas unsur penyusunnya adalah besi dan nikel. Besi juga diketahui sebagai unsur yang paling banyak

membentuk bumi, yaitu kira-kira 4,7 - 5 % pada kerak bumi. Kebanyakan besi terdapat dalam batuan dan tanah sebagai oksida besi, seperti oksida besi magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) mengandung besi 65 %, hematite ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) mengandung 60 – 75 % besi, limonit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) mengandung besi 20 % dan siderit ( $\text{FeCO}_3$ ). Dalam kehidupan, besi merupakan logam paling biasa digunakan dari pada logam-logam yang lain. Hal ini disebabkan karena harga yang murah dan kekuatannya yang baik serta penggunaannya yang luas. Bijih besi yang umum adalah hematit, yang sering terlihat sebagai pasir hitam sepanjang pantai dan muara aliran (Brady, 2002).

### 2.1.2 Sifat Fisik Besi

Sifat-sifat fisik dari besi adalah :

1. Pada suhu kamar berwujud padat, mengkilap dan berwarna keabu-abuan.
2. Merupakan logam feromagnetik karena memiliki empat elektron tidak berpasangan pada orbital d.
3. Penghantar panas yang baik.
4. Kation logam besi Fe berwarna hijau ( $\text{Fe}^{2+}$ ) dan jingga ( $\text{Fe}^{3+}$ ). Hal ini disebabkan oleh adanya elektron tidak berpasangan dan tingkat energi orbital tidak berbeda jauh. Akibatnya, elektron mudah tereksitasi ke tingkat energi lebih tinggi menimbulkan warna tertentu. Jika senyawa transisi baik padat maupun larutannya tersinari cahaya maka senyawa transisi akan menyerap cahaya pada frekuensi tertentu, sedangkan frekuensi lainnya diteruskan. Cahaya yang diserap akan mengeksitasi elektron ke tingkat energi lebih tinggi dan cahaya yang diteruskan menunjukkan warna senyawa transisi pada keadaan tereksitasi.
5. Sifat – sifat besi yang lain, dapat dilihat pada Tabel. 2.1 :

Tabel. 2.1 Sifat Fisik Besi

Titik Didih	3134 K
Titik Lebur	1811 K
Massa Atom	55,845 g/mol
Konfigurasi Elektron	[Ar] 3d <sup>6</sup> 4s <sup>2</sup>
Kalor Peleburan	13,81 kJ/mol
Kalor Penguapan	340 kJ/mol
Elektronegativitas	1,83
Jari-jari Atom	140 pm

(King, 2005).

### 2.1.3 Sifat Kimia Besi

Sifat-sifat kimia dari besi adalah :

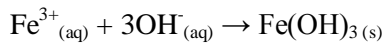
1. Unsur besi bersifat elektropositif (mudah melepaskan elektron) sehingga bilangan oksidasinya bertanda positif.
2. Fe dapat memiliki biloks 2, 3, 4, dan 6. Hal ini disebabkan karena perbedaan energi elektron pada subkulit 4s dan 3d cukup kecil, sehingga elektron pada subkulit 3d juga terlepas ketika terjadi ionisasi selain elektron pada subkulit 4s.
3. Logam murni besi sangat reaktif secara kimiawi dan mudah terkorosi, khususnya di udara yang lembab atau ketika terdapat peningkatan suhu.
4. Mudah bereaksi dengan unsur-unsur non logam seperti halogen, sulfur, pospor, boron, karbon dan silikon.
5. Larut dalam asam- asam mineral encer.
6. Oksidanya bersifat amfoter (King, 2005).

### 2.1.4 Sifat Katalisis Besi

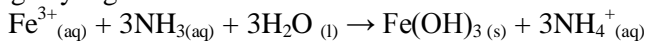
Ada banyak aplikasi katalitik di mana logam besi atau oksidanya memiliki peranan penting, yang paling terkenal adalah sintesis amonia dari hidrogen dan nitrogen pada tekanan tinggi (Proses Haber), dan dalam sintesis hidrokarbon dari campuran CO/CO<sub>2</sub>/H<sub>2</sub> (Sinesis Fischer-Tropsch). Besi oksida juga memiliki aktivitas katalitik dalam reaksi hidrogenasi ringan, sebagai contoh, magnetit yang digunakan untuk membawa gas air (campuran dari hidrogen dan karbon monoksida) dalam kesetimbangan dengan uap berlebih. Oksida ini juga digunakan untuk mengabsorb senyawa sulfur dari gas kota, yang dihasilkan dari destilasi kering dari arang (King, 2005).

### 2.2 Reaksi Besi

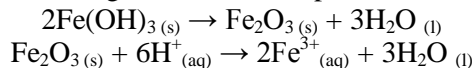
1. Larutan natrium hidroksida merupakan endapan dari Fe(OH)<sub>3</sub> yang berwarna coklat kemerahan, tidak larut dalam reagen yang berlebih :



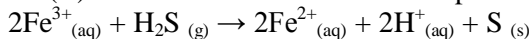
2. Larutan amonia membentuk endapan Fe(OH)<sub>3</sub> yang berwarnacoklat kemerahan seperti gelatin. Tidak larut dalam reagen yang berlebih dan larut dalam asam :



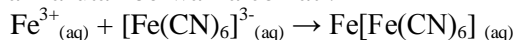
Hasil oksida ini sulit larut dalam asam encer, namun dapat larut ketika dididihkan dengan asam klorida pekat :



3. Gas hidrogen sulfida dalam larutan asam mereduksi ion Fe(III) menjadi Fe(II) dan terbentuk sulfur berwarna putih :

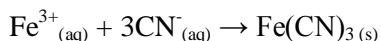


4. Kalium heksasianoferat(III) bereaksi dengan  $\text{Fe}^{3+}$  akan menghasilkan larutan berwarna coklat :

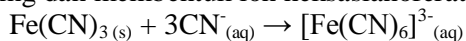


Dengan ditambahkan hidrogen peroksida atau larutan timah(II) klorida, heksasianoferat(III) akan tereduksi dan Prussian blue akan mengendap.

5. Kalium sianida direaksikan dengan  $\text{Fe}^{3+}$  secara perlahan, menghasilkan endapan besi(III) sianida berwarna coklat kemerahan :



Dengan reagen berlebih, endapan akan larut dan membentuk larutan kuning dan membentuk ion heksasianoferat(III) :



(Vogel dan Mendham, 2000)

### 2.3 Senyawa Kompleks

Senyawa kompleks merupakan senyawa yang terbentuk karena penggabungan dari dua atau lebih senyawa sederhana yang masing-masing dapat berdiri sendiri. Senyawa kompleks tersusun dari ion logam pusat dan satu atau lebih ligan yang menyumbangkan pasangan elektron bebasnya kepada ion logam pusat. Donasi pasangan elektron dari ligan kepada ion logam pusat akan menghasilkan ikatan kovalen koordinasi, sehingga dapat juga disebut senyawa kompleks koordinasi (*Cotton et al.*, 1987). Proses pembentukan senyawa kompleks koordinasi adalah adanya perpindahan satu atau lebih pasangan elektron dari ligan ke ion logam, jadi ligan bertindak sebagai pemberi elektron dan ion logam sebagai penerima elektron (Rivai, 1995).

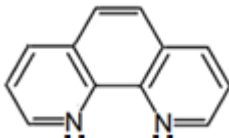
Senyawa kompleks sangat berhubungan dengan asam basa Lewis dimana asam adalah senyawa yang bertindak sebagai akseptor

pasangan elektron bebas, sedangkan basa merupakan senyawa yang bertindak sebagai donor pasangan elektron bebas (Shriver, 1940).

Umumnya semua ion logam dapat membentuk kompleks yang berwarna (kecuali ion logam alkali) yang dapat larut dalam air dan beberapa pelarut organik (Eriko, 2007). Warna tersebut disebabkan oleh ion logam yang memiliki orbital d kosong atau berisi elektron tunggal, dimana elektron tersebut dapat berpindah-pindah dari satu orbital ke orbital yang lain, dan dalam perpindahan tersebut elektron menyerap energi pada panjang gelombang tertentu (Rivai, 1995).

## 2.4 Pengompleks Besi dengan 1,10-Fenantrolin

Pembentukan senyawa kompleks dapat dimanfaatkan untuk menguji ion  $\text{Fe}^{3+}$  dengan menggunakan agen pengompleks 1,10-fenantrolin seperti pada Gambar 2.1 (Cotton *et al.*, 1987). Ion besi(III) sebagai atom pusat akan menghasilkan Fe(III)-fenantrolin dengan reaksi yang dapat dilihat pada Gambar 2.2.



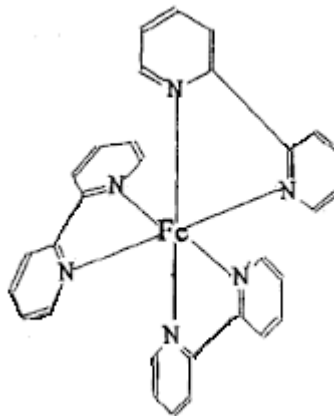
Gambar 2.1 Struktur Senyawa 1,10-Fenantrolin (Shabaan. *et. al.*, 2012).

1,10-fenantrolin merupakan molekul yang memiliki dua kelompok CH yang tergantikan dengan dua atom nitrogen. Pasangan elektron bebas yang terdapat dalam atom nitrogen dikombinasikan dengan kerapatan siklik dalam cincin aromatik sehingga 1,10-fenantrolin dapat bertindak sebagai ligan (Basset, 1991).

Ligan 1,10-fenantrolin yang bisa dikenal dengan nama 4,5-diazophenantren monohidrat dengan rumus  $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{O}_2$  yang mengandung gugus  $\alpha$ -diimin (Hidayati, 2010), mempunyai titik leleh  $93,5^\circ\text{C}$ , titik didih  $94^\circ\text{C}$ , sangat larut di dalam air dingin (MSDS, 2013). Senyawa ini mudah mengalami oksidasi dari  $[\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$  membentuk  $[\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$ , apabila bereaksi dengan asam kuat.  $\text{Fe}^{3+}$  tidak mempunyai efek, sehingga harus direduksi menjadi keadaan

bivalen yaitu  $\text{Fe}^{2+}$  dengan hidroksilamina hidroklorida jika 1,10-fenantrolin digunakan untuk menguji besi (Vogel, 1990). Senyawa 1,10-fenantrolin dapat membentuk kompleks yang berwarna dengan  $\text{Fe}^{3+}$  dan  $\text{Fe}^{2+}$ . Akan tetapi 1,10-fenantrolin lebih intensif ketika direaksikan dengan  $\text{Fe}^{2+}$  daripada dengan  $\text{Fe}^{3+}$ . Oleh karena itu, diperlukan senyawa pereduksi ke dalam senyawa  $\text{Fe}^{3+}$  (Wang, Steven, 2011).

Pembentukan geometri dari senyawa kompleks Besi(II)-fenantrolin dapat dilihat pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Bentuk Geometri Molekul  $\text{Fe}^{2+}$  dengan 1,10 Fenantrolin

Besi(III)-fenantrolin merupakan campuran yang tidak stabil. Hal ini disebabkan adanya orbital-d pada besi yang tidak memiliki pasangan elektron, sehingga  $\text{Fe(II)}$ -fenantrolin lebih stabil.

## 2.5 Ion Pengganggu

Pada analisa campuran  $\text{Fe(III)}$ -fenantrolin, dipilih ion pengganggu berupa  $\text{Ca}^{2+}$  dan  $\text{Ba}^{2+}$  untuk mengetahui perolehan nilai (% recovery) dari campuran yang telah terbentuk. Pada penelitian sebelumnya banyak ion yang digunakan sebagai ion pengganggu, seperti  $\text{Ni}^{2+}$  (Desi.A, 2009),  $\text{Cr}^{3+}$  (Retno.R, 2013),  $\text{Mn}^{2+}$  (Ardyah.A, 2010),  $\text{Co}^{2+}$  (Aditya.P, 2009), dan lain



sebagainya. Barium merupakan salah satu logam alkali tanah dari Grup 2 (IIA) dari tabel periodik. Unsur ini digunakan dalam metalurgi dan senyawanya digunakan dalam pembuatan kembang api, produksi minyak bumi, dan radiologi. Barium memiliki bilangan oksidasi +2, seperti halnya  $\text{BaCl}_2$ . Sedangkan unsur kalsium seperti halnya  $\text{CaCl}_2$  merupakan senyawa ionik yang terdiri dari unsur kalsium (logam alkali tanah) dan klorin. Senyawa tersebut tidak berbau, tidak berwarna, tidak beracun dan digunakan secara intensif di berbagai industri di seluruh dunia.

## 2.6 Analisis Kation

Banyak ion-ion terlarut yang kita temui di sekitar kita misalnya pada air laut, sungai, limbah, atau pun dalam bentuk padatnya seperti pada tanah dan pupuk. Unsur logam dalam larutannya akan membentuk ion positif atau kation, sedangkan unsur non logam akan membentuk ion negatif atau anion. Metode yang digunakan untuk menentukan keberadaan kation dan anion tersebut dalam bidang kimia disebut analisis kualitatif. Untuk senyawa anorganik disebut analisis kualitatif anorganik (Basset, 1991).

Banyak pendekatan yang dapat digunakan untuk melakukan analisis kualitatif. Ion-ion dapat diidentifikasi berdasarkan sifat fisika dan kimianya. Beberapa metode analisis kualitatif modern menggunakan sifat fisika seperti warna, spektrum absorpsi, spektrum emisi, atau medan magnet untuk mengidentifikasi ion pada tingkat konsentrasi yang rendah (Svehla, 1985).

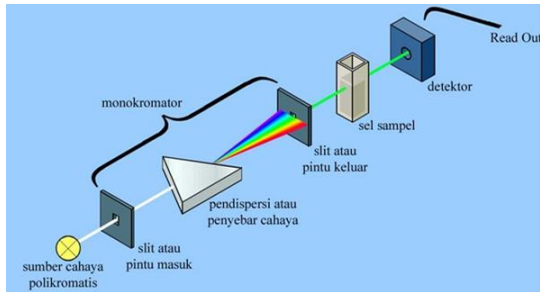
Analisis kation memerlukan pendekatan yang sistematis. Umumnya ini dilakukan dengan dua cara yaitu pemisahan dan identifikasi. Pemisahan dilakukan dengan cara mengendapkan suatu kelompok kation dari larutannya. Kelompok kation yang mengendap dipisahkan dari larutan dengan cara sentrifus dan menuangkan filtratnya ke tabung uji yang lain. Larutan yang masih berisi sebagian besar kation kemudian diendapkan kembali membentuk kelompok kation baru. Jika dalam kelompok kation yang terendapkan masih berisi beberapa kation maka kation-kation tersebut dipisahkan lagi menjadi kelompok kation yang lebih kecil,

demikian seterusnya sehingga pada akhirnya dapat dilakukan uji spesifik untuk satu kation. Jenis dan konsentrasi pereaksi serta pengaturan pH larutan dilakukan untuk memisahkan kation menjadi beberapa kelompok (Basset, 1991).

## **2.7 Spektrofotometer UV-Vis**

Spektrofotometri merupakan salah satu metode dalam kimia analisis yang digunakan untuk menentukan komposisi suatu sampel baik secara kuantitatif dan kualitatif yang didasarkan pada interaksi antara materi dengan cahaya. Peralatan yang digunakan dalam spektrofotometri disebut spektrofotometer. Cahaya yang dimaksud dapat berupa cahaya visibel, UV dan inframerah, sedangkan materi dapat berupa atom dan molekul namun yang lebih berperan adalah elektron valensi (Hidayati, 2010).

Proses absorpsi cahaya pada spektrofotometri ketika cahaya dengan panjang gelombang (cahaya polikromatis) mengenai suatu zat, maka cahaya dengan panjang gelombang tertentu saja yang akan diserap. Di dalam suatu molekul yang memegang peranan penting adalah elektron valensi dari setiap atom yang ada hingga terbentuk suatu 3 materi. Elektron-elektron yang dimiliki oleh suatu molekul dapat berpindah (eksitasi), berputar (rotasi) dan bergetar (vibrasi) jika dikenai suatu energi. Jika zat menyerap cahaya tampak dan UV maka akan terjadi perpindahan elektron dari keadaan dasar menuju ke keadaan tereksitasi. Perpindahan elektron ini disebut transisi elektronik. Apabila cahaya yang diserap adalah cahaya inframerah maka elektron yang ada dalam atom atau elektron ikatan pada suatu molekul dapat hanya akan bergetar (vibrasi). Sedangkan gerakan berputar elektron terjadi pada energi yang lebih rendah lagi misalnya pada gelombang radio (Hidayati, 2010). Bagian-bagian dari spektrofotometer UV-Vis dapat dilihat pada Gambar. 2.3.



Gambar. 2.3. Bagian-bagian Spektrofotometer UV-Vis  
(Underwood, 2002)

### 2.7.1 Sumber Cahaya

Cahaya dengan energi radiasi yang kontinu yang meliputi daerah spektrum. Pada spektrofotometer UV-Vis, cahaya yang digunakan adalah lampu pijar dengan kawat rambut dari wolfram (Hidayati, 2010).

### 2.7.2 Monokromator

Monokromator berfungsi untuk mengisolasi berkas sempit panjang gelombang dari spektrum yang disinari oleh sumber sinar. Komponen yang paling penting dalam monokromator adalah sistem celah dari dispersif. Di mana radiasi yang masuk, lalu dijajarkan oleh lensa, sehingga beras jatuh ke unsur pendispersi yang berupa prisma (Hidayati, 2010).

### 2.7.3 Sampel

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

### 2.7.4 Detektor

Detektor merupakan suatu *transducer* yang berfungsi untuk mengubah energi radiasi cahaya menjadi energi listrik. Detektor dapat memberikan kepekaan yang tinggi, respon yang linier

terhadap daya radiasi. Detektor fotolistrik yang biasa digunakan pada sinar UV-Vis berupa tabung foton yang hampa udara dan berisi sepasang elektroda (Hidayati, 2010).

## **2.8 Metode Validasi**

Validasi metode analisis adalah suatu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu, berdasarkan percobaan laboratorium, untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk penggunaannya. Metode validasi untuk spektrofotometer UV-Vis menggunakan beberapa parameter seperti : linieritas, akurasi, presisi (Wardani, 2012).

### **2.8.1 Linieritas**

Linieritas adalah suatu metode yang menghubungkan konsentrasi larutan standar dengan absorban yang dihasilkan dari suatu penelitian. Suatu metode analisis yang menunjukkan kemampuan alat instrument untuk memperoleh hasil yang sebanding dengan kadar alat dalam sampel uji dengan rentang tertentu (Arifin, 2006).

### **2.8.2 Akurasi**

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

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

### **2.8.3 Presisi**

Presisi merupakan ukuran derajat kesesuaian antara uji individual melalui penyebaran hasil individual rata-rata. Nilai presisi ditunjukkan pada nilai standart deviasi (SD) dan % standart deviasi relatif (%RSD) dari keterulangan (Wardani, 2012).

Metode presisi ditunjukkan dengan variasi intraday dan interday. Variasi intraday dilakukan dengan menggunakan 9 konsentrasi yang berbeda dan dilakukan 3 kali perlakuan. Variasi interday dilakukan dengan menggunakan konsentrasi yang sama dan dianalisis 3 kali perlakuan (Burgess, 2000).

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Peralatan**

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain yaitu pipet ukur, propipet, pipet tetes, spatula, botol semprot, kuvet, alat pH meter digital, kaca arloji, gelas beker, labu ukur, neraca analitik, dan spektrofotometer UV-Vis.

#### **3.2 Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain Besi(III) Klorida Heksahidrat ( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ), 1,10-fenantrolin ( $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2$ ), Kalsium(II) Klorida Dihidrat ( $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), Barium(II) Klorida Dihidrat ( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), Asam Asetat ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ), Natrium Asetat ( $\text{CH}_3\text{COONa}$ ), aseton ( $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$ ), dan aqua DM ( $\text{H}_2\text{O}$ ).

#### **3.3 Prosedur Kerja**

##### **3.3.1 Pembuatan Larutan Standar Besi(III) 150 ppm**

Larutan Besi(III) 150 ppm diperoleh dengan melarutkan  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  sebanyak 0,07259 gram dengan aqua DM hingga volumenya 100 mL.

##### **3.3.2 Pembuatan Larutan Standar Kalsium(II) 50 ppm**

Larutan standar Kalsium(II) 50 ppm diperoleh dengan melarutkan  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  sebanyak 0,01834 gram dengan aqua DM hingga volumenya 100 mL.

##### **3.3.3 Pembuatan Larutan Standar Barium(II) 50 ppm**

Larutan standar Barium(II) 50 ppm diperoleh dengan melarutkan  $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  sebanyak 0,00890 gram dengan aqua DM hingga volumenya 100 mL.

### **3.3.4 Pembuatan Larutan Buffer Asetat pH 3,5**

Larutan buffer asetat pH 3,5 dibuat dengan melarutkan 0,39620 gram  $\text{CH}_3\text{COONa}$  dengan beberapa mL aqua DM, ditambahkan 5 mL  $\text{CH}_3\text{COOH}$  dimana ( $K_a = 1,75 \times 10^{-5}$ ) dan diencerkan dengan aqua DM hingga volumenya 50 mL.

### **3.3.5 Pembuatan Larutan 1,10-Fenantrolin 500 ppm**

Larutan 1,10-Fenantrolin 500 ppm dibuat dengan melarutkan 1,10-Fenantrolin sebanyak 0,05000 gram dengan aqua DM hingga volumenya 100 mL.

### **3.3.6 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Campuran Besi(III)-Fenantrolin**

Larutan standar Besi(III) sebanyak 0,5 mL yang dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, ditambahkan dengan 1,5 mL larutan 1,10-Fenantrolin 500 ppm, 1,5 mL larutan buffer asetat dengan pH 3,5 dan 5 mL aseton, kemudian ditambahkan aqua DM hingga volumenya 10 mL. Campuran kemudian dikocok dan didiamkan selama 5 menit. Campuran lalu diukur nilai absorbansinya pada panjang gelombang 300-500 nm dengan spektrofotometer UV-Vis. Percobaan ini dilakukan dua kali pengulangan (triplo). Kemudian dibuat kurva antara absorbansi dengan panjang gelombang. Dari kurva tersebut dapat diketahui panjang gelombang maksimum kompleks Besi(III)-Fenantrolin.

### **3.3.7 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Campuran Kalsium(II)-Fenantrolin**

Larutan standar Ca(II) sebanyak 0,5 mL yang dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, ditambahkan dengan 1,5 mL larutan 1,10-fenantrolin 500 ppm, 1,5 mL larutan buffer asetat dengan pH 3,5 dan 5 mL aseton, kemudian ditambahkan aqua DM hingga volumenya 10 mL. Campuran kemudian dikocok dan didiamkan selama 5 menit. Campuran lalu diukur nilai absorbansinya pada panjang gelombang 300-500 nm dengan spektrofotometer UV-Vis. Percobaan ini dilakukan dua kali pengulangan (triplo).

Kemudian dibuat kurva antara absorbansi dengan panjang gelombang. Dari kurva tersebut dapat diketahui panjang gelombang maksimum kompleks Ca(II)-Fenantrolin.

### **3.3.8 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Campuran Barium(II)-Fenantrolin**

Larutan standar Ba(II) sebanyak 0,5 mL yang dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, ditambahkan dengan 1,5 mL larutan 1,10-fenantrolin 500 ppm, 1,5 mL larutan buffer asetat dengan pH 3,5 dan 5 mL aseton, kemudian ditambahkan aqua DM hingga volumenya 10 mL. Campuran kemudian dikocok dan didiamkan selama 5 menit. Campuran lalu diukur nilai absorbansinya pada panjang gelombang 300-500 nm dengan spektrofotometer UV-Vis. Percobaan ini dilakukan dua kali pengulangan (triplo). Kemudian dibuat kurva antara absorbansi dengan panjang gelombang. Dari kurva tersebut dapat diketahui panjang gelombang maksimum kompleks Ba(II)-Fenantrolin.

### **3.3.9 Pembuatan Kurva Kalibrasi**

Larutan standar Besi(III) dengan konsentrasi 1-12 ppm dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL. Ke dalam labu ukur masing-masing ditambahkan 1,5 mL larutan 1,10-Fenantrolin 500 ppm, 1,5 mL larutan buffer asetat pH 3,5 dan 5 mL aseton, kemudian ditambahkan aqua DM hingga volumenya 10 mL. Campuran tersebut kemudian dikocok dan didiamkan hingga 5 menit. Campuran lalu diukur nilai absorbansinya pada panjang gelombang maksimum dengan spektrofotometer UV-Vis. Percobaan ini dilakukan dua kali pengulangan (triplo). Kemudian dibuat kurva kalibrasi antara absorbansi dengan konsentrasi larutan Besi(III). Dari kurva tersebut didapat persamaan linieritasnya untuk menentukan  $r$  dan  $r^2$ .



### **3.3.10 Pengaruh Ion Kalsium(II) pada Analisa Campuran Besi(III)/Fenantrolin pada pH 3,5**

Larutan standar Besi(III) sebanyak 0,5 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, kemudian ditambahkan ke dalam labu dengan konsentrasi masing-masing 0 ppm; 0,1 ppm; 0,2 ppm; 0,3 ppm; 0,4 ppm; dan 0,5 ppm larutan Ca(II) 50 ppm, lalu ditambahkan 1,5 mL larutan 1,10-Fenantrolin 500 ppm, 1,5 mL larutan buffer asetat pH 3,5 dan 5 mL aseton, kemudian ditambahkan aqua DM hingga volumenya 10 mL. Campuran tersebut kemudian dikocok dan didiamkan selama 5 menit. Campuran lalu diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Percobaan ini dilakukan dua kali pengulangan (triplo).

### **3.3.11 Pengaruh Ion Barium(II) pada Analisa Campuran Besi(III)/Fenantrolin pada pH 3,5**

Larutan standar Besi(III) sebanyak 0,5 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, kemudian ditambahkan ke dalam labu dengan konsentrasi masing-masing 0 ppm; 0,1 ppm; 0,2 ppm; 0,3 ppm; 0,4 ppm; dan 0,5 ppm larutan Ba(II) 50 ppm, lalu ditambahkan 1,5 mL larutan 1,10-Fenantrolin 500 ppm, 1,5 mL larutan buffer asetat pH 3,5 dan 5 mL aseton, kemudian ditambahkan aqua DM hingga volumenya 10 mL. Campuran tersebut kemudian dikocok dan didiamkan selama 5 menit. Campuran lalu diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Percobaan ini dilakukan dua kali pengulangan (triplo).

## **BAB IV**

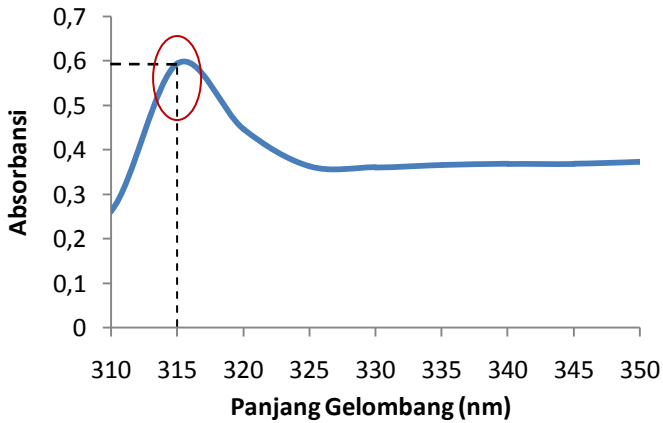
### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

#### **4.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Campuran FeCl<sub>3</sub>/Fenantrolin (C<sub>12</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>)**

Penentuan panjang gelombang maksimum dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Panjang gelombang maksimum adalah panjang gelombang dengan nilai absorbansi tertinggi, dimana pada absorbansi tertinggi merupakan daerah dengan sensitivitas tinggi, yaitu apabila terdapat sedikit perubahan konsentrasi akan terdeteksi. Percobaan ini dilakukan dengan menambah larutan Fe<sup>3+</sup> dengan larutan pengompleks 1,10-fenantrolin. Larutan tersebut ditambahkan larutan buffer asetat dengan pH 3,5 yang merupakan pH optimum untuk pembentukan senyawa kompleks (Lila, 2014). Selanjutnya ditambahkan aseton yang berfungsi untuk menjaga kestabilan campuran FeCl<sub>3</sub>/fenantrolin.

Campuran FeCl<sub>3</sub>/fenantrolin yang telah dibuat diukur panjang gelombangnya dengan spektrofotometer UV-Vis. Pada rentang panjang gelombang 300-500 nm dengan interval 1 nm didapatkan nilai absorbansi maksimum sebesar 0,595. Pada panjang gelombang 315 nm, karena pada panjang gelombang tersebut terdapat absorbansi maksimum yang ditandai dengan adanya puncak tertinggi.

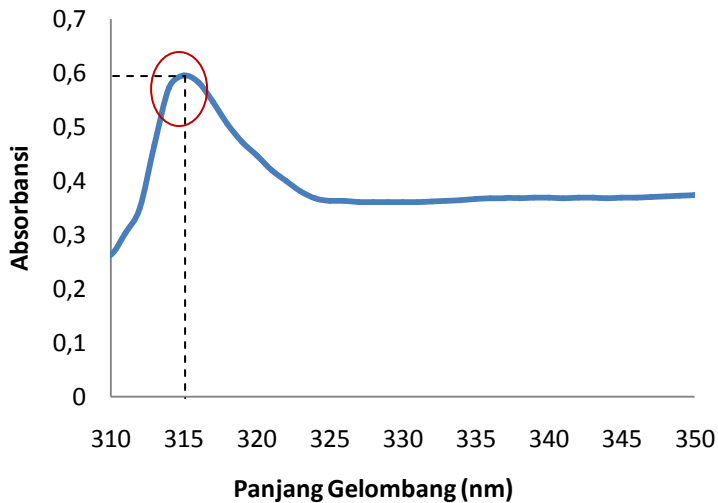
Pada pengukuran ini juga digunakan larutan blanko yang berupa semua bahan yang dipakai untuk membuat campuran kecuali Fe(III). Kurva yang didapat dari penentuan panjang gelombang maksimum FeCl<sub>3</sub>/fenantrolin dapat dilihat pada Gambar 4.1.



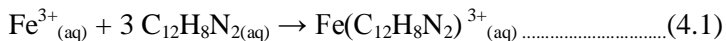
Gambar 4.1 Kurva Absorbansi Campuran  $\text{FeCl}_3$ /fenantrolin pada Panjang Gelombang 300-500 nm pada interval 5 nm

Pada Gambar 4.1 dapat dilihat bahwa panjang gelombang maksimum untuk campuran  $\text{FeCl}_3$ /fenantrolin adalah 315 nm pada interval 5 nm. Berdasarkan panjang gelombang tersebut diketahui bahwa campuran  $\text{FeCl}_3$ /fenantrolin tidak dapat membentuk senyawa kompleks secara sempurna dan stabil. Hal ini dikarenakan panjang gelombang maksimum  $\text{FeCl}_3$  dan fenantrolin tidak membentuk puncak baru yang merupakan bukti bahwa suatu senyawa dapat dikatakan sebagai senyawa kompleks. Untuk mengetahui lebih jelas pada panjang gelombang berapa absorbansi maksimum campuran  $\text{FeCl}_3$ /fenantrolin, maka interval panjang gelombang dipersempit menjadi 1 nm. Penjelasan kurva hasil penentuan panjang gelombang maksimum campuran  $\text{FeCl}_3$ /fenantrolin dengan interval 1 nm dapat dilihat pada Gambar 4.2.

Senyawa 1,10-fenantrolin dapat bereaksi dengan beberapa jenis logam. Salah satunya adalah dengan  $\text{Fe(III)}$  yang dapat membentuk campuran  $\text{FeCl}_3$ /fenantrolin yang dapat ditentukan secara spektrofotometri dengan reaksi :



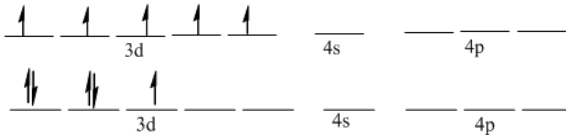
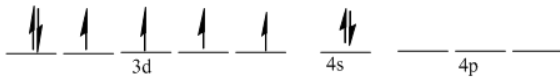
Gambar 4.2 Kurva Absorbansi Campuran Fe(III)-fenantrolin pada Panjang Gelombang 300-500 nm pada interval 1 nm



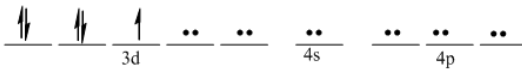
Reaksi 1,10-fenantrolin dengan Fe(III) tidak memberikan warna larutan yang intensif yang menunjukkan bahwa  $\text{FeCl}_3$ /fenantrolin tidak dapat membentuk kompleks. Hal ini dibuktikan dengan perbedaan nilai panjang gelombang maksimum yang didapatkan. Berdasarkan penelitian panjang gelombang maksimum  $\text{FeCl}_3$  yang didapatkan adalah 297 nm, sedangkan panjang gelombang maksimum fenantrolin adalah 292 nm.

Besi adalah salah satu logam transisi. Konfigurasi elektron dan hibridisasi pada logam Fe adalah sebagai berikut :

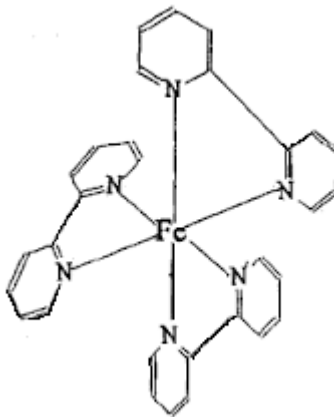




### Fe(III)-fenantrolin



Dari konfigurasi elektron pada logam Fe, maka dapat membentuk struktur molekul oktahedral dengan 1,10-fenantrolin. Hal ini sama seperti struktur molekul yang dimiliki oleh senyawa kompleks Fe(II)-fenantrolin seperti pada Gambar 4.3 dibawah ini :



Gambar 4.3 Struktur Oktahedral Fe(II)-fenantrolin

Hibridisasi dari senyawa kompleks Fe(II)-fenantrolin adalah  $sp^3d^2$  yang memberikan bentuk geometri oktahedral. Bentuk oktahedral dari Fe(II)-fenantrolin dapat dilihat pada Gambar 4.3 (Liu, 1996).

#### 4.2 Pembuatan Kurva Kalibrasi Campuran $FeCl_3$ /fenantrolin

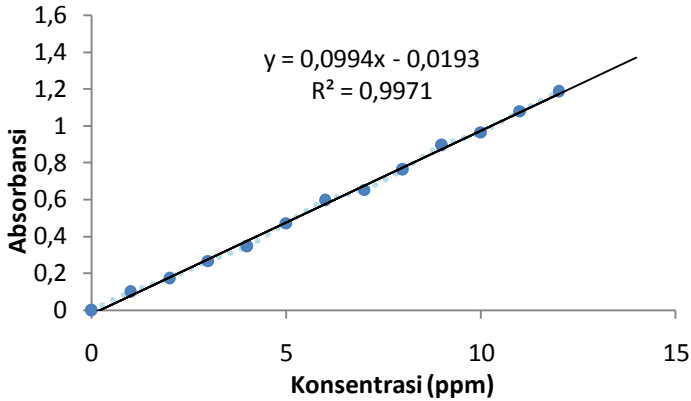
Pembuatan kurva kalibrasi dilakukan dengan mengukur absorbansi campuran  $FeCl_3$ /fenantrolin pada panjang gelombang maksimum yang telah diketahui sebelumnya yaitu 315 nm. Konsentrasi larutan  $Fe^{3+}$  yang digunakan pada kurva kalibrasi ini adalah 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, dan 12 ppm. Data absorbansi dapat dilihat pada Tabel 4.1 seperti dibawah ini.

Tabel 4.1 Data Absorbansi Campuran  $FeCl_3$ /fenantrolin

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
1	0,100
2	0,173
3	0,268
4	0,347
5	0,473
6	0,597
7	0,654
8	0,763
9	0,896
10	0,966
11	1,081
12	1,187

Setelah didapat data absorbansi masing-masing konsentrasi, maka dibuat kurva kalibrasi dengan sumbu x adalah konsentrasi besi (ppm) dan sumbu y adalah nilai absorbansinya

dan diperoleh persamaan garis dengan rumus  $y = 0,0994x - 0,0193$ .



Gambar 4.4 Kurva Kalibrasi  $\text{FeCl}_3$ /fenantrolin

Dari kurva kalibrasi pada Gambar 4.4, diketahui bahwa persamaan regresinya adalah  $y = 0,0994x - 0,0193$  dengan nilai  $r^2 = 0,9971$ . Berdasarkan nilai  $r^2 = 0,9971$ , nilai kisaran  $r^2$  berada pada rentang  $0,9 < r^2 < 1$ . Nilai  $r^2$  pada kurva kalibrasi adalah koefisien determinasi. Dari nilai koefisien determinasi ( $r^2$ ) tersebut didapatkan nilai koefisien korelasi ( $r$ ) sebesar 0,9984. Nilai ini menandakan bahwa semua titik terletak pada garis lurus yang lerengnya positif karena nilai tersebut mendekati +1 yang menunjukkan bahwa terdapat korelasi yang erat antara absorbansi dan konsentrasi.

### 4.3 Pengaruh Ion Pengganggu pada Analisa Campuran $\text{FeCl}_3$ /fenantrolin pada pH 3,5

#### 4.3.1 Pengaruh Ion $\text{Ca}^{2+}$

Pada penelitian analisis campuran  $\text{FeCl}_3$ /fenantrolin yang telah dilakukan, diketahui bahwa campuran  $\text{FeCl}_3$ /fenantrolin dapat diganggu dengan adanya ion-ion pengganggu lainnya, hal

tersebut ditandai dengan adanya kenaikan atau penurunan nilai absorbansi pada campuran  $\text{FeCl}_3$ /fenantrolin.

Pada penelitian ini, ion pengganggu yang dipilih adalah ion  $\text{Ca}^{2+}$ . Ca pada umumnya ditemukan dalam bilangan oksidasi II. Ion  $\text{Ca}^{2+}$  dapat mengganggu analisa  $\text{Fe}^{3+}$  pada konsentrasi 0,3 ppm. Hal ini dapat dibuktikan pada Tabel 4.2 dengan nilai *recovery* yang didapatkan pada konsentrasi tersebut mulai mengalami penurunan. Sedangkan batas *recovery* yang baik adalah 80-120% (Burgess, 2000).

Berdasarkan data konsentrasi Fe(III) yang terukur tersebut dapat dilihat % *recovery*, dimana % *recovery* ini menunjukkan pada konsentrasi berapa ion Ca(II) mulai mengganggu. Data penurunan % *recovery* dapat dilihat pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Data Penurunan Absorbansi dan *Recovery* Setelah Penambahan Ion Ca(II)

Ca(II) ppm	Absorbansi	Fe(III) terukur (ppm)	Recovery (%)
0	0,7153	7,3907	0,9854
0,1	0,6870	7,1056	0,9474
0,2	0,5823	6,0526	0,8070
0,3	0,4710	4,9326	0,6577
0,4	0,3873	4,0909	0,5455
0,5	0,3020	3,2323	0,4300

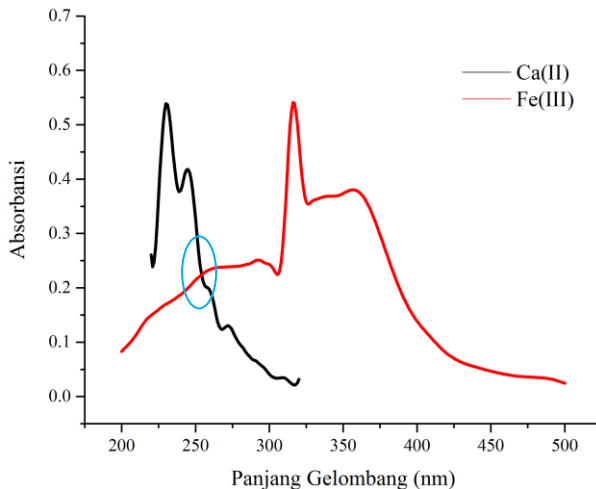
Dapat dilihat pula pengaruh ion  $\text{Ca}^{2+}$  terhadap analisis campuran  $\text{FeCl}_3$ /fenantrolin tidak hanya pada penurunan absorbansi dan nilai % *recovery* saja, bisa juga dilihat dari panjang gelombang maksimum ion tersebut secara UV-Vis. Panjang gelombang maksimum untuk ion  $\text{Ca}^{2+}$  adalah 230 nm. Pengukuran dilakukan sebanyak tiga kali pengulangan.

Pengukuran panjang gelombang maksimum campuran  $\text{FeCl}_3$ /fenantrolin dilakukan untuk mengetahui seberapa besar pengaruh ion  $\text{Ca}^{2+}$  tersebut dapat mengganggu analisa besi(III).



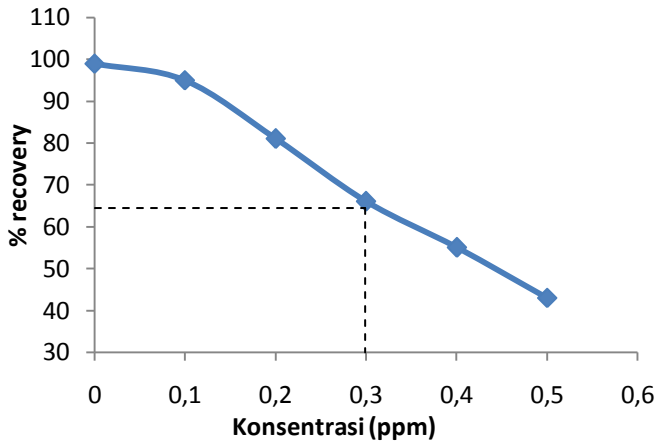
Dari panjang gelombang maksimum yang telah didapatkan dari kedua campuran tersebut, maka campuran  $\text{CaCl}_2$ /fenantrolin dengan  $\text{FeCl}_3$ /fenantrolin didapat grafik yang bersinggungan. Grafik yang bersinggungan ini merupakan hasil bahwa campuran  $\text{CaCl}_2$ /fenantrolin tersebut dapat dikatakan mengganggu analisa campuran dari  $\text{FeCl}_3$ /fenantrolin seperti pada Gambar 4.5.

Grafik yang bersinggungan tersebut terjadi akibat adanya perbedaan panjang gelombang maksimum campuran  $\text{FeCl}_3$ /fenantrolin dengan  $\text{CaCl}_2$ /fenantrolin.



Gambar 4.5 Hubungan Konsentrasi Campuran  $\text{CaCl}_2$ /fenantrolin dengan  $\text{FeCl}_3$ /fenantrolin

Berdasarkan pada Tabel 4.2, dapat dilihat bahwa ion  $\text{Ca(II)}$  dapat mengganggu analisa campuran  $\text{FeCl}_3$ /fenantrolin dengan menurunkan nilai absorbansi. Ion  $\text{Ca(II)}$  mulai mengganggu pada konsentrasi 0,3 ppm dengan nilai *recovery* sebesar 65,67%.



Gambar 4.6 Hasil Recovery dengan Konsentrasi Ion Ca(II)

Dari Gambar 4.6 diatas, dapat dilihat bahwa hubungan garis antara konsentrasi campuran  $\text{CaCl}_2$ /fenantrolin dan  $\text{FeCl}_3$ /fenantrolin bersinggungan. Hal ini dapat diartikan bahwa ion  $\text{Ca}^{2+}$  mengganggu analisa pada campuran  $\text{FeCl}_3$ /fenantrolin.

#### 4.3.2 Pengaruh Ion $\text{Ba}^{2+}$

Pemilihan ion  $\text{Ba}^{2+}$  sebagai ion pengganggu dalam analisa besi(III) ini bertujuan untuk mengetahui konsentrasi campuran  $\text{FeCl}_3$ /fenantrolin yang mulai terganggu. Sama halnya dengan ion  $\text{Ca}^{2+}$ , Ba merupakan logam yang terletak pada golongan II.

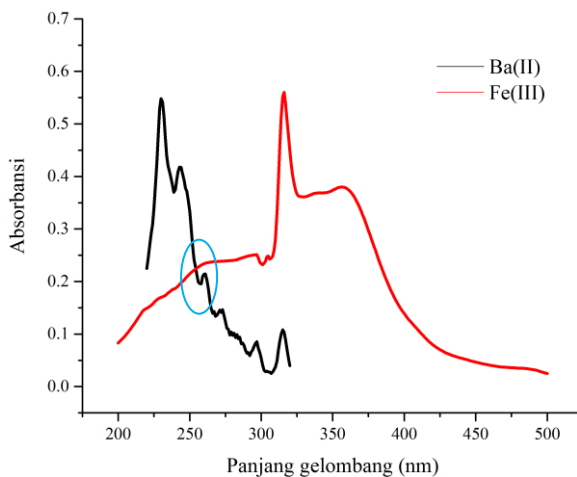
Ion  $\text{Ba}^{2+}$  juga mulai mengganggu analisa besi(III) pada konsentrasi 0,3 ppm. Besarnya konsentrasi tersebut sama besar dengan nilai konsentrasi ion  $\text{Ca}^{2+}$ . Namun, bukan berarti bahwa ion logam yang memiliki muatan sama dapat mengganggu analisa besi(III) pada konsentrasi yang sama juga. Hal ini dibuktikan dari hasil nilai *recovery* yang berbeda. Nilai *recovery* yang didapatkan dari hasil perhitungan dapat dilihat pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Data Absorbansi dan *Recovery* Setelah Penambahan Ion Ba<sup>2+</sup>

Ba(II) ppm	Absorbansi	Fe(III) terukur (ppm)	Recovery (%)	
0	0,71670	7,4041	0,9872	} 0,057
0,1	0,67400	6,9748	0,9300	
0,2	0,58233	6,0526	0,8070	} 0,123
0,3	0,47633	4,9863	0,6648	} 0,412
0,4	0,38700	4,0875	0,5450	} 0,120
0,5	0,29967	3,2089	0,4278	} 0,117

Panjang gelombang maksimum campuran BaCl<sub>2</sub>/fenantrolin adalah 230 nm. Besarnya panjang gelombang tersebut dipakai untuk menentukan gangguan ion Ba<sup>2+</sup> pada analisa besi(III). Dapat dilihat pula pengaruh ion Ba<sup>2+</sup> terhadap analisis campuran FeCl<sub>3</sub>/fenantrolin tidak hanya pada penurunan absorbansi dan nilai % *recovery* saja, bisa juga dilihat dari panjang gelombang maksimum ion tersebut secara UV-Vis.

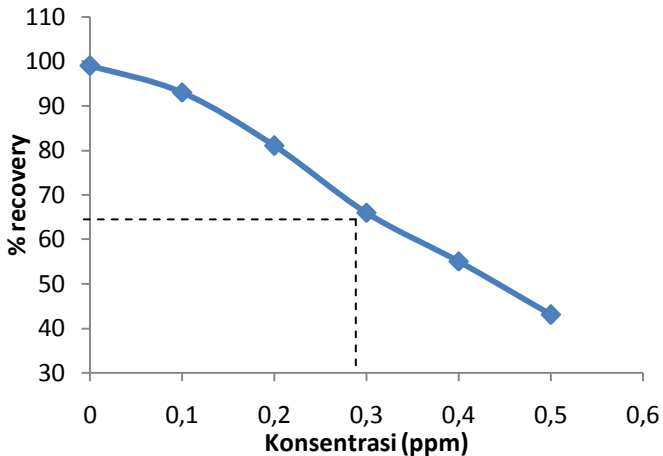
Dari panjang gelombang maksimum yang telah didapatkan dari kedua campuran tersebut, maka campuran BaCl<sub>2</sub>/fenantrolin dengan FeCl<sub>3</sub>/fenantrolin didapat grafik yang bersinggungan. Grafik yang bersinggungan ini merupakan hasil bahwa campuran CaCl<sub>2</sub>/fenantrolin tersebut dapat dikatakan mengganggu campuran FeCl<sub>3</sub>/fenantrolin seperti pada Gambar 4.7 dibawah ini.



Gambar 4.7 Hubungan Konsentrasi Campuran  $\text{BaCl}_2$ /fenantrolin dengan  $\text{FeCl}_3$ /fenantrolin

Berdasarkan Tabel 4.3, dapat dilihat bahwa ion  $\text{Ba}^{2+}$  mulai mengganggu analisa besi(III) pada konsentrasi 0,3 ppm dengan nilai *recovery* sebesar 66,48%. Nilai *recovery* yang baik adalah 80-120% (Burgess, 2000).

Dari data absorbansi pada Tabel 4.3, nilai absorbansi ion  $\text{Ba}^{2+}$  semakin menurun bersamaan dengan nilai *recovery*. Hal ini bertolak belakang dengan konsentrasi, karena dari data tersebut semakin besar konsentrasi maka semakin menurun nilai absorbansinya seperti pada Gambar 4.8. Hubungan antara hasil *recovery* yang didapatkan dengan konsentrasi pada ion  $\text{Ba}^{2+}$  adalah berkebalikan. Grafik dengan nilai absorbansi yang diperoleh adalah semakin menurun.



Gambar 4.8 Hasil *Recovery* dengan Konsentrasi Ion Ba(II)

Oleh karena itu, ion  $Ba^{2+}$  sengaja ditambahkan pada analisa besi untuk mengetahui apakah ion  $Ba^{2+}$  dapat mengganggu analisa besi dan pada konsentrasi berapa ion tersebut mulai mengganggu.

#### 4.3.3 Perbandingan Ion Pengganggu Pada Analisa Besi

Hubungan antara ion pengganggu yang digunakan dalam penelitian ini sangat erat kaitannya dengan penurunan nilai absorbansi dan nilai *recovery* yang telah didapatkan.

Nilai *recovery* yang didapat adalah kurang dari 80%, dimana batas *recovery* yang baik adalah 80-120%. Dalam batas *recovery* yang digunakan untuk mengetahui kapan ion tersebut dapat dikatakan mengganggu yaitu ketika hasil nilai *recovery* yang didapat < 80% atau > 120%. Apabila nilai *recovery* yang didapatkan kurang dari 80%, ion tersebut dapat dikatakan mengganggu dan apabila nilai *recovery* yang didapat lebih dari 120%, maka ion tersebut juga dikatakan mulai mengganggu analisa suatu senyawa.

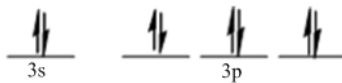
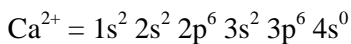
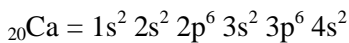
Berdasarkan penelitian ion pengganggu pada analisa besi telah didapatkan nilai perhitungan *recovery* untuk kedua ion

$Ba^{2+}$  dan  $Ca^{2+}$ . Hasil nilai *recovery* yang telah didapatkan oleh kedua ion tersebut berbeda, dimana nilai *recovery* ion  $Ca^{2+}$  adalah 65,75% dan untuk ion  $Ba^{2+}$  adalah 66,48%. Nilai *recovery*  $Ba^{2+}$  lebih besar dibandingkan dengan nilai *recovery* yang dihasilkan oleh ion  $Ca^{2+}$  yaitu kurang dari 1%. Selisih nilai *recovery* yang kecil ini disebabkan dari penurunan nilai absorbansi kedua ion.

Ditinjau dari sistem periodik unsur golongan II, ion  $Ba^{2+}$  dan  $Ca^{2+}$  merupakan unsur yang keberadaannya di kerak bumi dalam bentuk senyawa. Hal ini dikarenakan unsur golongan II termasuk golongan yang reaktif. Jari-jari atom dan ion dari atas ke bawah semakin besar. Ion  $Ba^{2+}$  memiliki jari-jari yang lebih besar dibandingkan dengan ion  $Ca^{2+}$ . Hal ini dikarenakan nomor atom Ba lebih besar dibandingkan dengan Ca.

Unsur golongan IIA stabil dalam bentuk ionnya karena memiliki konfigurasi elektron yang sama dengan gas mulia. Dari sifat keelektronegatifan dari atas ke bawah semakin kecil. Terkait dengan sifat keelektronegatifan ion  $Ba^{2+}$  memiliki sifat keelektronegatifan yang lebih kecil dibandingkan dengan ion  $Ca^{2+}$ .

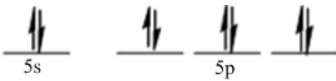
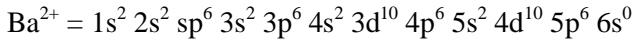
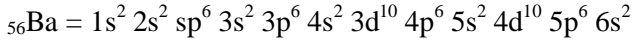
Berdasarkan penelitian ini, ion  $Ba^{2+}$  dan  $Ca^{2+}$  dikomplekskan dengan 1,10-fenantrolin untuk mengganggu proses analisa besi(III). Konfigurasi elektron antara ion  $Ca^{2+}$  dengan 1,10-fenantrolin adalah sebagai berikut :



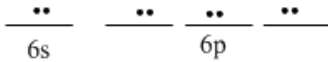
$CaCl_2$ /fenantrolin

Berdasarkan konfigurasi elektron ion  $\text{Ca}^{2+}$  dengan 1,10-fenantrolin akan membentuk hibridisasi  $sp^3$ , dimana struktur molekulnya sama tetrahedral.

Sedangkan untuk ion  $\text{Ba}^{2+}$  apabila dicampurkan dengan 1,10-fenantrolin, maka hibridisasinya sebagai berikut :



$\text{BaCl}_2/\text{fenantrolin}$

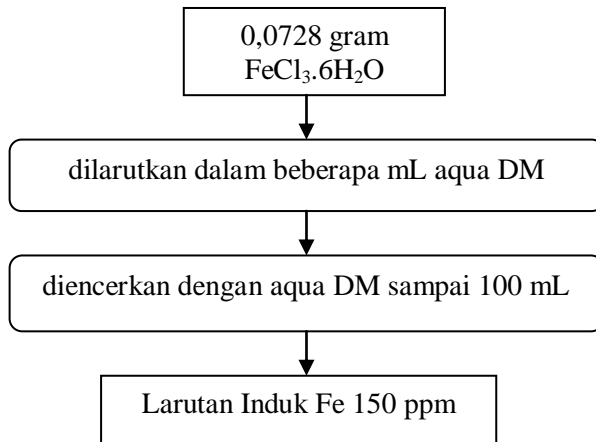


Hibridisasi ion  $\text{Ca}^{2+}$  dengan 1,10-fenantrolin membentuk struktur molekul yang sama dengan ion  $\text{Ba}^{2+}$ , yaitu tetrahedral. Hal ini dikarenakan ion  $\text{Ba}^{2+}$  dan  $\text{Ca}^{2+}$  termasuk kedalam golongan yang sama. Dapat dikatakan bahwa konfigurasi elektron dan hibridisasi dari kedua ion tersebut sama.

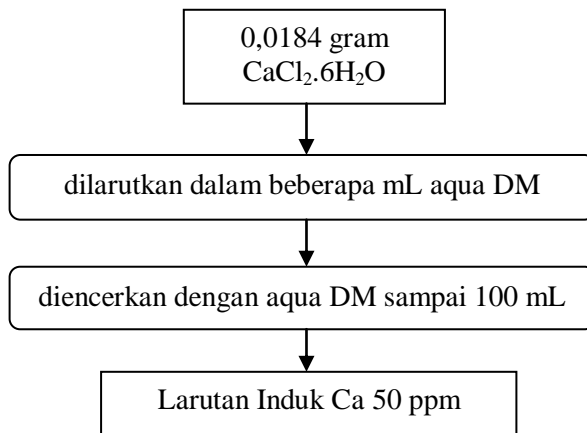
Oleh karena itu, jika dihubungkan dengan nilai *recovery* yang telah didapatkan dari kedua ion  $\text{Ba}^{2+}$  dan  $\text{Ca}^{2+}$  yaitu sama-sama berada pada batas kurang dari 80%. Hal ini diartikan bahwa kedua ion tersebut sama-sama mengganggu analisa campuran  $\text{FeCl}_3/\text{fenantrolin}$ . Perbedaan antara ion  $\text{Ba}^{2+}$  dan  $\text{Ca}^{2+}$  yang digunakan sebagai ion pengganggu pada analisa  $\text{FeCl}_3/\text{fenantrolin}$  ini terletak pada perbedaan nilai *recovery* yang dihasilkan.

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

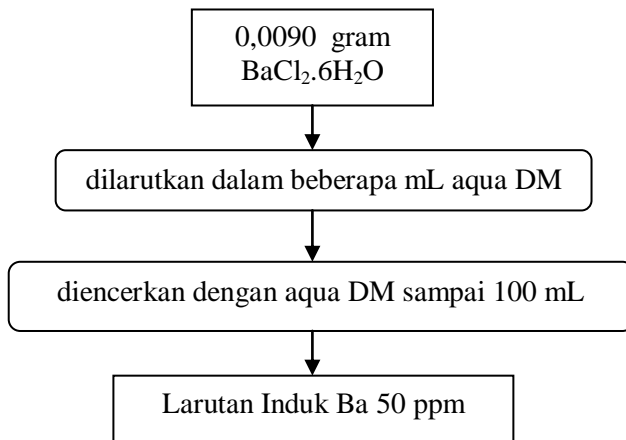
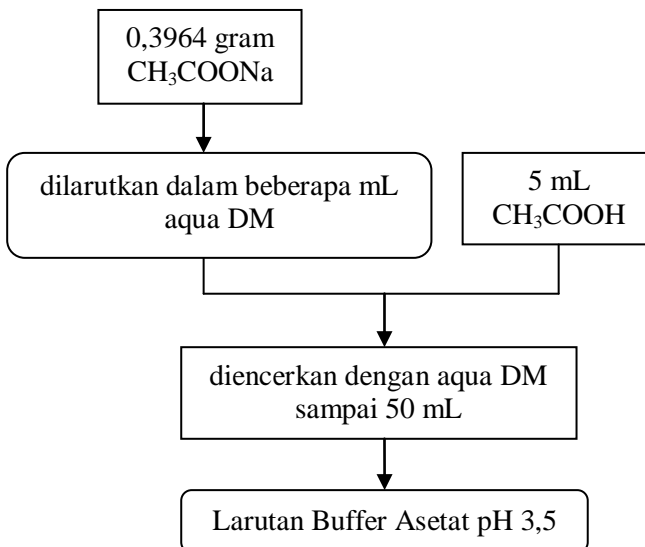
**A. Pembuatan Larutan Standar Besi(III) 150 ppm**



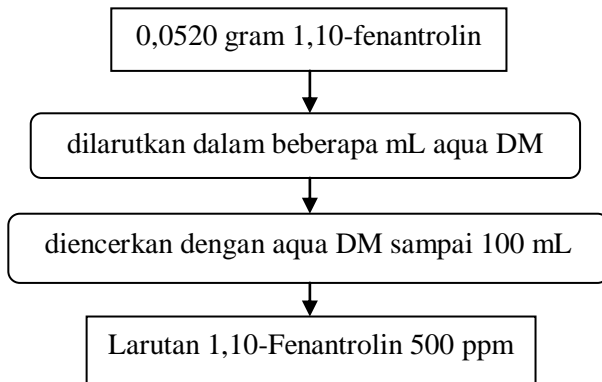
**B. Pembuatan Larutan Standar Ca(II) 50 ppm**



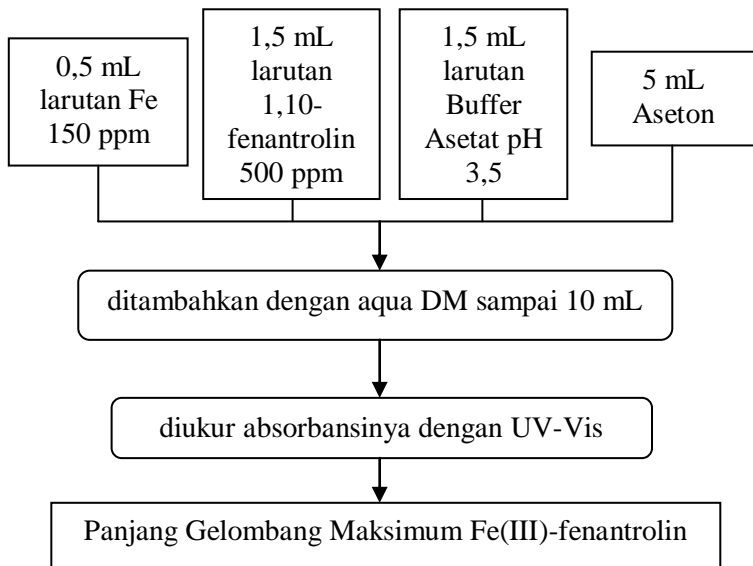


**C. Pembuatan Larutan Standar Ba(II) 50 ppm****D. Pembuatan Larutan Buffer Asetat pH 3,5**

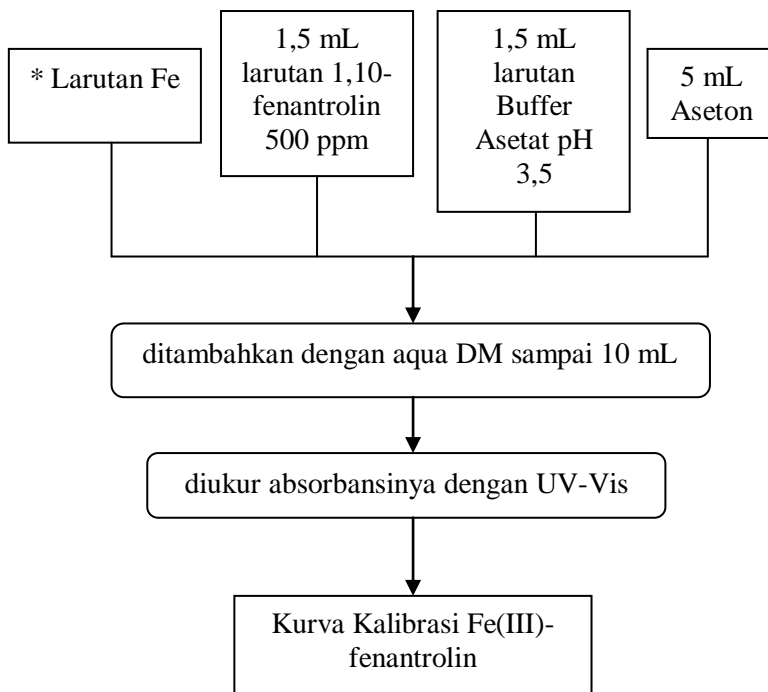
### E. Pembuatan Larutan 1,10-Fenantrolin 500 ppm



### F. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Besi(III)-fenantrolin



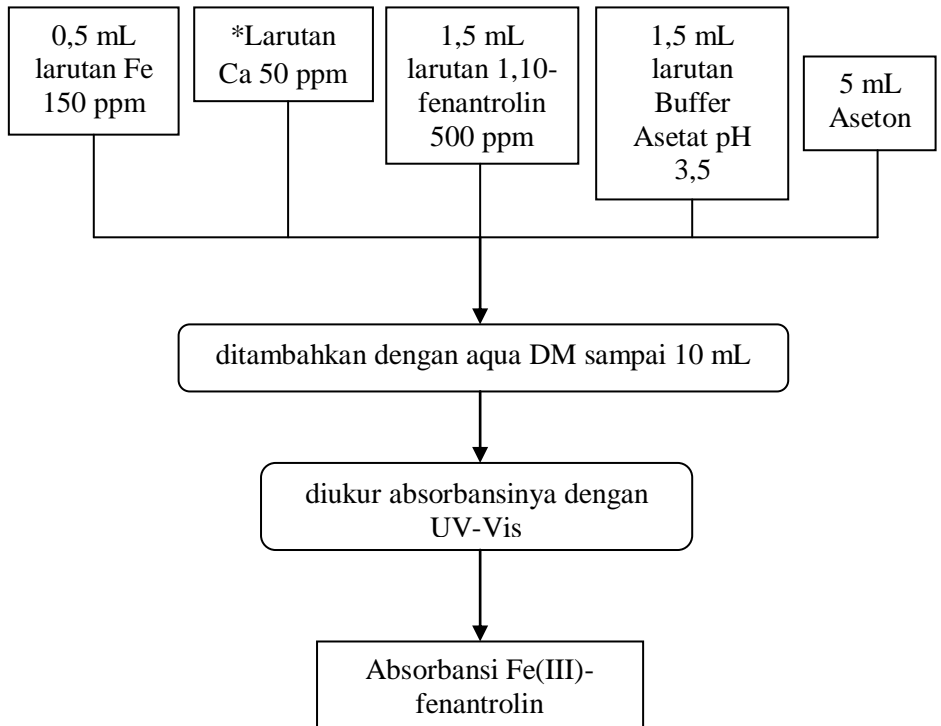
### G. Pembuatan Kurva Kalibrasi



Keterangan :

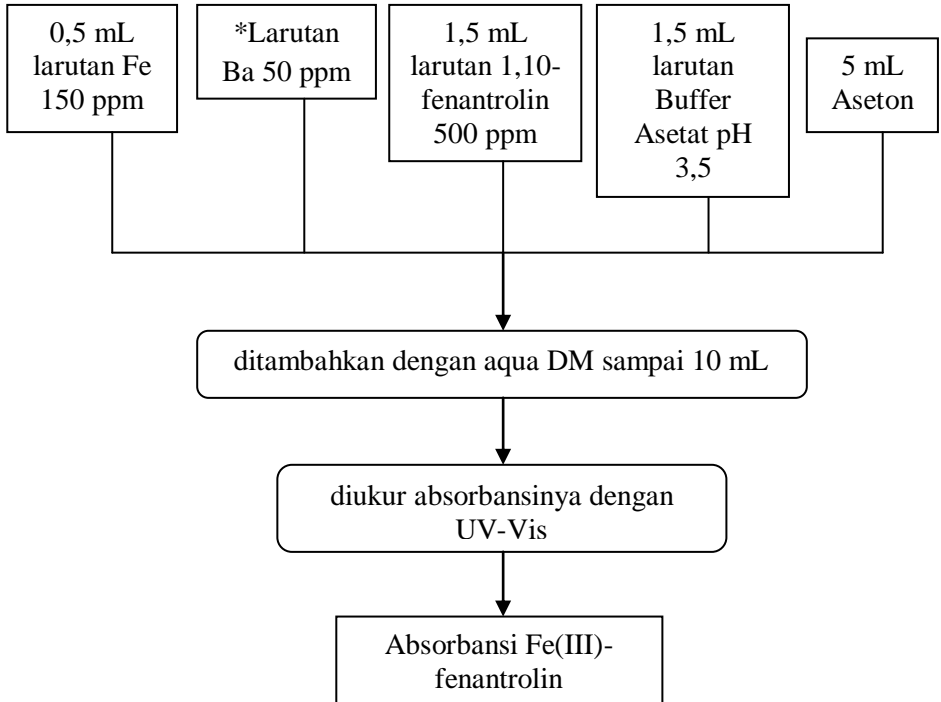
\*Larutan Fe 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12 ppm

## H. Pengaruh Ion Ca(II) Pada Analisa Besi



Keterangan : \*larutan Ca 0 ; 0,1 ; 0,2 ; 0,3 ; 0,4 ; 0,5 ppm

## I. Pengaruh Ion Ba(II) Pada Analisa Besi



Keterangan : \*larutan Ba 0 ; 0,1 ; 0,2 ; 0,3 ; 0,4 ; 0,5 ppm

## LAMPIRAN B

### PERHITUNGAN PEMBUATAN LARUTAN

#### 1. Pembuatan Larutan Standar $\text{Fe}^{3+}$ 150 ppm

Perhitungan pembuatan larutan standar  $\text{Fe}^{3+}$  150 ppm adalah :

$$\begin{aligned} 150 \text{ ppm} &= 150 \text{ mg/L} \\ &= 150 \text{ mg}/100\text{mL} \\ &= 15 \text{ mg}/100 \text{ mL} \end{aligned}$$

Massa  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  yang dibutuhkan untuk membuat larutan standar  $\text{Fe}^{3+}$  adalah :

$$\begin{array}{rcl} \frac{\text{Ar Fe}}{\text{Mr FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} & = & \frac{\text{Massa Fe}}{\text{Massa FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} \\ \frac{55,85 \text{ gram/mol}}{270,3 \text{ gram/mol}} & = & \frac{15 \text{ mg}}{x \text{ mg}} \\ x & = & 72,59623 \text{ mg} \\ x & = & 0,0726 \text{ gram} \end{array}$$

Jadi, massa  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  yang diperlukan adalah 0,0726 gram dalam 100 mL larutan untuk mendapatkan konsentrasi 150 ppm.

## 2. Pembuatan Larutan 1,10-Fenantrolin 500 ppm

$$\begin{aligned}
 500 \text{ ppm} &= 500 \text{ mg/L} \\
 &= 500 \text{ mg}/100\text{mL} \\
 &= 50 \text{ mg}/100 \text{ mL} \\
 &= 0,05 \text{ gram}/100 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

Jadi, massa 1,10-fenantrolin yang diperlukan adalah 0,05 gram dalam 100 mL larutan untuk mendapatkan konsentrasi 500 ppm.

## 3. Pembuatan Larutan Buffer Asetat pH 3,5

Perhitungan pembuatan larutan buffer asetat adalah :

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

Kemudian dirubah dalam bentuk molar, maka :

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

Asam asetat 100% diambil 5 mL dan diencerkan sampai 50 mL, maka molaritasnya adalah :

$$\begin{aligned}
 M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\
 5 \text{ mL} \times 17,47 \text{ M} &= M_2 \times 50 \text{ mL} \\
 M_2 &= 1,747 \text{ M}
 \end{aligned}$$

Sehingga, mol  $\text{CH}_3\text{COOH}$  yang didapat adalah :

$$\begin{aligned}
 n \text{ CH}_3\text{COOH} &= M \times V \\
 &= 1,747 \text{ M} \times 0,05 \text{ L} \\
 &= 0,08735 \text{ mol}
 \end{aligned}$$

Sehingga, massa  $\text{CH}_3\text{COONa}$  yang diperlukan untuk membuat buffer asetat pH 3,5 adalah :

$$\begin{aligned}
 [\text{H}^+] &= K_a \times \frac{n \text{ asam}}{n \text{ garam}} \\
 10^{-3,5} &= \frac{1,75 \cdot 10^{-5} \times 0,008735 \text{ mol}}{x \text{ mol}} \\
 x &= \frac{1,75 \cdot 10^{-5} \times 0,008735 \text{ mol}}{10^{-3,5}} \\
 x &= 0,00483 \text{ mol}
 \end{aligned}$$

Massa  $\text{CH}_3\text{COONa}$  anhidrat yang diperlukan adalah :

$$\begin{aligned}
 \text{Massa} &= \text{mol} \times \text{Mr} \\
 &= 0,00483 \text{ mol} \times 82,3 \text{ gram/mol} \\
 &= 0,3962 \text{ gram}
 \end{aligned}$$



#### 4. Pembuatan Larutan $\text{Ca}^{2+}$ 50 ppm

Perhitungan pembuatan larutan standar  $\text{Ca}^{2+}$  50 ppm adalah :

$$\begin{aligned} 50 \text{ ppm} &= 50 \text{ mg/L} \\ &= 50 \text{ mg}/1000 \text{ mL} \\ &= 5 \text{ mg}/100 \text{ mL} \end{aligned}$$

$$\begin{array}{rcl} \frac{\text{Ar Ca}}{\text{Mr CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} &= & \frac{\text{Massa Ca}}{\text{Massa CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} \\ \frac{40,078 \text{ gram/mol}}{70,906 \text{ gram/mol}} &= & \frac{5 \text{ mg}}{x \text{ mg}} \\ x &= & 18,33724 \text{ mg} \\ x &= & 0,01834 \text{ gram} \end{array}$$

Jadi, massa  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  yang diperlukan adalah 0,01834 gram dalam 100 mL larutan untuk mendapatkan konsentrasi 50 ppm.

#### 5. Pembuatan Larutan $\text{Ba}^{2+}$ 50 ppm

$$\begin{aligned} 50 \text{ ppm} &= 50 \text{ mg/L} \\ &= 50 \text{ mg}/1000 \text{ mL} \\ &= 5 \text{ mg}/100 \text{ mL} \end{aligned}$$

$$\begin{array}{rcl}
 \frac{\text{Ar Ba}}{\text{Mr BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} & = & \frac{\text{Massa Ba}}{\text{Massa BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} \\
 \frac{137,327 \text{ gram/mol}}{244,233 \text{ gram/mol}} & = & \frac{5 \text{ mg}}{x \text{ mg}} \\
 x & = & 8,8923882 \text{ mg} \\
 x & = & 0,0089 \text{ gram}
 \end{array}$$

Jadi, massa  $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  yang diperlukan adalah 0,0089 gram dalam 100 mL larutan untuk mendapatkan konsentrasi 50 ppm.

**LAMPIRAN C**  
**PERHITUNGAN NILAI RECOVERY ANALISA**  
**BESI**

Dihitung nilai rata-rata dari nilai absorbansi yang didapat setelah dilakukan pengukuran 3 kali.

Pada konsentrasi Ca(II) 0,0 ppm : 0,715; 0,716; 0,715  
 Nilai absorbansi rata-rata :

$$\frac{0,715 + 0,716 + 0,715}{3} = 0,715333333$$

Tabel C.1 Hasil Perhitungan Rata-rata Absorbansi

Ca(II) ppm	Absorbansi	Rata-rata
0	0,715	0,71533
	0,716	
	0,715	
0,1	0,687	0,6870
	0,688	
	0,686	
0,2	0,582	0,5823
	0,583	
	0,582	
0,3	0,472	0,4710
	0,470	
	0,471	
0,4	0,386	0,3873
	0,388	
	0,388	
0,5	0,301	0,3020
	0,303	
	0,302	

Berdasarkan nilai absorbansi rata-rata maka dapat dicari konsentrasi Fe(III) yang terukur berdasarkan persamaan regresi

$$y = 0,0994x - 0,0193$$

Dengan y sebagai nilai absorbansi dan x sebagai konsentrasi. Perhitungan nilai ppm yang terukur adalah :

$$0,715333333 = 0,0094x - 0,0193$$

$$x = \frac{0,715333333 - 0,0193}{0,0094}$$

$$x = 7,390677398 \text{ ppm}$$

Dari hasil nilai ppm yang terukur maka kita dapat menghitung nilai recovery dari Fe(III) untuk 0 ppm tersebut dengan cara :

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

$$\% \text{ recovery} = \frac{7,390677398}{7,5} \times 100\%$$

$$\% \text{ recovery} = 0,985423653 \%$$

Hasil nilai konsentrasi Fe(III) yang terukur dan nilai % recovery selanjutnya dapat dilihat pada tabel.

Tabel C.2 Hasil Perhitungan % Recovery  $\text{Ca}^{2+}$ 

Ca(II) ppm	Absorbansi	Fe(III) terukur (ppm)	Recovery (%)
0	0,7153	7,390677398	0,985423653
0,1	0,6870	7,105633803	0,947417840
0,2	0,5823	6,052649229	0,807019897
0,3	0,4710	4,932595573	0,657679410
0,4	0,3873	4,090878605	0,545450481
0,5	0,3020	3,232339436	0,430985915

Tabel C.3 Hasil Perhitungan % Recovery  $\text{Ba}^{2+}$ 

Ba(II) ppm	Absorbansi	Fe(III) terukur (ppm)	Recovery (%)
0	0,71667	7,404091214	0,987212162
0,1	0,67400	6,974849095	0,929979879
0,2	0,58233	6,052649229	0,807019897
0,3	0,47633	4,986250838	0,664833445
0,4	0,38700	4,087525151	0,545003353
0,5	0,29967	3,208920188	0,427856025

**LAMPIRAN D**  
**PANJANG GELOMBANG MAKSIMUM 1,10-**  
**FENANTROLIN**

PanjangGelomban g (nm)	Absorbans i	PanjangGelomban g (nm)	Absorbans i
200	0.236	225	0.334
201	0.209	226	0.328
202	0.183	227	0.344
203	0.188	228	0.385
204	0.238	229	0.421
205	0.272	230	0.424
206	0.249	231	0.397
207	0.209	232	0.351
208	0.273	233	0.378
209	0.199	234	0.355
210	0.233	235	0.363
211	0.225	236	0.391
212	0.253	237	0.411
213	0.25	238	0.419
214	0.245	239	0.49
215	0.261	240	0.497
216	0.286	241	0.544
217	0.322	242	0.646
218	0.307	243	0.7
219	0.285	244	0.749
220	0.29	245	0.806
221	0.231	246	0.887
222	0.308	247	1.025
223	0.302	248	1.122
224	0.345	249	1.151

PanjangGelomban g (nm)	Absorbans i
250	1.184
251	1.268
252	1.302
253	1.391
254	1.465
255	1.447
256	1.571
257	1.649
258	1.757
259	1.89
260	2.046
261	2.102
262	2.084
263	2.112
264	2.15
265	2.181
266	2.273
267	2.345
268	2.406
269	2.465
270	2.493
271	2.643
272	2.748
273	2.726
274	2.762
275	2.791
276	2.817
277	2.913
278	2.957

PanjangGelomban g (nm)	Absorbans i
279	2.951
280	2.998
281	3.092
282	3.171
283	3.2
284	3.239
285	3.252
286	3.283
287	3.264
288	3.306
289	3.326
290	3.384
291	3.345
<b>292</b>	<b>3.438</b>
293	3.378
294	3.43
295	3.389
296	3.351
297	3.435
298	3.388
299	3.395
300	3.379
301	3.307
302	3.177
303	2.994
304	2.735
305	2.487
306	2.336
307	2.257

PanjangGelombang (nm)	Absorbansi
308	2.22
309	2.198
310	2.152
311	2.042
312	1.887
313	1.749
314	1.608
315	1.514
316	1.446
317	1.363
318	1.291
319	1.25
320	1.238
321	1.269
322	1.336
323	1.394
324	1.388
325	1.311
326	1.19
327	1.047
328	0.933
329	0.831
330	0.747
331	0.669
332	0.584
333	0.501
334	0.425
335	0.358

PanjangGelombang (nm)	Absorbansi
336	0.303
337	0.26
338	0.233
339	0.214
340	0.195
341	0.17
342	0.144
343	0.116
344	0.088
345	0.071
346	0.055
347	0.043
348	0.034
349	0.026
350	0.02
351	0.016
352	0.013
353	0.011
354	0.009
355	0.008
356	0.006
357	0.005
358	0.004
359	0.003
360	0.002



## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

Berdasarkan hasil penelitian diperoleh kesimpulan bahwa analisa besi(III) dengan pengompleks 1,10-fenantrolin pada pH 3,5 tidak dapat membentuk senyawa kompleks dan dapat diganggu oleh ion Ca(II) dan Ba(II) dengan menurunnya nilai absorbansi. Konsentrasi ion Ca(II) mulai mengganggu analisa besi pada 0,3 ppm dengan nilai *recovery* 65,76%, dan ion Ba(II) mulai mengganggu analisa besi pada konsentrasi 0,3 ppm dengan nilai *recovery* sebesar 66,48%.

#### **5.2. Saran**

Saran untuk penelitian selanjutnya adalah perlu dilakukan penelitian yang berhubungan dengan menggunakan ion pengganggu lainnya.

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

## DAFTAR PUSTAKA

- Almatsier S. (2002). *Prinsip Dasar Ilmu Gizi*. Jakarta: Gramedia Pustaka Utama.
- Amalia. (2004). *Optimasi pH Buffer Asetat dan Konsentrasi Larutan Pereduksi Natrium Tiosulfat dalam Penentuan Kadar Besi Secara Spektrofotometri UV-Vis*. Surabaya: Tugas akhir.
- Arifin, dkk. (2006). *Validasi Metode Analisis Logam Copper (Cu) dan Plumbum (Pb) Dalam Jagung Dengan Cara Spektrofotometer Serapan Atom*. Balai Penelitian Veteriner, Fakultas Farmasi, Universitas Pancasila, Jakarta.
- Basset, J. (1991). *Buku Ajar Vogel : Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik*. Jakarta : Penerbit Buku Kedokteran egc.
- Brady, J. (2002). *Kimia Universitas : Asas dan Struktur. 1st ed*. Jakarta: Binarupa Aksara.
- Burgess, C. (2000). *Valid Analytical Methods and Procedures*. UK: The royal society of chemistry.
- Canham, G.R., dan Overtone, T. (2003). *Descirptive Inorganic Chemistry, Third Edition*. New York: WH. Freeman and Company.
- Chang, Raymond. (2005). *Chemistry Ninth Edition*. New York: Mc Graw Hill.

- Cotton F., Wilkinson G. And Gauss P.L. (1987). *Basic Inorganic Chemistry. 5th ed.* New York: John Wiley and Sons.
- Eriko. (2007). *Studi Perbandingan Penambahan Agen Penopeng Tartrat dan EDTA dalam Penentuan Kadar Besi pada pH 4,5 dengan Pengompleks Orto Fenantrolin secara Spektrofotometri UV-VIS.* Surabaya: Tugas Akhir.
- Hidayati, N. (2010). *Penentuan Panjang Gelombang, Kurva Kalibrasi dan Uji Presisi Terhadap Senyawa Kompleks Fe(II)-Fenantrolin.* Mulawarman scientific. Vol. 9, No. 2.
- King, R. Bruce. (2005). *Encyclopedia of Inorganic Chemistry.* New York: John Wiley & Sons.
- Lila, L., Ricma, Rr. (2014). *Penentuan Kondisi Optimum pada Pembentukan Kompleks Fe(III)-Fenantrolin Dengan Spektrofotometri UV-Vis,* Tugas Akhir, Jurusan Kimia, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.
- Liu C., Ye X., Zhan R. and Wu Y. (1996). *Phenol Hydroxylation by Iron(II)-phenanthroline : The Reaction Mechanism.* Journal of Molecular Catalysis A: Chemical 112, 15-22.

- Lewis, R. J. (1999). *Sax's Dangerous Properties of Industrial Materials*, 10<sup>th</sup> ed., A Wiley-Interscience Publication, John Wiley & Sons, Inc. Toronto, p. 345.
- Pauling L. (1988). *General Chemistry. 3rd ed.* New York: Dover.
- Pourreza, N, dan Mousavi, H. Z. (2004). *Solid Phase Preconcentration of Iron as Methylthymol Blue Complex on Naphthalene Tetraoctylammonium Bromide Adsorbent with Subsequent Flame Atomic Absorption Determination*. Talanta Vol. 64, pp. 264–267.
- Rivai, H. (1995). *Asas Pemeriksaan Kimia*. Jakarta : UI Press.
- Sandell E. B. (1959). *Colorimetric Determination of Traces of Metals. 3rd ed.* New York, London: Interscience Publishers Inc.
- Shabaan. (2012). *Synthesis and Characterization of 1,10-Phenantroline-2,9-Dicarbaldehyde-Bis-(thiosemicarbazone)*. Asian Journal of Chemistry. Vol. 24, no. 6, pp. 2819-2820.
- Shriver D. F. (1940). *Inorganic Chemistry*. New York: W.H. Freeman and Company.
- Svehla, G. (1985). *Vogel : Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro*. Jakarta : PT. Kalman media pustaka.

- Underwood A. L. And Day J. R. (2002). *Analisa Kimia Kuantitatif*. 4th ed., Jakarta : Erlangga.
- Vogel, A. I, and Mendham. J. (2000). *Vogel's Textbook of Quantitative Chemical Analysis*. USA: Prentice Hall.
- Vogel, A.I. (1990). *Analisa Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro, Edisi Kelima*. Penerjemah: Setiono dan Hadyana Pudjaatmaka. Jakarta: PT. Kalman Media Pustaka.
- Wang, S. (2011). *Studi Gangguan  $Cu^{2+}$  Pada Analisa Besi(III) Dengan Pengompleks 1,10-Fenantrolin Pada pH 3,5 Secara Spektrofotometri UV-Vis*, Tugas Akhir, Jurusan Kimia, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.
- Wardani, L.A. (2012). *Validasi Metode Analisis dan Penentuan Kadar Vitamin C Pada Minuman Buah Kemasan dengan Spektrofotometer UV-Vis*. Jakarta: FMIPA-UI.

## BIODATA PENULIS



Penulis dilahirkan di Surabaya, 21 Maret 1994 dengan nama lengkap Nurhati Dewi Kusuma. Pendidikan formal yang telah ditempuh oleh penulis, yaitu di SD Hang Tuah 1 Surabaya, SMP Negeri 5 Surabaya dan SMA Takmiriah Surabaya. Penulis di terima di jurusan Kimia ITS Surabaya pada tahun 2012 melalui jalur Mandiri ITS, dan terdaftar dengan NRP. 1412 100 110. Di Jurusan Kimia ini, Penulis mengambil bidang minat

Instrumentasi dan Sains Analitik dibawah bimbingan Drs. R. Djarot Sugiarto, K.S., M.S. Penulis pernah aktif dalam Himpunan Mahasiswa Kimia (HIMKA), mendapat Juara 1 Bola Voli dalam rangka Dies Natalies - ITS serta pernah menjadi perwakilan ITS dalam Pekan Ilmiah Mahasiswa Nasional 27 Semarang pada kategori Program Kreativitas Mahasiswa Kewirausahaan. Penulis dapat dihubungi melalui e-mail [nurhatidewikusuma@gmail.com](mailto:nurhatidewikusuma@gmail.com).

*“Halaman ini sengaja dikosongkan”*