

ANALISIS GANGGUAN KALSIMUM PADA BESI DENGAN KONDISI PH 4,5 MENGGUNAKAN PENGOMPLEKS 1,10-FENANTROLIN DENGAN SPEKTROFOTOMETER UV-VIS

Nama : Sofia Valentina Nosita
NRP : 1409 100 058
Jurusan : Kimia
Dosen Pembimbing : Drs. R. Djarot Sugiarto K. S., M.S.

Abstrak

Analisa besi ini dilakukan dengan mereduksi besi(III) menggunakan natrium tiosulfat menjadi besi(II) dan dibuat menjadi senyawa kompleks dengan 1,10-fenantrolin pada pH 4,5 dengan cara menambahkan larutan buffer. Kompleks yang dihasilkan yaitu Fe(II)-fenantrolin yang berwarna merah-jingga dan memberikan serapan di daerah sinar tampak pada panjang gelombang maksimum 510 nm. Kestabilan senyawa kompleks diuji dengan menambahkan ion Ca^{2+} dan hasilnya penambahan ion ini dapat mengganggu menurunkan nilai absorbansi senyawa kompleks Fe(II)-fenantrolin. Ion Ca^{2+} dapat berkompetisi dengan besi(II) membentuk senyawa kompleks dengan fenantrolin. Sehingga terjadi kompetisi diantara keduanya dan mengakibatkan penurunan nilai absorbansi. Penambahan ion Ca^{2+} mulai mengganggu pada penambahan 0,075 ppm dengan persen *recovery* sebesar 94,70%.

Kata kunci : 1,10-fenantrolin, Besi, Kalsium, Natrium Tiosulfat, Spektrofotometer UV-Vis,

ANALYSIS OF DISORDER OF CALCIUM ON IRON WITH THE CONDITION OF PH 4,5 USING 1,10-PHENANTHROLINE BY SPECTROPHOTOMETRY UV-VISIBLE METHOD

Name : Sofia Valentina Nosita
Reg Number : 1409 100 058
Department : Chemistry
Advisor Lecturer : Drs. R. Djarot Sugiarso K. S., M.S.

Abstract

Iron analysis is performed by reducing iron (III) using sodium thiosulfate to iron (II) and made into complex compounds with 1,10-fenantrolin at pH 4.5 by adding buffer solution. The resulting complex is Fe (II)-fenantrolin which colour is red-orange and give absorption in the visible light, wavelength maximum at 510 nm. The stability of complex compounds tested by adding Ca^{2+} ions and the result is the addition of these ions can interfere with the absorbance values decrease complexes of Fe (II)-fenantrolin. Ca^{2+} ions can compete with iron (II) form complex compounds with fenantrolin. So there is competition between them and resulted in a decrease in absorbance values. The addition of Ca^{2+} ions begin to interfere with the addition of 0,075 ppm with percent recovery was 94.70%.

Key words : 1,10-phenanthroline, Iron, Calcium, Sodium thiosulphate, Spectrophotometry UV-Vis,

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Besi

Besi merupakan logam berwarna putih keperakan, liat, dan dapat dibentuk, biasanya di alam didapat sebagai hematit. Besi merupakan elemen kimiawi yang dapat dipenuhi hampir di semua tempat di muka bumi, pada semua bagian lapisan geologis dan semua badan air. Pada air permukaan, jarang ditemui kadar Fe lebih besar dari 1 mg/L, tetapi didalam air, kadar tanah Fe dapat jauh lebih tinggi. Konsentrasi Fe yang tinggi dapat dirasakan dan dapat menodai kain dan perkakas dapur, selain itu juga menimbulkan pengendapan pada dinding pipa, pertumbuhan bakteri besi, kekeruhan karena adanya koloidal yang terbentuk. Besi secara farmakologi digunakan sebagai zat penambah darah bagi penderita anemia. Salah satu bentuk garam besi yang digunakan sebagai komponen zat aktif dalam sediaan penambah darah adalah besi (II) sulfat, yaitu besi bervalensi dua atau fero. Hal ini berkaitan dengan kondisi tubuh manusia yang lebih mudah menyerap besi dua daripada besi bervalensi tiga. Sifat kimia besi yang sangat dikenal adalah mudah teroksidasi oleh oksigen dari udara dan oksidator lainnya, sehingga besi umumnya dijumpai sebagai besi bervalensi tiga. Pada kondisi tertentu dimana kurang kontak dengan udara, besi berada sebagai besi bervalensi dua (Vogel, 1985).

Kelimpahan besi berada pada urutan kedua. Pada kerak bumi kandungan utama terdiri dari besi dan nikel. Bijih yang utama yaitu *hematite* Fe_2O_3 , *magnetite* Fe_3O_4 , *limonite* $\text{FeO}(\text{OH})$, *siderite* FeCO_3 . Titik lebur logam ini adalah 1535°C . Besi murni cukup reaktif, jarang ada besi komersial yang murni. Biasanya besi mengandung sejumlah kecil karbida, fosfida, dan sulfida dari besi. Zat – zat pencemar ini memainkan peranan penting dalam kekuatan struktur besi (Vogel, 1990).

Tubuh manusia hanya mengandung besi sebanyak 4g. Adanya unsur besi di dalam tubuh berfungsi untuk memenuhi kebutuhan akan unsur tersebut dalam mengatur metabolisme tubuh. Dalam tubuh, sebagian besar unsur besi terdapat dalam hemoglobin, pigmen merah yang terdapat dalam sel darah merah. Karena itulah masukan besi setiap hari sangat diperlukan untuk mengganti zat besi yang hilang melalui tinja, urine, dan kulit. Namun masukan zat besi yang dianjurkan juga harus dipenuhi oleh dua faktor yaitu kebutuhan fisiologis perseorangan dan persediaan zat besi di dalam makanan yang disantap (Trianjaya, 2009).



Gambar 2.1 Unsur Besi

2.2 Analisis Kadar Besi

Metode analisis besi yang sering digunakan saat ini adalah dengan spektrofotometri sinar tampak, karena kemampuannya dapat mengukur konsentrasi besi yang rendah. Analisis kuantitatif besi dengan spektrofotometri dikenal dua metode, yaitu metode orto-fenantrolin dan metode tiosianat. Besi bervalensi dua maupun besi bervalensi tiga dapat membentuk kompleks berwarna dengan suatu reagen pembentuk kompleks dimana intensitas warna yang dibentuk dapat diukur dengan spektrofotometer sinar tampak (Kartasmita, 2008).

Ion besi (II) direaksikan dengan ortofenantrolin membentuk senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{o-fen})_3]^{2+}$ yang berwarna merah. Serapan larutan ini diukur pada berbagai macam panjang gelombang sehingga diperoleh panjang gelombang maksimum. Selanjutnya disiapkan larutan berbagai konsentrasi antara 2-8 ppm dan diukur pada panjang gelombang serapan maksimum. Data yang diperoleh digunakan sebagai standart yang dialurkan sesuai hukum Lambert Beer $A = \epsilon \cdot b \cdot c$ (Harvey, 2000)

2.2.1 Hukum Lambert Beer

Jika intensitas cahaya I_0 pada panjang gelombang tertentu dilewatkan melalui larutan yang mengandung bahan yang mengabsorpsi cahaya dapat diukur dengandetektor. Hukum Lambert – Beer digunakan untuk menggambarkan absorpsi cahaya pada panjang gelombang tertentu yang diberikan oleh absorpsi spesi dalam larutan :

$$\log \frac{I_0}{I} = A \in 1 c$$

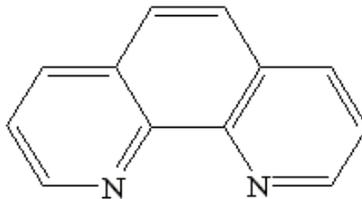
Dengan A adalah absorbansi; ϵ adalah absorptivitas molar ($\text{L mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$); l adalah panjang laluan sinar melalui larutan (cm); c adalah konsentrasi spesi (molal) (Basset, 1994).

Umumnya hukum Lambert – Beer berlaku dalam jangka konsentrasi yang lebar jika struktur ion berwarna ataupun nonelektrolit berwarna dalam keadaan terlarut tidak berubah dengan berubahnya konsentrasi. Elektrolit dalam jumlah kecil, yang tidak bereaksi kimia dengan komponen berwarna, biasanya tidak mempengaruhi penyerapan cahaya; elektrolit dalam jumlah besar dapat mengakibatkan bergesernya absorpsi maksimum, dan dapat juga mengubah nilai absorptivitas molar. Penyimpangan biasanya terjadi bila zat terlarut berwarna mengion, berdisosiasi, atau berasosiasi dalam larutan, karena sifat dasar spesies dalam larutan akan berubah-ubah dengan berubahnya konsentrasi. Juga penyimpangan dapat terjadi bila tidak digunakan cahaya monokromatik. Perilaku suatu zat dapat selalu diuji dengan mengalurkan $\log I_0/I_t$ ataupun \log terhadap konsentrasi : Suatu

garis lurus yang melewati titik (0,0) menyatakan kesesuaian dengan hukum itu. Untuk larutan yang tidak mematuhi hukum Lambert – Beer, paling baik adalah dengan membuat suatu kurva kalibrasi dengan menggunakan sederetan standar yang konsentrasinya diketahui dengan tepat (Mulja, 1995)

2.3 Fenantrolin

Ligan 1,10-fenantrolin seperti dalam gambar 2.2 atau yang dikenal dengan nama 4,5 diazophenantren monohidrat dengan rumus molekul $C_{12}H_8N_2$ adalah suatu ligan dimana pada gugus tersebut terdapat gugus α -diimin, berbentuk serbuk kristal berwarna putih yang dapat larut dalam air yang mempunyai titik leleh $93-94^\circ C$, bersifat higroskopik disimpan dalam N_2 , tidak dapat bersamaan dengan asam kuat karena merupakan agen oksidasi kuat. Senyawa ini dibuat dari pemanasan campuran senyawa o-fenilendiamin dengan gliserin nitribenzena dan asam sulfat pekat.



Gambar 2.2 Struktur Ligan 1,10-fenantrolin

Bila ligan 1,10-fenantrolin bereaksi dengan ion besi, maka akan terbentuk senyawa kompleks yang disebut ferroin berwarna merah dan ditulis $[Fe(Phen)_3]^{2+}$ agar lebih sederhana. Senyawa kompleks ini cukup stabil dan memiliki intensitas warna yang kuat (Harjadi, 1992).

2.4 Senyawa Kompleks

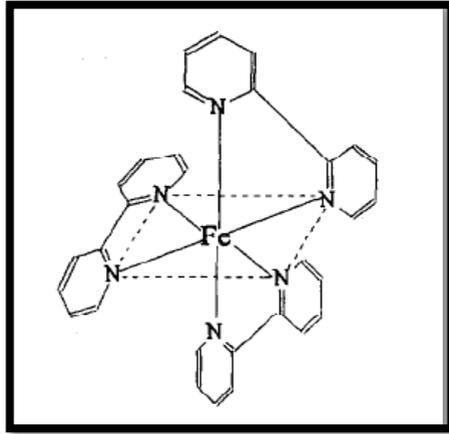
Senyawa kompleks atau senyawa koordinasi, terbentuk karena adanya ikatan koordinasi antara ion pusat dengan ligan yang mengelilinginya. Ion logam transisi dapat berperan sebagai ion pusat, sedangkan yang bertindak sebagai ligan adalah ion negatif atau molekul yang mempunyai pasangan elektron bebas. Dalam teori mengenai struktur logam dalam kompleks dikenal 3 postulat dasar, yang dikemukakan oleh ahli kimia dari Swiss yaitu Albert Werner (1866-1919). Tiga postulat dasar tersebut yaitu :

1. Beberapa ion logam mempunyai 2 jenis valensi yaitu valensi utama dan valensi tambahan atau valensi koordinasi. Valensi utama berkaitan dengan keadaan oksidasi ion logam, sedangkan valensi tambahan berkaitan dengan bilangan koordinasi ion logam.
2. Ion-ion logam cenderung jenuh baik valensi utamanya maupun valensi tambahannya.
3. Valensi koordinasi mengarah ke dalam ruangan mengelilingi ion logam pusat (Nuryono, 1999).

Werner juga mengemukakan bahwa senyawa kompleks mampu menyerap cahaya dengan panjang gelombang tertentu, oleh karena itu spektrumnya dapat diamati secara spektrofotometri serapan. Penyerapan cahaya oleh senyawa kompleks logam transisi ini menunjukkan bahwa ada energi yang diserap, terkait dengan elektron orbital d yang dimiliki oleh ion pusat.

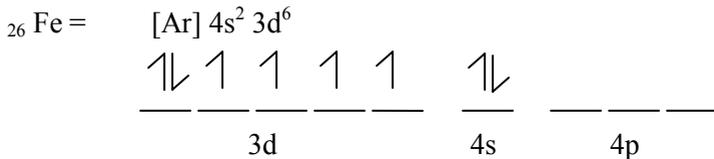
Kajian mengenai senyawa kompleks menjadi salah satu perhatian, karena sampai saat ini masih terus berkembang dengan ruang lingkup yang semakin luas. Banyak penelitian tentang senyawa koordinasi yang berhasil diungkapkan dan bermanfaat bagi kehidupan sehari-hari (Martak, 2003). Pembentukan senyawa senyawa kompleks Fe(II)-1,10 Fenantrolin terjadi antara ion logam Fe(II) dengan pereaksi yang biasa digunakan untuk penentuan logam besi adalah ligan yang mengandung gugus $-N=C-C=N-$ yang dikenal dengan ligan α -diimin, karena ligan ini mampu membentuk kompleks berwarna yang cukup stabil. Intensitas warna yang kuat diperoleh dari hasil koordinasinya

dengan Fe(II), sehingga ligan organik ini dikenal sebagai feroin. Ligan jenis feroin yang sering digunakan adalah 1,10-fenantrolin. Bila ligan 1,10-fenantrolin bereaksi dengan ion besi, maka akan terbentuk senyawa kompleks yang disebut feroin berwarna merah dan ditulis $[\text{Fe}(\text{Phen})_3]^{2+}$ agar lebih sederhana. Senyawa kompleks ini cukup stabil dan memiliki intensitas warna yang kuat (Harjadi,1992).



Gambar 2.3 Struktur Oktahedral Senyawa Kompleks Besi (II)-fenantrolin (Liu, C. dkk, 1996)

Konfigurasi elektron yang terjadi pada Besi(II) adalah sebagai berikut:



Fe (II) –fenantrolin :

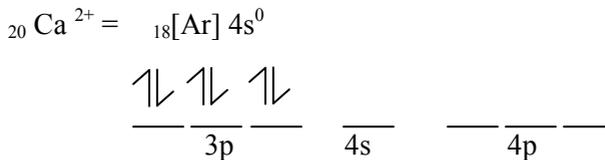
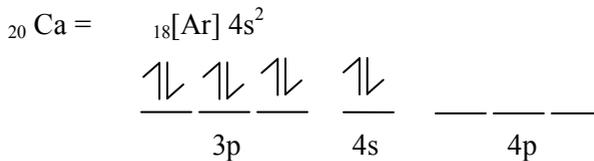


Keterangan:

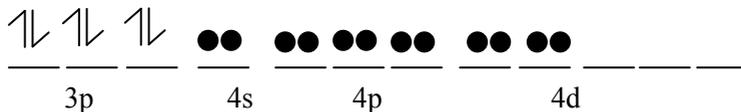
●●: merupakan pasangan elektron bebas dari ligan *o-Phen*

$\uparrow\downarrow$: merupakan pasangan elektron atom pusat

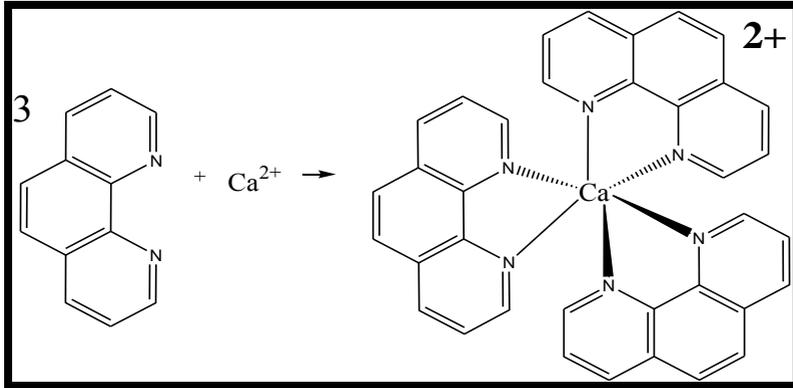
Berdasarkan keterangan konfigurasi elektron diatas, dapat disimpulkan bahwa hibridisasi dari senyawa kompleks Besi(II)-fenantrolin adalah d^2sp^3 yang bentuk geografinya adalah octahedral (Sukardjo, 1992) seperti yang dapat dilihat pada Gambar 2.3. Sedangkan hibridisasi yang terjadi pada kalsium adalah:



Ca (II) –fenantrolin :



Dari konfigurasi elektron diatas, maka dapat ditentukan hibridisasi kompleks kalsium (II)-fenantrolin adalah $sp^3 d^2$ yang berbentuk oktahedral.



Gambar 2.4 Reaksi Pembentukan Senyawa Kompleks Kalsium (II)-fenantrolin (Liu, J. dkk, 2007)

2.5 Kalsium

Kalsium adalah salah satu mineral makro yang sangat dibutuhkan oleh tubuh. Jumlah kalsium di dalam tubuh manusia cukup banyak yaitu 1,5-2% dari berat badan orang dewasa atau sekitar 1 kg. Dari jumlah ini, 99% berada di dalam jaringan keras, yaitu tulang dan gigi terutama dalam bentuk hidroksiapatit. Selebihnya, yaitu sebanyak 1%, kalsium akan disimpan dalam darah dan jaringan-jaringan lemak

Sifat kimia dari kalsium menyerupai stronsium dan barium dan bersama-sama dengan logam ini digolongkan sebagai logam alkali tanah. Kalsium ialah unsur aktif, cepat suram jika terbuka di udara karena itu harus disimpan dalam keadaan kering dalam botol yang tertutup baik dan terbakar dalamnya terang jika dipanaskan. Pada suhu biasa agak sulit bereaksi dengan air. Apabila bereaksi dengan air panas membentuk hidroksida dan bereaksi dengan beberapa unsur lain seperti oksigen, karbon, hidrogen, arsen, chlor, fosfor dan belerang membentuk berbagai senyawa (Vogel, 1990).

Kalsium membentuk kation kalsium(II), Ca^{2+} dalam larutan-larutan air. Garam-garamnya biasanya berupa bubuk putih

dan membentuk larutan yang tidak berwarna kecuali bila anionnya berwarna. Kalsium klorida padat bersifat higroskopis dan sering digunakan sebagai zat pengering. Kalsium klorida dan kalsium nitrat larut dengan mudah dalam etanol atau dalam campuran 1+1 dari etanol bebas air dan dietil ester (Vogel, 1990)

2.6 Natrium Tiosulfat

Natrium tiosulfat merupakan garam berhidrat dengan rumus kimia $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, padatan kristal tak berwarna, larut dalam air, dan dapat berfungsi sebagai zat pereduksi. Digunakan untuk pembuatan larutan baku sekunder, sebagai anti klor (untuk mengganti sisa klor yang dapat merusak sisa tekstil) serta dalam fotografi, larutan garam ini dikenal dengan hipo yang digunakan sebagai fiksir untuk melarutkan senyawa perak halida (Mulyono, 2005).

2.7 Larutan Buffer

Larutan buffer atau larutan penyangga adalah satu zat yang menahan perubahan pH ketika sejumlah kecil asam atau basa ditambahkan kedalamnya. Larutan buffer mengandung pasangan asam – basa konjugasi atau terdiri dari campuran asam lemah dengan garam yang mengandung anion yang sama dengan asam lemahnya, atau basa lemah dengan garam yang mengandung kation yang sama dengan basa lemahnya. Oleh karena itu, penambahan sedikit asam ataupun sedikit basa ke dalam larutan buffer tidak mengubah pH-nya (Vogel, 1985).

Campuran asam asetat dan natrium asetat adalah salah satu contoh campuran dari asam lemah dan garamnya. Natrium asetat terdissosiasi hampir sempurna dalam larutan. Reaksi yang terjadi adalah :



Untuk membentuk asam asetat yang tidak terdissosiasi adalah :



Reaksi tersebut hampir dapat diabaikan karena adanya ion-ion asetat yang jumlahnya banyak sehingga menggeser kesetimbangan kearah pembentukan asam asetat yang tidak terdissosiasi. Larutan ini akan memiliki pH tertentu dan pH akan bertahan baik bahkan jika ditambahkan dengan asam atau basa dalam jumlah yang banyak (Underwood, 1993).

2.8 Spektrofotometer UV-Vis

Spektrofotometri UV-Vis merupakan salah satu teknik analisis spektroskopi yang memakai sumber radiasi elektromagnetik ultraviolet dekat (190-380) dan sinar tampak (380-780) dengan memakai instrumen spektrofotometer (Mulja, 1995). Spektrofotometri UV-Vis melibatkan energi elektronik yang cukup besar pada molekul yang dianalisis, sehingga spektrofotometri UV-Vis lebih banyak dipakai untuk analisis kuantitatif ketimbang kualitatif (Suharman, 1995).

Spektrofotometer terdiri atas spektrometer dan fotometer. Spektrofotometer menghasilkan sinar dari spektrum dengan panjang gelombang tertentu dan fotometer adalah alat pengukur intensitas cahaya yang ditranmisikan atau yang diabsorpsi.



Gambar 2.5 Spektrofotometer UV-Vis

Spektrofotometer tersusun atas sumber spektrum yang kontinyu, monokromator, sel pengabsorpsi untuk larutan sampel atau

blanko dan suatu alat untuk mengukur perbedaan absorpsi antara sampel dan blanko ataupun pembandingan (Khopkar, 1990).

Spektrofotometer UV-Vis dapat melakukan penentuan terhadap sampel yang berupa larutan, gas, atau uap. Untuk sampel yang berupa larutan perlu diperhatikan pelarut yang dipakai antara lain:

1. Pelarut yang dipakai tidak mengandung sistem ikatan rangkap terkonjugasi pada struktur molekulnya dan tidak berwarna.
2. Tidak terjadi interaksi dengan molekul senyawa yang dianalisis.
3. Kemurniannya harus tinggi atau derajat untuk analisis.

(Mulja, 1995).

Komponen-komponen pokok dari spektrofotometer meliputi:

1. Sumber tenaga radiasi yang stabil, sumber yang biasa digunakan adalah lampu wolfram.
2. Monokromator untuk memperoleh sumber sinar yang monokromatis.
3. Sel absorpsi, pada pengukuran di daerah visibel menggunakan kuvet kaca atau kuvet kaca corex, tetapi untuk pengukuran pada UV menggunakan sel kuarsa karena gelas tidak tembus cahaya pada daerah ini.
4. Detektor radiasi yang dihubungkan dengan sistem meter atau pencatat. Peranan detektor penerima adalah memberikan respon terhadap cahaya pada berbagai panjang gelombang (Khopkar, 1990).

Serapan cahaya oleh molekul dalam daerah spektrum ultraviolet dan visibel tergantung pada struktur elektronik dari molekul. Serapan ultraviolet dan visibel dari senyawa-senyawa organik berkaitan erat transisi-transisi diantara tingkatan-tingkatan tenaga elektronik. Disebabkan karena hal ini, maka serapan radiasi ultraviolet atau terlihat sering dikenal sebagai spektroskopi elektronik. Transisi-transisi tersebut biasanya antara orbital ikatan antara orbital ikatan atau orbital pasangan bebas dan orbital non ikatan tak jenuh atau orbital anti ikatan. Panjang

gelombang serapan merupakan ukuran dari pemisahan tingkatan-tingkatan tenaga dari orbital yang bersangkutan. Spektrum ultraviolet adalah gambar antara panjang gelombang atau frekuensi serapan lawan intensitas serapan (transmitasi atau absorbansi). Sering juga data ditunjukkan sebagai gambar grafik atau tabel yang menyatakan panjang gelombang lawan serapan molar atau log dari serapan molar, E_{\max} atau $\log E_{\max}$ (Sastrohamidjojo, 2001).

2.9 Validasi Metode Analisis

Metode validasi merupakan suatu proses untuk membuktikan pelaksanaan karakteristik dan batasan suatu metode serta identifikasi pengaruh yang dapat mengubah karakteristik metode tersebut sehingga dapat ditentukan metode tersebut cocok/tidak dengan tujuan yang diinginkan. Adapun parameter suatu metode validasi meliputi presisi, akurasi, spesifitas serta koefisien korelasi (Butler, 2005).

2.9.1 Selektivitas dan Spesivitas

Selektivitas adalah kemampuan metode analisis untuk memberi tanggap detektor terhadap komponen-komponen kimia secara terpisah. Sedangkan spesivitas adalah kemampuan metode analisis untuk memberi tanggap detektor pada analat.

2.9.2 Kecermatan (Presisi)

Presisi adalah ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual, diukur melalui penyebaran hasil individual dari rata-rata jika prosedur diterapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogen (Harmita, 2004)

Presisi merupakan perbedaan dari hasil penentuan berulang kali (2 - 10x) dengan prosedur analisis yang diikuti secara sama. Presisi dapat dinyatakan dengan Coefficient of Variation (CV) dan Relative Standard Deviation (RSD) sebagai berikut :

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

$$CV = \frac{S}{\bar{X}} \times 100\%$$

Dimana :

S = simpangan baku / standard deviasi

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

$$\bar{x} = \frac{\sum x_i}{n}$$

x_i = masing-masing data

\bar{x} = data rata-rata

Untuk harga RSD < 20 ppt atau CV < 2 % dapat dikatakan metode tersebut memiliki presisi yang bagus.

Cara penentuan presisi diukur sebagai simpangan baku atau simpangan baku relatif (koefisien variasi). Presisi dapat dinyatakan sebagai keterulangan (*repeatability*) atau ketertiruan (*reproducibility*). Keterulangan adalah keseksamaan metode jika dilakukan berulang kali oleh analis yang sama pada kondisi sama dan dalam interval waktu yang pendek. Ketertiruan adalah keseksamaan metode jika dikerjakan pada kondisi yang berbeda (Harmita, 2004)

2.9.3 Ketepatan (Akurasi)

Akurasi adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analis dengan kadar analit yang sebenarnya. Akurasi dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*recovery*) analit yang ditambahkan. Ketepatan hasil analis sangat tergantung kepada sebaran galat sistematis di dalam keseluruhan tahapan analisis. Oleh karena itu untuk mencapai ketepatan yang tinggi hanya dapat dilakukan dengan cara mengurangi galat sistematis tersebut seperti menggunakan peralatan yang telah dikalibrasi, menggunakan pereaksi dan pelarut yang baik, pengontrolan suhu,

dan pelaksanaannya yang cermat, sesuai prosedur (Harmita, 2004)

Akurasi merupakan keterdekatan hasil penentuan metode analisis dengan harga sebenarnya dan biasanya dinyatakan dalam prosen recovery sebagai berikut:

$$\% \text{ recovery} = \frac{C_{x+s} - C_x}{C_s}$$

Dimana:

C_{x+s} = konsentrasi logam yang ditentukan pada cuplikan yang telah ditambah sejumlah larutan standar logam

C_x = konsentrasi logam yang ditentukan dalam cuplikan

C_s = konsentrasi larutan standar logam yang ditambahkan pada cuplikan

$$98 \leq \% \text{ recovery} \leq 105$$

2.9.4 Koefisien Korelasi Hasil Kali (r^2)

$$r = \frac{n \sum xy - \sum x \sum y}{\sqrt{[n \sum x^2 - (\sum x)^2] [n \sum y^2 - (\sum y)^2]}}$$

r mempunyai nilai dalam rentang $-1 \leq r \leq 1$

Dimana:

r negative berarti korelasi negatif sempurna yaitu semua titik percobaan terletak pada garis lurus yang negatif lerengnya. Sedangkan r positif berarti korelasi positif sempurna yaitu semua titik percobaan terletak pada garis lurus yang positif lerengnya. Lalu r nol berarti tidak ada korelasi antara x dan y (Mulya, 1998).

BAB III

METODOLOGI

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah pH meter digital, propipet, pipet ukur, pipet tetes, corong, tabung reaksi, kaca arloji, neraca analitik, gelas ukur 10 mL, labu ukur 10 mL, labu ukur 100 mL, labu ukur 50 mL dan 25 mL, kuvet, botol semprot, gelas beaker, dan spektrofotometer UV-Vis.

3.1.2 Bahan

Bahan-bahan yang diperlukan dalam penelitian ini adalah $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 1,10 fenantrolin ($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2$), natrium asetat trihidrat ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$), asam asetat glasial (CH_3COOH), Natrium tiosulfat pentahidrat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), Kalsium klorida (CaCl_2), aseton dan aqua DM.

3.2 Prosedur Kerja

3.2.1 Pembuatan Larutan Stok Besi(III) 100 ppm

Larutan Fe(III) 100 ppm diperoleh dengan cara melarutkan 0,0483 gram $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dalam 10 ml aqua DM, kemudian diencerkan dengan aqua DM hingga volumenya 100 mL.

3.2.2 Pembuatan Larutan Stok $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 100 ppm

Kristal $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ditimbang sebanyak 0,0157 gram dan dilarutkan dengan aqua DM hingga volumenya 1 L sehingga didapatkan larutan kerja $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 100 ppm (100mg/L).

3.2.3 Pembuatan Larutan Pengompleks 1,10 Fenantrolin 1000 ppm

Fenantrolin sebanyak 0,1000 gram dilarutkan dengan aqua DM hingga volumenya 100 mL, sehingga didapatkan larutan 1,10 fenantrolin 1000 ppm.

3.2.4 Pembuatan Larutan Buffer Asetat 4,5

Larutan buffer asetat pH 4,5 dibuat dengan cara melarutkan natrium asetat (CH_3COONa) sebanyak 3,9700 gram, dan 5 mL asam asetat glasial (CH_3COOH) ($K_a = 1,75 \times 10^{-5}$) dan ditambahkan aqua DM hingga volume 50 mL.

3.2.5 Pembuatan Larutan Ca(II) 100 ppm

Larutan Ca(II) 100 ppm dibuat dengan melarutkan kristal $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 0,0368 gram dalam aqua DM hingga volume 100 mL.

3.2.6 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum pada pH 4,5

Larutan standar Fe(III) 100 ppm sebanyak 0,5 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, kemudian ditambah 1,1 mL larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 100 ppm sebagai pereduksi; 1,5 mL larutan fenantrolin 1000 ppm; 1 mL larutan buffer asetat pH 4,5 dan 5 mL aseton, kemudian ditambah aqua DM hingga volumenya mencapai 10 mL. Campuran tersebut dikocok dan didiamkan selama 15 menit, dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang 500-600 nm. Dibuat variasi panjang gelombang dengan range 5 nm dan 1 nm. Masing-masing prosedur diulang tiga kali. Panjang gelombang maksimum ditentukan berdasarkan absorbansi maksimum yang diperoleh.

3.2.7 Pembuatan Kurva Kalibrasi pada pH 4,5

Larutan standar Fe(III) 100 ppm dengan volume masing-masing 0,1 ml; 0,2 ml; 0,3 ml; 0,4 ml dan 0,5 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, kemudian ditambah 1,1 mL larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 100 ppm sebagai pereduksi; 1,5 mL larutan fenantrolin 1000 ppm; 1 mL larutan buffer asetat pH 4,5 dan 5 mL aseton, kemudian ditambah aqua DM hingga volumenya mencapai 10 mL. Campuran tersebut dikocok dan didiamkan selama 15 menit, dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang 510 nm. Masing-masing prosedur diulang tiga kali. Panjang gelombang maksimum ditentukan berdasarkan absorbansi maksimum yang diperoleh.

3.2.8 Pengaruh Ca(II) Pada Kondisi pH 4,5

Larutan standar Fe(III) 100 ppm sebanyak 0,5 ml dimasukkan ke dalam 6 labu ukur 10 ml, ditambahkan 1,1 mL larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 100 ppm sebagai pereduksi; 0,6 ml; 0,7 ml; 0,75 ml; 0,8 ml; 0,9 ml dan 1 ml larutan Ca (II) 1 ppm. Selanjutnya ditambahkan 1,5 mL larutan fenantrolin 1000 ppm; 1 mL larutan buffer asetat pH 4,5 dan aseton. Campuran tersebut dikocok dan didiamkan selama 50 jam, dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang 500-600 nm. Pengukuran diulang sebanyak 3 kali dan dibuat kurva antara absorbansi dengan konsentrasi larutan Ca (II). Dari kurva tersebut dapat diketahui pada konsentrasi berapa Ca (II) mulai mengganggu analisa besi.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB IV

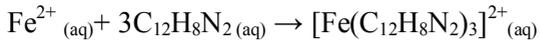
HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian yang berjudul Analisis Gangguan Kalsium pada Besi dengan Pengompleks 1,10-Fenantrolin Secara Spektrofotometer UV-Vis memiliki tiga tahapan utama, yaitu: penentuan panjang gelombang maksimum ($\lambda_{\text{maksimum}}$), penentuan kurva kalibrasi dan tahapan akhir dari penelitian ini adalah penentuan konsentrasi minimal ion kalsium mengganggu kompleks Besi(II)Fenantrolin. Semua perlakuan diuji menggunakan alat spektrofotometer UV-Vis. Penelitian ini diawali dengan cara mereduksi besi (III) menjadi besi (II) menggunakan natrium tiosulfat sebagai reduktor sebagaimana yang telah diteliti oleh Hapsoro (2011). Lalu Besi (II) dikomplekskan dengan fenantrolin sehingga membentuk senyawa kompleks besi(II)-1,10-fenantrolin yang larutannya berwarna merah-jingga. Senyawa kompleks besi (II)-1,10-fenantrolin ini kemudian diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis dalam kondisi asam dengan pH 4,5. Pemilihan pH asam 4,5 karena merupakan kondisi optimum bagi pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ sesuai dengan hasil penelitian yang dilakukan oleh Desy (2011). Pada penelitian ini, sebelum penambahan fenantrolin pada larutan besi (II) maka dilakukan penambahan dengan Ca^{2+} sebagai ion pengganggu. Sehingga terjadilah kompetisi antara besi (II) dengan kalsium (II) untuk membentuk senyawa kompleks dengan fenantrolin. Tahapan penelitian yang telah dilakukan adalah sebagai berikut.

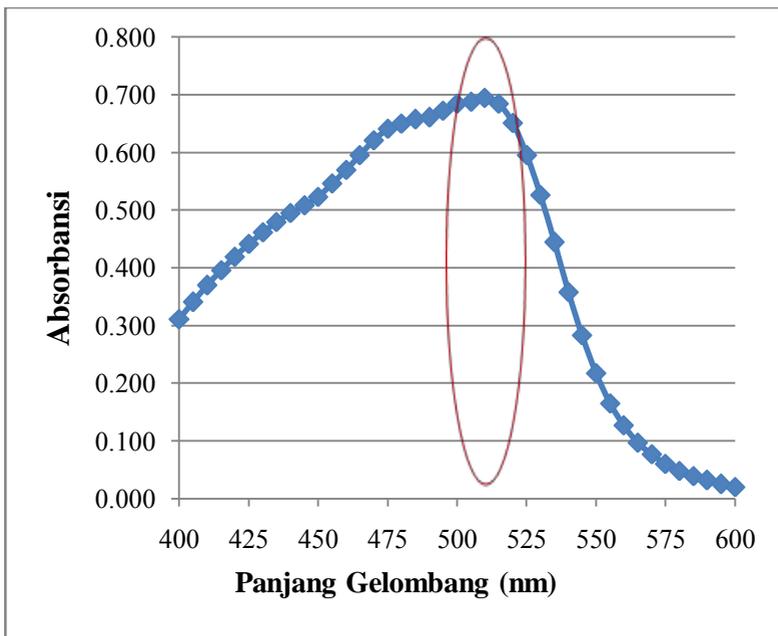
4.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Besi(II)-Fenantrolin

Penentuan λ_{max} ditentukan berdasarkan reaksi besi (II) dan pengompleks 1,10-fenantrolin menggunakan Besi (III) yang direduksi terlebih dahulu dengan natrium tiosulfat. Setelah diperoleh Besi (II) hasil reduksi dikomplekskan dengan larutan 1,10-fenantrolin. Campuran tersebut ditambahkan buffer asetat

pH 4,5. Sebagaimana telah diteliti oleh Liyana (2011) bahwa pemilihan pH 4,5 sebagai pH optimum untuk reaksi pembentukan senyawa kompleks. Kemudian ditambahkan aseton yang berfungsi sebagai pelarut, menjaga kestabilan kompleks dan juga menambah kepolaran pelarut. Campuran didiamkan untuk memberikan waktu bereaksi. Berikut reaksi antara Besi(II) dengan 1,10 Fenantrolin membentuk senyawa kompleks

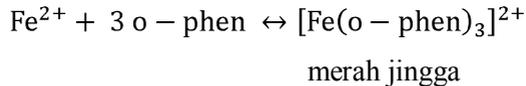


Larutan kompleks yang sudah jadi kemudian diukur panjang gelombangnya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada rentang 400-600 nm dengan 5 nm. Pemilihan panjang gelombang ini dikarenakan larutan kompleks Besi(II)-Fenantrolin berwarna merah jingga.



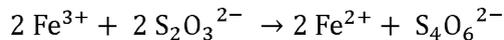
Gambar 4.1 Kurva Penentuan Panjang Gelombang Maksimum pada $\lambda = 400\text{-}600$ nm dengan interval 5 nm

1,10-fenantrolin ($C_{12}H_8N_2$, *ortho-phenanthroline* atau *o-Phen*) merupakan komponen Nitrogen heterosiklik trisiklik yang mana dapat bereaksi dengan berbagai jenis logam, seperti besi, untuk membuat kompleks berwarna kuat. Reaksi yang terjadi pada Besi (II) adalah sebagai berikut:



(Skoog, 2002)

o-Phen juga akan membentuk kompleks berwarna dengan Besi (III), namun spektrumnya berbeda ketika *o-Phen* direaksikan dengan Besi (II) dan warna yang dihasilkan oleh kompleks Besi (III) tidak intensif. Oleh sebab itu, reagen pereduksi ditambahkan sebelum warna kompleks Besi (III) terbentuk (Skoog, 2002). Pada penelitian ini digunakan natrium tiosulfat karena sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Hapsoro pada tahun 2011, natrium tiosulfat lebih baik digunakan sebagai agen pereduksi dibandingkan dengan yang lain dengan persen (%) Fe yang tereduksi lebih besar. Reaksi yang terjadi adalah:



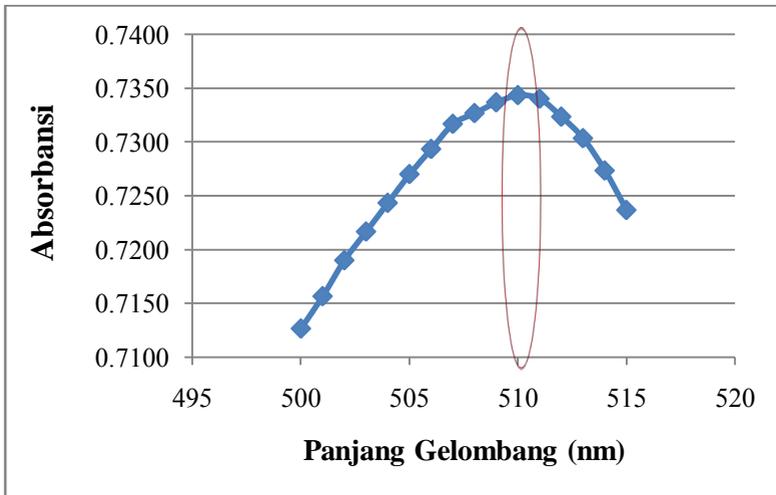
(Svehla, 1985)

Pada pengukuran ini selain menggunakan larutan sampel juga menggunakan larutan blanko yang terdiri dari campuran semua bahan yang digunakan untuk larutan kompleks tanpa ditambahkan larutan Besi (III). Kurva yang dihasilkan dari data absorbansi pada pengukuran menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang 400-600 nm dengan interval 5 nm ditunjukkan pada Gambar 4.1 dan data absorbansi yang diperoleh dapat dilihat pada Lampiran C.1. Dari kurva tersebut dapat dilihat bahwa absorbansi maksimum ditunjukkan pada daerah panjang gelombang 500-515 nm. Untuk mengetahui pada panjang gelombang maksimum berapa absorbansi larutan kompleks Besi

(II)-fenantrolin, maka interval panjang gelombang dipersempit menjadi 1 nm. Penggunaan interval 1 nm bertujuan untuk mengetahui pada panjang gelombang maksimum yang diperoleh dalam penelitian ini agar lebih tepat dan akurat. Maka hasil kurva panjang gelombang maksimum dengan range 1 nm dapat dilihat pada Gambar 4.2.

Tabel 4.1 Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Besi (II)-fenantrolin pada Range 500-515 nm dengan Variasi 1 nm

Panjang Gelombang (nm)	A1 (nm)	A2 (nm)	A3 (nm)
500	0.708	0.713	0.717
501	0.711	0.716	0.720
502	0.714	0.719	0.724
503	0.717	0.722	0.726
504	0.719	0.725	0.729
505	0.722	0.727	0.732
506	0.724	0.730	0.734
507	0.726	0.732	0.737
508	0.728	0.733	0.737
509	0.729	0.734	0.738
510	0.729	0.735	0.739
511	0.728	0.734	0.738
512	0.727	0.733	0.737
513	0.725	0.731	0.735
514	0.722	0.728	0.732
515	0.718	0.724	0.729



Gambar 4.2 Kurva Penentuan Panjang Gelombang Maksimum pada $\lambda = 500\text{-}515$ nm dengan interval 1 nm

Berdasarkan Gambar 4.2, dapat dilihat bahwa panjang gelombang maksimum untuk kompleks Besi (II)-fenantrolin sebesar 510 nm. Dilihat dari absorbansinya yang paling besar yaitu 0,734. Percobaan ini dilakukan dengan tiga kali pengulangan (triplo) agar mendapat hasil dengan akurasi yang baik dan memperkecil kesalahan. Pengukuran selanjutnya dilakukan pada panjang gelombang maksimum karena perubahan absorbansi untuk setiap satuan konsentrasi paling besar terletak pada panjang gelombang maksimum sehingga diperoleh kepekaan analisis yang maksimal.

4.2 Pembuatan Kurva Kalibrasi Besi(II)-Fenantrolin

Penentuan konsentrasi besi secara spektrofotometri UV-Vis didasarkan pada kurva kalibrasi. Kurva kalibrasi dibuat dengan mengukur absorbansi larutan standar besi dengan variasi konsentrasi 0-5 ppm. Kurva kalibrasi merupakan suatu garis yang didapat dari hubungan antar titik yang menyatakan suatu

konsentrasi terhadap absorbansi yang diserap setelah dilakukan analisa regresi linear.

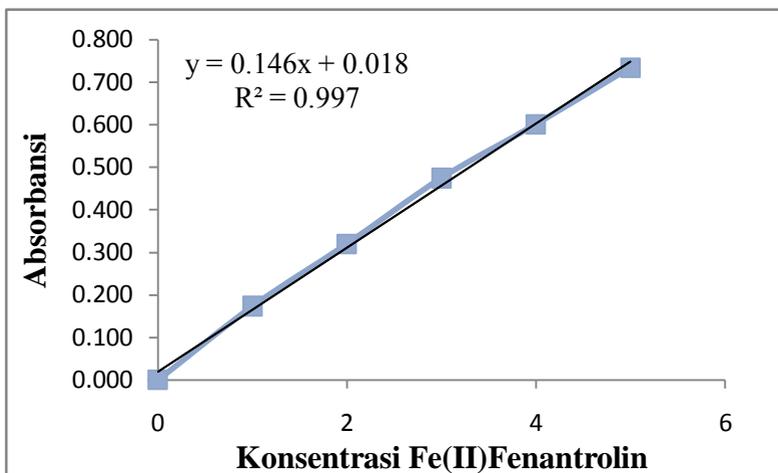
Berdasarkan Tabel 4.2 maka dapat dibuat kurva kalibrasi dengan memasukan data konsentrasi besi(II)-Fenantrolin sebagai sumbu X dan data absorbansi sebagai sumbu Y. Kurva kalibrasi yang telah dibuat memiliki nilai persamaan garis $y = 0,146x + 0,018$ dan dari kurva kalibrasi tersebut diperoleh nilai koefisien korelasi (r^2) sebesar 0,997. Kurva kalibrasi ditunjukkan pada Gambar 4.3. Berdasarkan nilai koefisien korelasinya dapat dikatakan bahwa ada linearitas yang baik antara konsentrasi larutan besi(II)-Fenantrolin dengan absorbansinya. Karena kisaran nilai r^2 berada pada rentang $0,9 < r^2 < 1$ dan nilai r sebesar 0,998 menyatakan semua titik terletak pada garis lurus yang lerengnya bernilai positif karena nilai r berada pada rentang $-1 \leq r \leq 1$.

Uji keberartian (uji-t) digunakan untuk menguji kelayakan kurva kalibrasi dari senyawa kompleks besi(II)-fenantrolin. Uji-t terhadap nilai-nilai koefisien regresi dengan selang kepercayaan 95% dengan $n=6$, derajat kebebasan= 4 (karena derajat kebebasan diperoleh dari $n-2$) sehingga diperoleh nilai t_{tabel} sebesar 2,78. Dari perhitungan yang dilakukan pada lampiran D.3, maka diperoleh bahwa nilai t_{hitung} sebesar 36,46. Sehingga diperoleh hasil $t_{hitung} > t_{tabel}$ (lampiran E) maka H_0 ditolak. Hal ini menunjukkan bahwa ada hubungan linier yang baik antara konsentrasi larutan Besi(II) fenantrolin dengan absorbansinya, sehingga kurva kalibrasi ini dapat digunakan sebagai dasar untuk menghitung konsentrasi Fe (II) dalam larutan cuplikan.

Tabel 4.2 Absorbansi Senyawa Kompleks Besi(II)-fenantrolin

[Fe(II)Fenantrolin] Ppm	A1 (nm)	A2 (nm)	A3 (nm)	Absorbansi Rata-Rata
0	0	0	0	0.000
1	0.175	0.174	0.171	0.173
2	0.323	0.315	0.322	0.320

3	0.486	0.465	0.473	0.475
4	0.599	0.603	0.601	0.601
5	0.729	0.735	0.739	0.734



Gambar 4.3 Kurva Kalibrasi Senyawa Kompleks Besi(II) Fenantroline pada $\lambda_{\max} = 510 \text{ nm}$

4.3 Pengaruh Penambahan Kalsium Sebagai Ion Pengganggu Terhadap Analisa Besi

Pada proses analisis, sangat memungkinkan adanya kontaminan lain yang terdapat pada campuran. Kontaminan tersebut disebut juga sebagai ion pengganggu. Begitu pula pada proses analisis besi yang kemungkinan adanya gangguan dari ion lain yang mengakibatkan perubahan senyawa kompleks fenantroline. Menurut Amin dan Gouda (2008) dikatakan bahwa toleransi ion pengganggu didefinisikan sebagai konsentrasi ion asing yang menyebabkan kesalahan lebih kecil dari 3% dalam penentuan analisis. Pada penelitian kali ini ion pengganggu atau kontaminan yang dipilih adalah kalsium (II) karena kalsium dan

besi dapat membentuk kompleks dengan 1,10-fenantrolin sehingga memungkinkan terjadinya kompetisi diantara keduanya.

Fe merupakan salah satu logam transisi bernomor massa 26. Dilihat dari nomor massanya dapat diketahui bahwa besi memiliki elektron yang tidak berpasangan dalam bentuk ionnya. Sedangkan *o-Phen* memiliki pasangan elektron bebas (PEB) yang terdapat pada N sebanyak dua. Menurut Rivai (1995) yang dimaksud dengan proses pembentukan senyawa kompleks koordinasi adalah pemindahan satu atau lebih pasangan elektron dari ligan ke ion logam. Jadi ligan bertindak sebagai pemberi elektron (basa Lewis) dan ion logam sebagai penerima elektron (asam Lewis) dimana pada penelitian ini ligan yang digunakan adalah *o-Phen*, dan logam yang digunakan adalah besi dan nantinya berkompetisi dengan ion kalsium.

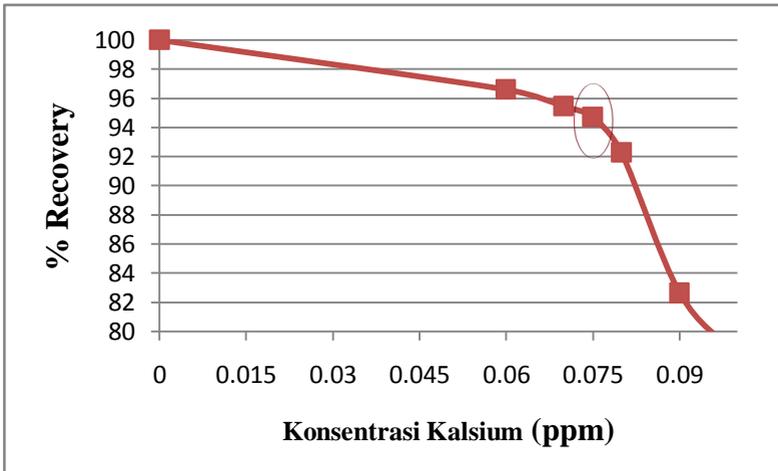
Penambahan kalsium pada senyawa kompleks besi (II) fenantrolin mempengaruhi nilai absorbansi. Apabila kompleks kalsium (II) fenantrolin terbentuk dapat mengganggu pembentukan senyawa kompleks besi (II) fenantrolin yang mengakibatkan penurunan nilai absorbansi dan persen *recovery* yang ditunjukkan sesuai grafik pada Gambar 4.6. Kompetisi ini juga dapat mencegah terjadinya pembentukan kompleks tersebut secara sempurna.

Letak kalsium pada deret volta berada di sebelah kiri logam besi, sehingga kereaktifan dari logam kalsium lebih besar dibandingkan dengan logam besi. Kalsium juga termasuk logam yang mudah mengalami oksidasi dibandingkan dengan besi. Adanya logam kalsium juga mampu memberikan daya desak yang tinggi dibandingkan dengan besi. Hal ini yang mengakibatkan ion dari kalsium lebih mudah bereaksi dengan 1,10-fenantrolin sehingga terjadi penurunan nilai absorbansi pada senyawa kompleks besi (II)-fenantrolin. Adanya pergantian logam besi oleh logam kalsium sehingga logam besi yang terkomplekskan makin berkurang. Pengurangan kadar besi (II) yang terkomplekskan disebut mengganggu apabila nilai dari % *recovery* < 95% dan hal tersebut terjadi pada saat penambahan kalsium sebesar 0,075 ppm. Penelitian ini dapat diaplikasikan untuk menganalisa kadar besi pada air sadah. Sehingga diharapkan dapat diperoleh hasil yang akurat.

Tabel 4.3 Data Persen (%) Recovery Kompleks Besi (II)-fenantrolin dengan Penambahan Ion Kalsium (II)

Konsentrasi Ca^{2+} (ppm)	Konsentrasi Fe mula-mula (ppm)	Konsentrasi Fe terukur (ppm)	Persen (%) <i>Recovery</i>
0	5	5	100,00
0.06	5	4,83	96,62
0.07	5	4,77	95,48
0.075	5	4,73	94,70
0.08	5	4,61	92,28
0.09	5	4,13	82,65
0.1	5	3,92	78,36

Dari data konsentrasi Besi (II) yang telah ditambahkan dengan ion kalsium dapat diketahui nilai % *recovery* dari konsentrasi besi (II). Dimana % *recovery* ini menunjukkan pada konsentrasi berapa ion kalsium (II) mulai mengganggu senyawa kompleks besi (II)-fenantrolin yang terlihat dengan menurunnya kadar besi yang terukur. Batas % *recovery* yang baik adalah 95%-105% (Miller, 1990). Data % *recovery* dapat dilihat di Tabel IV.3. Grafik mengenai % *recovery* dapat dilihat pada Gambar 4.4 dibawah ini. Kecermatan atau kepresisian dari suatu hasil penelitian menggunakan metode tertentu dan dapat ditentukan dengan nilai RSD (Relative Standart Deviation), untuk nilai RSD < 20 ppt dan CV (Coefficient of Variation) CV < 2% dapat dikatakan bahwa metode tersebut memiliki kepresisian yang bagus (Miller, 1991). Berdasarkan perhitungan pada lampiran F diperoleh RSD= 2,15 ppt; dan CV= 0,215% yang menunjukkan bahwa data tersebut baik dan dapat digunakan pengukuran selanjutnya. Nilai persen recovery, RSD, dan CV hasil penambahan ion pengganggu kalsium (II) dengan rentang 0-0,1 ppm dapat dilihat pada Lampiran F.



Gambar 4.4 Kurva Antara Persen (%) *recovery* dan Konsentrasi Ion Kalsium (II)

Pada Gambar 4.4 dapat dilihat bahwa ion kalsium (II) mulai mengganggu pada konsentrasi 0,075 ppm dengan nilai persen *recovery* sebesar 94,70 %, karena nilai persen *recovery* yang diperbolehkan untuk cuplikan biologis dan bahan makanan yaitu $95\% < \text{persen } recovery < 105\%$. Nilai persen *recovery* hasil penambahan ion pengganggu kalsium (II) dapat dilihat pada Lampiran D.4.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Analisa ini dapat diganggu oleh adanya ion lain yaitu Kalsium (II) ditandai dengan menurunnya absorbansi. Sebelum penambahan kalsium, nilai absorbansi besi(II)-fenantrolin sebesar 0,734. Namun setelah penambahan ion kalsium sebesar 0,075 ppm maka absorbansi besi(II)-fenantrolin menjadi 0,709. Sehingga diperoleh persen (%) *recovery* sebesar 94,70 %, RSD sebesar 2,15 ppt dan CV sebesar 0,215 %..

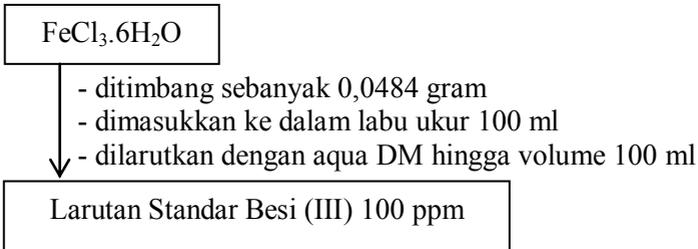
5.2 Saran

Penelitian ini hanya dilakukan untuk mengetahui pengaruh ion pengganggu Kalsium (II) pada analisa besi menggunakan 1,10-fenantrolin dan reagen pereduksi natrium tiosulfat pada pH 4,5. Untuk selanjutnya disarankan menggunakan senyawa kompleks besi (II)-fenantrolin yang diganggu dengan logam utama yang lain untuk mengetahui pengaruhnya terhadap analisa besi.

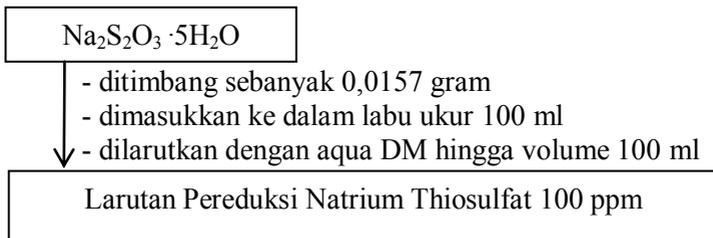
“Halaman ini sengaja dikosongkan”

LAMPIRAN A
SKEMA KERJA

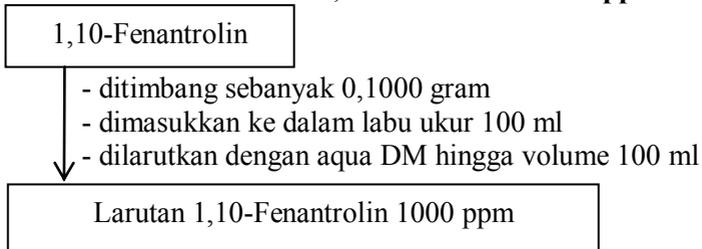
A.1 Pembuatan Larutan Standar Besi (III) 100 ppm



A.2 Pembuatan Larutan Pereduksi Natrium Thiosulfat 100 ppm



A.3 Pembuatan Larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm



A.4 Pembuatan Larutan Buffer Asetat pH 4,5

- ditimbang sebanyak 3,9700 gram
- dimasukkan ke dalam labu ukur 50 ml
- dilarutkan dengan beberapa ml aqua DM
- ditambahkan CH_3COOH ($K_a = 1,75 \times 10^{-5}$) sebanyak 5ml
- ↓ - diencerkan dengan aqua DM hingga volume 50 ml

Larutan Buffer Acetat pH 4,5

A.5 Pembuatan Larutan Ca^{2+} 100 ppm

- ditimbang sebanyak 0,0368 gram
- dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml
- ↓ - dilarutkan dengan aqua DM hingga volume 100 ml

Larutan Ca^{2+} 100 ppm

A.6 Pembuatan Larutan Blangko

Larutan Pereduksi Natrium Thiosulfat 100 ppm

- diambil sebanyak 1,1 ml
- dimasukkan kedalam labu ukur 10 ml
- ditambahkan fenantrolin sebanyak 1,5 ml
- ditambahkan larutan buffer asetat pH 4,5 sebanyak 1,5 ml
- ditambahkan aseton sebanyak 5 ml
- ditambahkan aqua DM hingga volume larutan 10ml
- ↓

Larutan Blangko

A.7 Penentuan Panjang Gelombang (λ) Maksimum Kompleks Besi (II)-fenantrolin dengan Pereduksi Natrium Tiosulfat pada pH 4,5

Larutan Standar Besi (III)

- diambil sebanyak 0,5 ml
- dimasukkan ke dalam labu ukur 10 ml
- ditambahkan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ sebanyak 1,1 ml
- ditambahkan larutan fenantrolin sebanyak 1,5 ml
- ditambahkan larutan buffer asetat pH 4,5 sebanyak 1,5 ml
- ditambahkan aseton sebanyak 5 ml
- ditambahkan aqua DM hingga volume larutan 10ml
- dikocok lalu didiamkan selama 5 menit
- diukur absorbansi pada panjang gelombang 480-580 nm*
- dibuat kurva antara absorbansi dan panjang gelombang

Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Besi (II)-fenantrolin

* Percobaan dilakukan dengan 3x pengulangan (triplo)

A.8 Pembuatan Kurva Kalibrasi Kompleks Besi (II)-fenantrolin dengan Pereduksi Natrium Tiosulfat pada pH 4,5

Larutan Standar Fe (III)

- diambil sebanyak 0,1 ml*
- dimasukkan ke dalam labu ukur 10 ml
- ditambahkan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm sebanyak 1,1 ml
- ditambahkan fenantrolin 1000 ppm sebanyak 1,5 ml
- ditambahkan larutan buffer asetat pH 4,5 sebanyak 1,5 ml
- ditambahkan aseton sebanyak 5 ml
- ditambahkan aqua DM hingga volume larutan 10 ml
- dikocok lalu didiamkan selama 5 menit
- diukur absorbansi pada panjang gelombang maksimum, yaitu 510 nm**
- dibuat kurva antara absorbansi dan konsentrasi

Kurva Kalibrasi Kompleks Besi (II)-fenantrolin

* Dilakukan pula untuk larutan standar Besi (III) 100 ppm dengan variasi volume 0,0; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5 ml sehingga konsentrasinya 0; 1; 2; 3; 4; 5 ppm dalam 10 ml larutan

** Percobaan dilakukan dengan 3x pengulangan (triplo)

A.9 Pengaruh Ca (II) pada Kompleks Besi (II)-fenantrolin pada Kondisi pH 4,5

Larutan Standar Fe (III) 100 ppm

- diambil sebanyak 0,5 ml
- dimasukkan ke dalam labu ukur 10 ml
- ditambahkan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ sebanyak 1,1 ml
- ditambahkan larutan Ca (II) 10 ppm sebanyak 0,06 ml*
- ditambahkan larutan fenantrolin sebanyak 1,5 ml
- ditambahkan larutan buffer asetat pH 4,5 sebanyak 1,5 ml
- ditambahkan aseton sebanyak 5 ml
- ditambahkan aqua DM hingga volume larutan 10ml
- dikocok lalu didiamkan selama 5 menit
- diukur absorbansi pada panjang gelombang maksimum, yaitu 510 nm**
- dibuat kurva antara konsentrasi larutan Krom (III) terhadap persen (%) recovery

Pengaruh Ca (II) terhadap Kompleks Besi (II)-fenantrolin

* Dilakukan pula untuk larutan Ca (II) 10 ppm dengan variasi volume 0; 0,06; 0,07; 0,075; 0,08; 0,09; 0,1 ml sehingga konsentrasinya 0; 0,06; 0,07; 0,075; 0,08; 0,09; 0,1 ppm dalam 10 ml larutan

** Percobaan dilakukan dengan 3x pengulangan (triplo)

LAMPIRAN B
PERHITUNGAN PEMBUATAN LARUTAN

B.1 Perhitungan Pembuatan Larutan Standar Besi (III) 100 ppm

Perhitungan pembuatan larutan standar Besi (III) 100 ppm adalah sebagai berikut:

$$\begin{aligned} 100 \text{ ppm} &= 100 \text{ mg / liter} \\ &= 100 \text{ mg / 1000 ml} \\ &= 10 \text{ mg / 100 ml} \end{aligned}$$

Banyaknya $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang dibutuhkan untuk membuat larutan besi (III) 100 ppm adalah sebagai berikut:

$$\begin{aligned} \frac{\text{Ar Fe}}{\text{Mr FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} &= \frac{\text{Massa Fe}}{\text{Massa FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} \\ &= \frac{55,85 \text{ gram / mol}}{[55,85 + (3 \times 35,54) + (6 \times 18)] \text{ gram / mol}} \\ &= \frac{10 \text{ mg}}{x \text{ mg FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} \\ \frac{55,85 \text{ gram/mol}}{270,47 \text{ gram/mol}} &= \frac{10 \text{ mg}}{x \text{ mg}} \\ x &= \frac{270,47 \times 10}{55,85} \end{aligned}$$

$$x = 48,43 \text{ mg} = 0,0483 \text{ gram}$$

Jadi $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang dibutuhkan untuk membuat larutan Besi (III) 100 ppm adalah 0,0483 gram dan dilarutkan dengan aqua DM hingga volume 100 ml.

B.2 Perhitungan Pembuatan Larutan Kerja Natrium Tiosulfat 100 ppm

Perhitungan pembuatan larutan kerja natrium tiosulfat 100 ppm adalah sebagai berikut:

$$\begin{aligned} 100 \text{ ppm} &= 100 \text{ mg / liter} \\ &= 100 \text{ mg / 1000 ml} \\ &= 10 \text{ mg / 100 ml} \end{aligned}$$

Banyaknya $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ yang dibutuhkan untuk membuat larutan natrium thiosulfat 100 ppm adalah sebagai berikut:

$$\begin{aligned} \frac{\text{Mr Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}{\text{Mr Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} &= \frac{\text{Massa Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}{\text{Massa Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} \\ \frac{158,19 \text{ gram / mol}}{248,19 \text{ gram / mol}} &= \frac{10 \text{ mg}}{x \text{ gram Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} \\ x &= \frac{248,19 \times 10}{158,19} \\ x &= 15,69 \text{ mg} \\ x &= 0,0157 \text{ gram} \end{aligned}$$

Jadi banyaknya $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ yang dibutuhkan untuk membuat larutan natrium tiosulfat 100 ppm adalah 0,0157 gram dan dilarutkan dengan aqua DM hingga volume 100 ml.

B.3 Perhitungan Pembuatan Larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm

Perhitungan pembuatan larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm adalah sebagai berikut:

$$\begin{aligned} 1000 \text{ ppm} &= 1000 \text{ mg / liter} \\ &= 1000 \text{ mg / 1000 ml} \\ &= 100 \text{ mg / 100 ml} \end{aligned}$$

$$= 0,1 \text{ gram} / 100 \text{ ml}$$

Jadi banyaknya 1,10-fenantrolin yang dibutuhkan untuk membuat larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm adalah 0,1 gram dan dilarutkan dengan aqua DM hingga volume 100 ml.

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

Perhitungan pembuatan larutan buffer asetat pH 4,5 adalah sebagai berikut:

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

Apabila dikonversikan dalam molaritas CH_3COOH maka:

$$\begin{aligned} \text{M CH}_3\text{COOH} &= \frac{1049 \text{ gram/liter}}{60,052 \text{ gram/mol}} \\ &= 17,47 \text{ mol/liter} \\ &= 17,47 \text{ M} \end{aligned}$$

Dalam 50 ml larutan, maka molaritas CH_3COOH menjadi:

$$\begin{aligned} V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\ 5 \text{ ml} \times 17,47 \text{ M} &= 50 \text{ ml} \times M_2 \\ M_2 &= 1,75 \text{ M} \end{aligned}$$

Setelah didapatkan molaritas CH_3COOH , maka dicari mol CH_3COOH :

$$n \text{ CH}_3\text{COOH} = M \times L$$

$$n \text{ CH}_3\text{COOH} = 1,75 \frac{\text{mol}}{\text{liter}} \times 0,05 \text{ liter}$$

$$n \text{ CH}_3\text{COOH} = 0,0875 \text{ mol}$$

Banyaknya garam CH_3COONa yang dibutuhkan untuk membuat larutan buffer asetat pH 4,5 adalah:

$$[\text{H}^+] = K_a \times \left[\frac{n \text{ asam}}{n \text{ garam}} \right]$$

$$[10^{-4,5}] = 1,75 \times 10^{-5} \times \frac{0,0875 \text{ mol}}{x \text{ mol}}$$

$$x = \frac{0,0875 \times 1,75 \times 10^{-5}}{10^{-4,5}}$$

$$x = 0,0484 \text{ mol CH}_3\text{COONa}$$

Massa CH_3COONa yang dibutuhkan adalah sebanyak:

$$n = \frac{\text{massa}}{M_r}$$

$$\text{massa} = M_r \times n$$

$$\text{massa} = 82,03 \frac{\text{gram}}{\text{mol}} \times 0,0484 \text{ mol}$$

$$\text{massa} = 3,97 \text{ gram}$$

Jadi banyaknya garam CH_3COONa yang dibutuhkan untuk membuat larutan buffer asetat pH 4,5 adalah 3,97 gram,

ditambahkan 5 ml CH_3COOH , dan diencerkan dengan aqua DM hingga volume 50 ml.

B.5 Perhitungan Pembuatan Larutan Kalsium(II)

B.5.1 Larutan Ca (II) 100 ppm

Perhitungan pembuatan larutan Ca^{2+} 100 ppm adalah sebagai berikut:

$$\begin{aligned} 100 \text{ ppm} &= 100 \text{ mg / liter} \\ &= 100 \text{ mg / 1000 ml} \\ &= 10 \text{ mg / 100 ml} \end{aligned}$$

Banyaknya $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ yang dibutuhkan untuk membuat larutan Ca^{2+} 100 ppm adalah sebagai berikut:

$$\frac{\text{Ar Ca}}{\text{Mr CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} = \frac{\text{Massa Ca}}{\text{Massa CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}}$$

$$\frac{40 \text{ gram/mol}}{147 \text{ gram/mol}} = \frac{10 \text{ mg}}{x \text{ mg CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}}$$

$$x = \frac{147 \times 10}{40}$$

$$x = 36,75 \text{ mg}$$

$$x = 0,03675 \text{ gram}$$

Jadi banyaknya $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ yang dibutuhkan untuk membuat larutan Ca (II) 100 ppm adalah 0,03675 gram dan dilarutkan dengan aqua DM hingga volume 100 ml.

B.5.2 Larutan Ca (II) 10 ppm

Perhitungan pembuatan larutan Ca (II) 10 ppm adalah sebagai berikut:

$$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2$$

$$V_1 \times 100 \text{ ppm} = 50 \text{ ml} \times 10 \text{ ppm}$$

$$V_1 = 5 \text{ ml}$$

Jadi banyaknya larutan Ca (II) 100 ppm yang dibutuhkan untuk membuat larutan Ca (II) 10 ppm adalah 5 ml dan diencerkan dengan aqua DM hingga volume 50 ml.

B.5.3 Larutan Ca (II) 0,1 ppm

Perhitungan pembuatan larutan Ca (II) 0,1 ppm adalah sebagai berikut:

$$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2$$

$$V_1 \times 10 \text{ ppm} = 10 \text{ ml} \times 0,1 \text{ ppm}$$

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

Perhitungan yang sama juga digunakan untuk variasi konsentrasi 0,09; 0,08; 0,075; 0,07; dan 0,06 ppm dan diperoleh volume 0,09; 0,08; 0,075; 0,07; dan 0,06 ml kemudian diencerkan dengan aqua DM hingga volumenya 10 ml

LAMPIRAN C

DATA HASIL PENELITIAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka diperoleh data panjang gelombang (λ) maksimum senyawa kompleks besi (II)-fenantrolin, data absorbansi kurva kalibrasi kompleks besi (II)-fenantrolin, serta data absorbansi senyawa kompleks besi (II)-fenantrolin dengan penambahan kalsium.

C.1 Panjang Gelombang (λ) Maksimum Kompleks Besi (II) - fenantrolin

Pada penelitian ini dilakukan dua kali pengukuran panjang gelombang maksimum kompleks besi(II)–fenantrolin, yaitu dengan variasi 5 nm pada range panjang gelombang 400-600 nm dan 1 nm pada range panjang gelombang 500-515 nm. Data yang diperoleh dapat dilihat pada tabel C.1.1.

Tabel C.1.1 Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Besi (II)–fenantrolin pada Range 400-600 nm dengan Variasi 5 nm

Panjang Gelombang (nm)	A1 (nm)	A2 (nm)	A3 (nm)
400	0.310	0.311	0.312
405	0.338	0.341	0.343
410	0.365	0.371	0.373
415	0.390	0.398	0.401
420	0.412	0.422	0.425
425	0.433	0.444	0.447
430	0.452	0.464	0.468
435	0.469	0.483	0.486
440	0.484	0.498	0.502
445	0.498	0.512	0.516
450	0.512	0.526	0.531
455	0.546	0.544	0.549
460	0.569	0.567	0.572
465	0.595	0.593	0.598
470	0.620	0.619	0.624
475	0.641	0.638	0.643
480	0.649	0.648	0.654
485	0.658	0.654	0.66
490	0.656	0.66	0.666

495	0.673	0.669	0.675
500	0.685	0.681	0.687
505	0.671	0.694	0.700
510	0.676	0.701	0.707
515	0.666	0.690	0.697
520	0.634	0.657	0.663
525	0.579	0.600	0.606
530	0.513	0.531	0.536
535	0.433	0.448	0.452
540	0.349	0.361	0.364
545	0.277	0.286	0.287
550	0.213	0.220	0.221
555	0.162	0.167	0.167
560	0.125	0.128	0.129
565	0.096	0.098	0.098
570	0.076	0.078	0.078
575	0.060	0.061	0.061
580	0.048	0.049	0.048
585	0.039	0.039	0.039
590	0.032	0.032	0.032
595	0.026	0.025	0.025
600	0.020	0.020	0.020

Dari tabel C.1.1 diatas dapat dilihat bahwa absorbansi maksimum terletak pada range 500-515 nm. Kemudian diukur kembali dengan variasi 1 nm dan didapatkan hasil yang lebih akurat. Hasil dapat dilihat pada tabel C.1.2.

Tabel C.1.2 Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Besi (II)– fenantrolin pada Range 500-515 nm dengan Variasi 1 nm

Panjang Gelombang (nm)	A1 (nm)	A2 (nm)	A3 (nm)
500	0.708	0.713	0.717
501	0.711	0.716	0.720
502	0.714	0.719	0.724
503	0.717	0.722	0.726
504	0.719	0.725	0.729
505	0.722	0.727	0.732
506	0.724	0.730	0.734
507	0.726	0.732	0.737
508	0.728	0.733	0.737
509	0.729	0.734	0.738
510	0.729	0.735	0.739
511	0.728	0.734	0.738
512	0.727	0.733	0.737
513	0.725	0.731	0.735
514	0.722	0.728	0.732
515	0.718	0.724	0.729

Dari tabel C.1.2 dapat disimpulkan bahwa panjang gelombang maksimum senyawa kompleks Besi(II)-fenantrolin adalah pada 510 nm dengan absorbansi yang paling besar, yaitu 0,739.

C.2 Data Absorbansi Kurva Kalibrasi Kompleks Besi (II) – fenantrolin

Tabel C.2 Absorbansi Senyawa Kompleks Besi(II)-fenantrolin

[Fe(II)Fenantrolin] Ppm	A1 (nm)	A2 (nm)	A3 (nm)	Absorbansi Rata-Rata
0	0	0	0	0.000
1	0.175	0.174	0.171	0.173
2	0.323	0.315	0.322	0.320
3	0.486	0.465	0.473	0.475
4	0.599	0.603	0.601	0.601
5	0.729	0.735	0.739	0.734

C.3 Data Absorbansi Senyawa Kompleks Besi (II) – fenantrolin dengan Penambahan Ion Kalsium (II)

Tabel C.3 Absorbansi Senyawa Kompleks Besi(II)-fenantrolin dengan Penambahan Kalsium

Konsentrasi Kalsium (ppm)	Absorbansi	Absorbansi (Rata-Rata)
0	0.729	0.734
	0.735	
	0.739	
0.06	0.725	0.723
	0.727	
	0.722	
0.07	0.715	0.715
	0.716	
	0.714	
0.075	0.709	0.709

	0.711	
	0.708	
0.08	0.676	0.692
	0.698	
	0.701	
0.09	0.621	0.621
	0.618	
	0.625	
0.1	0.589	0.590
	0.591	
	0.590	

LAMPIRAN D

PERHITUNGAN STATISTIKA

D.1 Perhitungan Persamaan Regresi Linear Kurva Kalibrasi Kompleks Besi (II) –fenantrolin pada pH 4,5

Pada hukum Lambert-Beer yang menyatakan bahwa :

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

Dengan :

A = Absorbansi

ε = Tetapan absorbtivitas molar

b = Tebal medium penyerap dalam cm

c = Konsentrasi besi(II) dalam ppm

jika absorbansi (A) sebagai sumbu y dan konsentrasi besi(II)fenantrolin sebagai sumbu x, maka :

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

$$a = \frac{\Sigma y - b \cdot \Sigma x}{n}$$

Sehingga dari tabel C.2 dapat dibuat persamaan garis antara konsentrasi besi (sumbu x) terhadap absorbansinya (sumbu y) melalui persamaan $y = bx + a$. Dari hasil kurva dapat dibuat tabel yang tertera pada tabel D.1

Tabel D.1 Data Regresi Linier Kurva Kalibrasi Kompleks Besi (II)–fenantrolin pada pH 4,5

[Fe (II)] ppm (X)	Absorbansi (Y)	X ²	X.Y
0	0	0	0
1	0.173	1	0.173
2	0.32	4	0.64
3	0.475	9	1.425
4	0.601	16	2.404
5	0.734	25	3.67
Σ = 15	Σ = 2.303	Σ = 55	Σ = 8.312

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

$$b = \frac{15,327}{105}$$

$$b = 0,146$$

$$a = \frac{\sum y - b \cdot \sum x}{n}$$

$$a = \frac{2,303 - (0,146) \times (15)}{6}$$

$$a = 0.018$$

Sehingga diperoleh persamaan regresi linear kurva kalibrasi kompleks besi (II)-fenantrolin pada pH 4,5 yaitu $y=0,146x + 0,018$

D.2 Perhitungan Koefisien Korelasi Kurva Kalibrasi Kompleks Besi (II) –fenantrolin pada pH 4,5

Koefisien korelasi (r) digunakan untuk mengetahui seberapa baik kumpulan titik percobaan sesuai dengan garis lurus. Berdasarkan persamaan yang diperoleh pada D.1, maka dapat dicari koefisien korelasi (r) dengan cara sebagai berikut:

Tabel D.2 Data Perhitungan Koefisien Korelasi Kurva Kalibrasi

No.	X	Y	$(x - \bar{x})(y - \bar{y})$	$(x - \bar{x})^2$	$(y - \bar{y})^2$
1	0	0	0,960	6,25	0.147456
2	1	0,173	0,173	1	0.029929
3	2	0,320	0,640	4	0.102400
4	3	0,475	1,425	9	0.225625
5	4	0,601	2,404	16	0.361201
6	5	0,734	3,670	25	0.538756
Σ	15	2,303	9,272	61,25	1.405367
	$\bar{x} =$ 2,5	$\bar{y} =$ 0,384			

$$r = \frac{\Sigma\{(x - \bar{x})(y - \bar{y})\}}{\{\Sigma(x - \bar{x})^2 \mid \Sigma(y - \bar{y})^2\}^{1/2}}$$

$$r = \frac{9,272}{\{61,25 \times 1,4053\}^{1/2}}$$

$$r = 0,9985$$

$$r^2 = 0,997$$

D.3 Perhitungan uji-t Terhadap Kurva Kalibrasi

Setelah didapatkan nilai (r) pada D.2, maka dilakukan uji-t terhadap kurva kalibrasi untuk mengetahui apakah koefisien korelasi (r) memang berarti. Dengan n=6, maka uji-t didasarkan pada persamaan sebagai berikut:

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

$$t_{\text{hitung}} = \frac{|0,9985|\sqrt{(6-2)}}{\sqrt{(1-0,997)}}$$

$$t_{\text{hitung}} = 36,46$$

Dimana:

n = jumlah data

r = koefisien korelasi

dengan derajat kebebasan(db) = n-2
= 4

Keterangan:

H₀ = tidak ada korelasi antara konsentrasi (x) dan absorbansi (y)

H_i = ada korelasi antara konsentrasi (x) dan absorbansi (y)

Berdasarkan perhitungan diatas diperoleh nilai t_{hitung} sebesar 36,46. Nilai t_{hitung} ini kemudian dibandingkan dengan nilai t_{tabel}, dimana selang kepercayaan 95% dengan derajat kebebasan 4. Pada tabel E.1, diketahui nilai kritik sebaran t sebesar 2,78. Karena nilai t_{hitung} > t_{tabel} maka H₀ ditolak, sehingga dapat disimpulkan bahwa terdapat korelasi yang linier antara konsentrasi besi (III) (sumbu-x) dengan absorbansinya (sumbu-y).

D.4 Perhitungan % Recovery Kompleks Besi (II) – fenantrolin dengan Penambahan Ion Kalsium (II)

Prosen recovery merupakan ukuran ketepatan hasil penentuan suatu metode analisis dengan nilai sebenarnya. Pada D.1 telah diketahui persamaan regresi linier kurva kalibrasi kompleks besi (II)-fenantrolin adalah $y=0,146x + 0,018$. Dari persamaan ini dapat digunakan untuk menghitung persen (%) recovery terhadap besi (II) yang diperoleh kembali dimana x adalah konsentrasi dan y adalah absorbansi.

$$y = 0,146x - 0,018$$

$$x = \frac{y + 0,018}{0,146}$$

Misalnya pada penambahan 0,06 ppm kalsium (II), pada kompleks besi (II) – fenantrolin dengan konsentrasi besi (III) 5 ppm, maka:

$$x = \frac{0,7233 - 0,018}{0,146}$$

$$x = 4,83 \text{ ppm}$$

$$\% \text{ recovery} = \frac{\text{Konsentrasi Fe yang terukur}}{\text{Konsentrasi Fe mula - mula}} \times 100\%$$

$$x = \frac{4,83}{5} \times 100\%$$

$$x = 96,6 \%$$

D.5 Perhitungan Standar Deviasi (S), Standar Deviasi Relatif (RSD), dan koefisien variatif (CV)

RSD (*Relative Standard Deviation*) dan CV (*Coefficient of Variant*) digunakan untuk menyatakan ketelitian atau kepresisian dari hasil penelitian dengan suatu metode tertentu. Metode penelitian dikatakan memiliki kepresisian yang bagus jika memiliki harga RSD < 20 ppt atau CV < 2%. RSD dan CV dapat dihitung dengan menggunakan persamaan :

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

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

Dengan :

S = Simpangan baku

\bar{x} = Rata-rata hasil penentuan dengan metode tertentu

x = Hasil penentuan dengan suatu metode tertentu

n = Jumlah pengulangan

Simpangan baku dapat dihitung dengan persamaan :

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

LAMPIRAN E
TABEL STATISTIK NILAI SEBARAN-t

Nilai t untuk selang kepercayaan	90%	95%	98%	99%
Nilai gawat t untuk nilai P	0,10	0,05	0,02	0,01
Banyaknya derajat kebebasan				
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
∞	1,64	1,96	2,33	2,58

(Miller and Miller, 1990)

LAMPIRAN F
TABEL KONSENTRASI ION Ca²⁺, S, RSD, DAN CV

No	C	Absorbansi	S	RSD (ppt)	CV (%)
1	0	0,729	5.03×10^{-3}	6.85	0.685
2		0,735			
3		0,739			
1	0,06	0,725	2.52×10^{-3}	3.47	0.347
2		0,727			
3		0,722			
1	0,07	0,715	1×10^{-3}	1.40	0.140
2		0,716			
3		0,714			
1	0,075	0,709	1.53×10^{-3}	2.15	0.215
2		0,711			
3		0,708			
1	0,08	0,676	1.37×10^{-2}	19.73	1.973
2		0,698			
3		0,701			
1	0,09	0,621	3.51×10^{-3}	5.65	0.565
2		0,618			
3		0,625			
1	0,1	0,589	1×10^{-3}	1.69	0.169
2		0,591			
3		0,590			