

PENGARUH GANGGUAN CAMPURAN ION As^{3+} DAN ION Mn^{2+} PADA ANALISA BESI (II) DENGAN PENGOMPLEK FENANTROLIN SECARA SPEKTROFOTOMETER UV-VIS

Anthony Eliano Pranata, R. Djarot Sugiarso, Hendro Juwono, Suprpto, Departemen Kimia, Fakultas Ilmu Alam, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS), Surabaya 60111 Indonesia

djarot@chem.its.ac.id

Abstrak

Telah dilakukan penelitian mengenai studi gangguan campuran ion As^{3+} dan ion Mn^{2+} pada analisa besi(II) dengan ligan 1,10-fenantrolin menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis. Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui ada tidaknya gangguan ion dari As^{3+} dan ion Mn^{2+} saat ditambahkan dalam kompleks Fe(II)-Fenantrolin. Panjang gelombang maksimum Fe(II)-fenantrolin adalah 510 nm. Koefisien korelasi (r) yang diperoleh pada kurva kalibrasi adalah 0,99914. Hasil menunjukkan bahwa campuran ion As^{3+} dan ion Mn^{2+} dengan konsentrasi ion As^{3+} dibuat tetap dan konsentrasi ion Mn^{2+} dibuat variasi mulai mengganggu analisa Fe(II)-Fenantrolin pada konsentrasi 0,8 ppm dengan prosentase recovery sebesar 126,01% dengan RSD 0,8848 ppt dan CV 0,0884%. Hasil selanjutnya menunjukkan bahwa campuran ion As^{3+} dan ion Mn^{2+} dengan konsentrasi ion Mn^{2+} dibuat tetap dan konsentrasi ion As^{3+} dibuat variasi mulai mengganggu analisa Fe(II)-Fenantrolin pada konsentrasi 1,3 ppm dengan prosentase recovery sebesar 79,19 % dengan RSD 1,3944 ppt dan CV 0,1394 %.

Kata Kunci : Fe(II)-fenantrolin; As(III)-fenantrolin; Mn(II)-fenantrolin dan Spektrofotometer UV-vis.

I. PENDAHULUAN

Penggunaan besi yang luas tersebut berimplikasi pada peningkatan pencemaran dilingkungan. Oleh karena itu suatu metode diperlukan untuk analisis besi baik dalam proses industri, contohnya dalam bidang industri suatu metode

diperlukan untuk menganalisis proses produksi dan limbah produksi. Limbah produksi dapat menjadi masalah kesehatan untuk masyarakat yang berada disekitar industri, apabila limbah tersebut tidak diolah terlebih dahulu sebelum dibuang kesaluran air karena dalam limbah industri besi

terdapat logam-logam yang berbahaya misalnya logam Arsen dan Mangan. Masalah kesehatan yang akan timbul adalah ketika masyarakat memanfaatkan air untuk kehidupan sehari-hari misalnya untuk makan dan minum [4]. Hal tersebut dapat terjadi apabila jumlah logam Arsen dan Mangan melebihi nilai ambang batas manusia. Nilai ambang batas untuk logam Arsen adalah 0,6 mg/kg/day [9] sedangkan nilai ambang batas logam Mangan adalah 0,7 mg/kg/day untuk 70 kg berat tubuh manusia [6].

Saat ini, sejumlah teknik analitis telah dikembangkan untuk penentuan besi, termasuk spektrofotometri serapan atom (AAS), spektrometri massa induksi plasma (ICP-MS), kromatografi cair, elektrokimia, spektrofotometri, teknik berbasis aliran [5], Graphite Furnace AAS, semiluminisens, potensiometri, *Anodic Stripping Volumetry* dan spektrofotometri UV-Vis. Penentuan kadar besi secara spektrofotometri UV-Vis telah banyak dilakukan karena prosesnya cepat, mudah dan murah. Besi yang akan dianalisis, direduksi terlebih dahulu kemudian dikomplekskan dengan

senyawa pengompleks, sehingga menghasilkan warna spesifik [3].

Natrium tiosulfat dipilih dalam penelitian ini untuk mereduksi Fe^{3+} (ferri) menjadi Fe^{2+} (ferro) sebelum dikomplekskan karena tidak membutuhkan waktu yang lama dan jumlah yang banyak untuk mereduksi besi(III). Pereduksi natrium tiosulfat 11 ppm mampu mereduksi larutan Fe(III) 5 ppm dengan nilai prosentase *recovery* 99,25% dengan kondisi pH optimum buffer asetat 4,5 [8]. Pembentukan senyawa kompleks pada besi menggunakan reagen pengompleks yang biasa digunakan yaitu TPTZ, ferrozine, formaldoxime, dan 1,10-fenantrolin. Pada penelitian ini, digunakan reagen 1,10-fenantrolin karena tidak merubah nilai absorbansi dalam waktu tertentu dan dapat membentuk kompleks yang relatif stabil.

Pembentukan kompleks Fe(II) -1,10-Fenantrolin dipengaruhi oleh pH larutan dan adanya logam yang lain. Ion logam lain akan bersaing dengan ion Fe(II) untuk berikatan dengan ligan fenantrolin [1]. Pengompleks 1,10-fenantrolin dapat digunakan untuk pengompleks besi tanpa menggunakan zat pengadsorpsi dan tidak

memerlukan waktu yang lama. Pengompleksan besi dengan menggunakan 1,10-fenantrolin akan menghasilkan pewarnaan merah jingga, yang disebabkan pembentukan kation kompleks $[\text{Fe}(\text{phen})_3]^{2+}$. Warna merah jingga dari kompleks yang dihasilkan ini stabil pada kisaran pH 2-9. Oleh karena itu penelitian dapat dilakukan pada range pH asam maupun basa. Warna merah jingga terjadi pada rentang 480 nm – 560 nm [10].

Pada penelitian ini ion pengganggu yang digunakan adalah ion Mn^{2+} dan ion As^{3+} , pada penelitian sebelumnya ion Mn^{2+} digunakan karena memiliki bilangan oksidasi yang sama dengan Fe yang dianalisis, yaitu +2, sehingga kemungkinan akan terjadi kompetisi antara Mn(II) dan Fe(II) dalam membentuk senyawa kompleks dengan 1,10-fenantrolin. pada konsentrasi Mn(II) 0,06 ppm untuk pH 4,5 (dengan prosentase *recovery* sebesar 88,462%) sudah mulai mengganggu analisa Fe [7]. Untuk penelitian sebelumnya menggunakan ion pengganggu As^{3+} yang dilakukan oleh Agustina, ion As^{3+} mengganggu analisa Fe pada konsentrasi 0,5 ppm As^{3+} yang ditambahkan, menunjukkan penurunan

Prosentase *recovery* sebesar 76,53%. Hal ini membuktikan bahwa ion As^{3+} mempengaruhi penurunan absorbansi pengukuran kompleks Fe(III)-fenantrolin. Semakin besar konsentrasi ion As^{3+} yang ditambahkan maka semakin mengganggu pengukuran kompleks Fe(III)-fenantrolin [2].

Berdasarkan hasil beberapa penelitian di atas, bisa di dapatkan suatu kesamaan, yaitu ion-ion yang dapat membentuk kompleks dengan 1,10-fenantrolin berpotensi mengganggu analisis Fe(II)-fenantrolin. Pada penelitian ini ion As^{3+} dan ion Mn^{2+} dicampurkan pada analisa Fe secara bersamaan apakah campuran kedua ion tersebut akan mengganggu analisa Fe(II)-Fenantrolin.

II. Uraian Penelitian

A. Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah botol timbang, spatula, neraca analitik, corong, labu ukur 100 mL, labu ukur 10 mL, pipet ukur 1 mL, pipet ukur 2 mL, pipet ukur 5 mL, pipet tetes, corong, kaca arloji, gelas beaker 100 mL, pengaduk, penangas, propipet, botol semprot, pH meter,

indikator pH, kuvet kaca, dan spektrofotometer UV-Vis (*Thermo Scientific model G10S*).

Bahan yang di gunakan dalam penelitian ini adalah $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (*Merck*), 1,10-fenantrolin ($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2$) (*Merck*), natrium tiosulfat pentahidrat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) (*Merck*), aseton ($\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$) (*Merck*), natrium asetat trihidrat ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) (*Merck*), aqua DM, $\text{MnCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (*Merck*) dan As_2O_3 (*Merck*).

B. Pembuatan larutan stok besi (III) 100 ppm

Larutan Fe (III) 100 ppm diperoleh dengan melarutkan 0,0484 gram $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dalam beberapa mL aqua DM, kemudian diencerkan hingga volume 100 mL dengan aqua DM.

C. Pembuatan larutan stok $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 100 ppm

Larutan stok Natrium Tiosulfat Pentahidrat 100 ppm diperoleh dengan cara padatan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ditimbang sebanyak 0,0157 gram dan dilarutkan dengan aqua DM hingga volume mencapai 100 mL

D. Pembuatan pengompleks 1,10-fenantrolin 1000 ppm

Padatan 1,10-Fenantrolin *monohydrate* sebanyak 0,1000 gram diaduk dan dipanaskan pada suhu 70 °C dengan aqua DM hingga volume mencapai 100 mL, sehingga didapat larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm.

E. Pembuatan Larutan Buffer Asetat 4,5

Natrium asetat pentahidrat sebanyak 6,7900 gram dan asam asetat sebanyak 5 mL ($K_a = 1,75 \times 10^{-5}$) dilarutkan dengan aqua DM sampai volume 50 mL.

F. Pembuatan larutan As(III) 100 ppm

As_2O_3 ditimbang sebanyak 0,0260 gram dan diencerkan dalam labu ukur 100 mL dengan penambahan aqua DM hingga batas.

G. Pembuatan larutan Mn(II) 1000 ppm

Larutan Mn(II) 1000 ppm dibuat dengan melarutkan melarutkan kristal 0,2945 gram $\text{MnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dalam aqua DM hingga volume 100 mL

H. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Fe(II)-Fenantrolin pada pH 4,5

Larutan standar Fe(III) 100 ppm sebanyak 0,5 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, kemudian ditambah dengan 1,1 mL larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 100 ppm sebagai pereduksi. Ditambahkan 1,5 mL larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm; 1,5 mL larutan buffer asetat pH 4,5 dan 5 mL aseton, kemudian ditambah aqua DM hingga volume mencapai 10 mL. Campuran tersebut dikocok dan didiamkan selama 15 menit, diukur absorbansinya pada panjang gelombang 400-600 nm. Dibuat variasi panjang gelombang dalam range 1 nm dan 5 nm dan dilakukan pengulangan pengukuran sebanyak 2 kali. Panjang gelombang maksimum ditentukan berdasarkan absorbansi maksimum yang diperoleh.

I. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum As(III)-Fenantrolin dan Mn (II)-Fenantrolin pada pH 4,5

Larutan standar As(III) 100 ppm dan Mn (III) 1000 ppm sebanyak 0,5 mL dimasukkan masing-masing ke dalam labu ukur 10 mL, selanjutnya ditambahkan 1,5 mL larutan 1,10-fenantrolin

1000 ppm, ditambahkan 1,5 mL larutan buffer pH 4,5 dan 5 mL aseton, kemudian ditambah aqua DM hingga volume mencapai 10 mL. Campuran tersebut dikocok dan didiamkan selama 15 menit, dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang 300-500 nm. Dibuat variasi panjang gelombang dalam range 1 nm dan 5 nm. Dilakukan pengulangan pengukuran sebanyak 2 kali.

J. 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, selanjutnya 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, 1,5 mL larutan buffer asetat pH 4,5, dan 5 mL aseton, kemudian ditambahkan aqua DM hingga volume 10 mL. Campuran tersebut dikocok dan didiamkan selama 15 menit dan diukur absorbansi pada panjang gelombang 510 nm. Dilakukan pengulangan pengukuran sebanyak 2 kali.

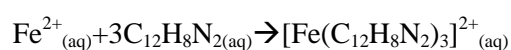
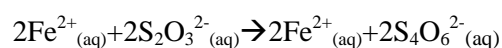
K. Pengaruh As(III) dan Mn(II) Pada Fe(II)-Fenantrolin dengan Kondisi pH 4,5

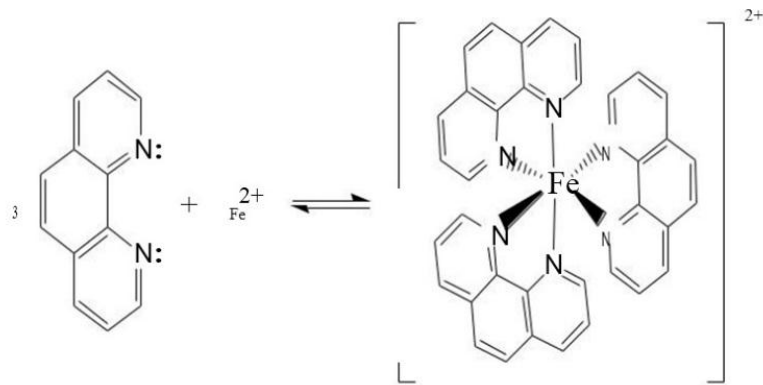
Larutan standar Fe (III) 100 ppm sebanyak 0,5 mL dimasukkan ke dalam 16 labu ukur 10 mL untuk ion As³⁺ dibuat variasi dan 11 labu ukur untuk Mn²⁺ dibuat variasi, selanjutnya ditambah 1,1 mL larutan Na₂S₂O₃.5H₂O 100 ppm sebagai pereduksi; ditambahkan larutan Mn (II) 1000 ppm sebagai variabel terikat; ditambahkan As (III) sebagai variabel bebas dengan variasi konsentrasi. Selanjutnya, ditambahkan 1,5 mL larutan fenantrolin 1000 ppm; 1,5 mL larutan buffer aserat pH 4,5, dan 5 mL aseton, Campuran tersebut dikocok dan didiamkan selama 15 menit, dan diukur absorbansi pada panjang gelombang 510 nm.

III. Hasil Pembahasan

A. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Fe(II)-Fenantrolin pada pH 4,5

Pengukuran dilakukan dengan penambahan 5 ppm Fe kemudian direduksi dengan 11 ppm Na₂S₂O₃, lalu ditambahkan 15 ppm orto fenantrolin dan 15 ppm buffer asetat pH 4,5, penambahan 1,10-fenantrolin sebagai ligan untuk membentuk kompleks, sedangkan penambahan buffer asetat pH 4,5 untuk menyangga pH larutan. Tingkat keasaman pada pH 4,5 digunakan karena kompleks Fe(II)-fenantrolin memiliki absorbansi yang lebih tinggi pada pH tersebut dibanding dengan pH asam yang lain, serta ditambahkan 5 mL aseton untuk menambah kelarutan kemudian di encerkan dengan aqua demineralisasi (DM) pada labu ukur 10 mL. Larutan blanko yang digunakan adalah semua pereaksi kecuali zat yang akan ditentukan (besi). Reaksi yang terjadi dalam pembentukan kompleks Fe(II)-Fenantrolin sebagai berikut:

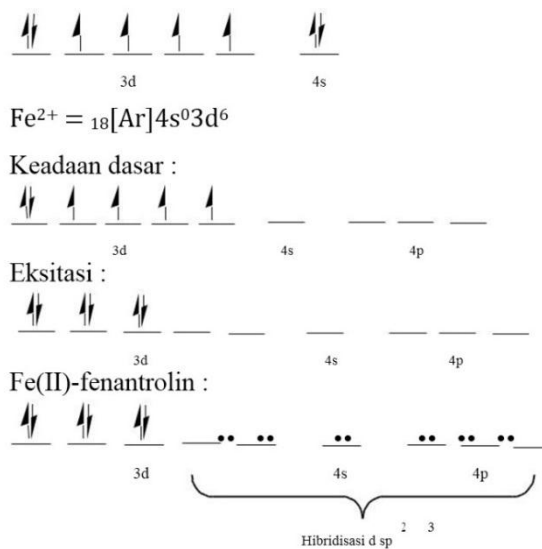




Gambar 3. 1 Reaksi pembentukan kompleks Fe(II)-fenantrolin

Hibridisasi dari pembentukan Fe(II)-Fenantrolin yaitu sebagai berikut :

Konfigurasi elektron

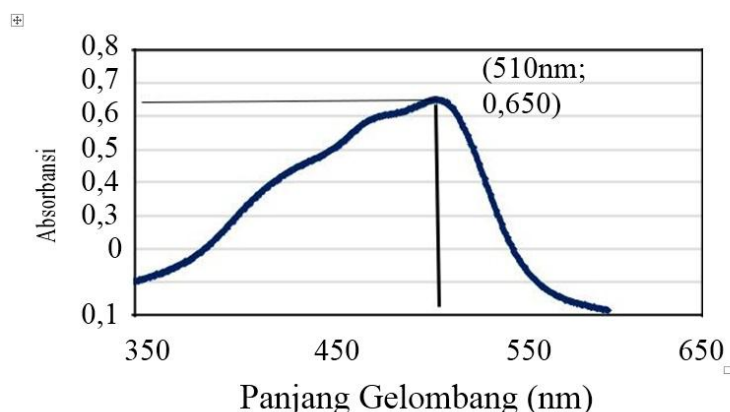


Gambar 3. 2 Hibridisasi kompleks Fe(II)-fenantrolin

Keterangan :

$\uparrow\downarrow$ = pasangan elektron pada atom pusat

$\bullet\bullet$ = pasangan elektron pada ligan



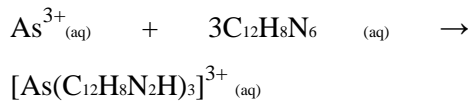
Gambar 3.3 Panjang gelombang maksimum Fe(II)- Fenantrolin pada pH 4,5

Berdasarkan Gambar 3.3 dapat kita ketahui bahwa Panjang gelombang maksimum dari kompleks Fe(II)- Fenantrolin terletak pada panjang gelombang 510 nm dengan nilai absorbansi sebesar 0,650, oleh karena itu pengujian selanjutnya dilakukan pada panjang gelombang maksimum yaitu 510 nm.

B. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum As(III)-Fenantrolin pada pH 4,5

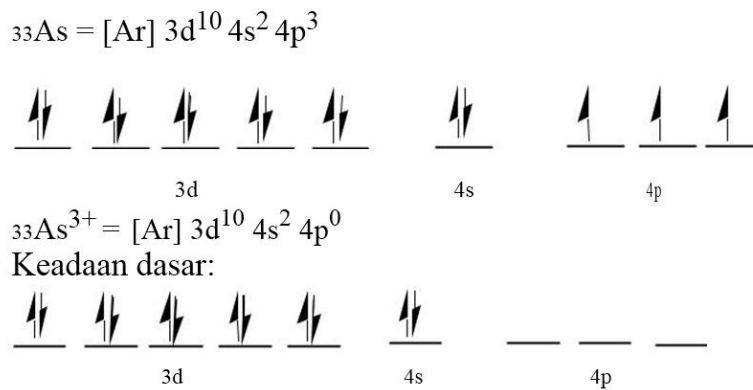
Penentuan panjang gelombang maksimum As(III)-Fenantrolin dilakukan dengan metode yang hampir sama dengan penentuan panjang gelombang maksimum Fe(II)-Fenantrolin. Pengukuran panjang gelombang maksimum As(III)-fenantrolin bertujuan untuk mengetahui apakah

ion As^{3+} dapat membentuk kompleks dengan fenantrolin sehingga dapat terjadi kompetisi apabila sengaja ditambahkan ke dalam larutan Fe(II)-fenantrolin. Penentuan panjang gelombang maksimum As(III)-Fenantrolin dilakukan dengan cara As(III) dikomplekskan dengan 1,10-fenantrolin sehingga didapatkan senyawa As(III)-Fenantrolin. Pengukuran dilakukan pada rentang panjang gelombang 312 nm - 319 nm. Kompleks As(III)-fenantrolin yang terbentuk tidak berwarna sehingga pengukuran dilakukan pada rentang panjang gelombang di daerah Ultraviolet (UV) yaitu rentang panjang gelombang 200 nm – 380 nm. Reaksi yang terjadi pada pembentukan kompleks As(III)-fenantrolin adalah sebagai berikut:



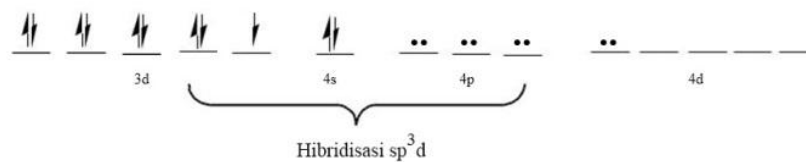
Konfigurasi elektron dan hibridisasi As^{3+} dengan fenantrolin dapat dilihat pada Gambar 3.4.

Kemungkinan hibridisasi dari senyawa kompleks As(III)-fenantrolin adalah sp^3d yang memberikan bentuk geometri trigonal bipiramidal. Bentuk trigonal bipiramidal dari As(III)-fenantrolin dapat dilihat pada Gambar 3.6 dibawah in.



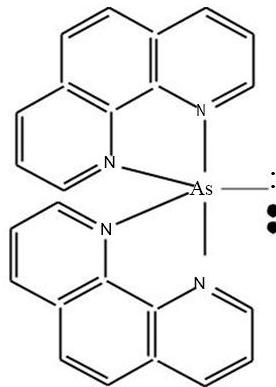
Gambar 3. 3 Konfigurasi elektron dan hibridisasi As^{3+}

Kemungkinan hibridisasi As(III)-fenantrolin dapat dilihat pada Gambar 3.5.



Gambar 3. 4 Hibridisasi As(III)-fenantrolin

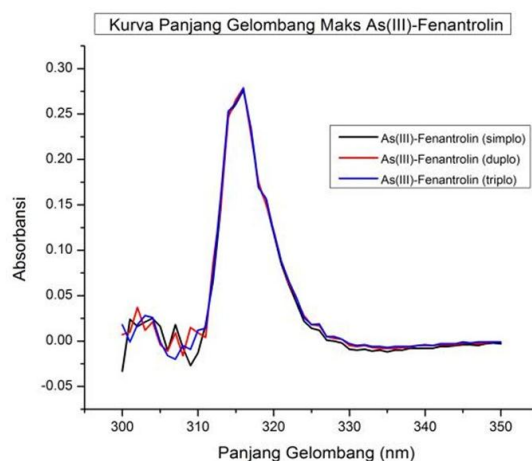
= pasangan elektron pada atom pusat
 .. = pasangan elektron pada ligan



Gambar 3 . 5 Kemungkinan geometri trigonal bipiramdal As(III)-fenantrolin

Penentuan panjang gelombang maksimum As(III)-Fenantrolin dilihat dari kurva hubungan antara absorbansi dengan panjang gelombang. Kurva pada Gambar 3.6 menunjukkan bahwa panjang gelombang maksimum As(III)-fenantrolin yang dihasilkan terletak pada 316 nm dengan absorbansi sebesar 0,278. Dari

hasil penelitian didapatkan jarak panjang gelombang Fe(II)-Fenantrolin dengan panjang gelombang As(III)-Fenantrolin yang jauh, hal tersebut menandakan As(III) mengganggu pada konsentrasi yang tinggi atau tidak mengganggu konsentrasi Fe(II)-Fenantrolin.



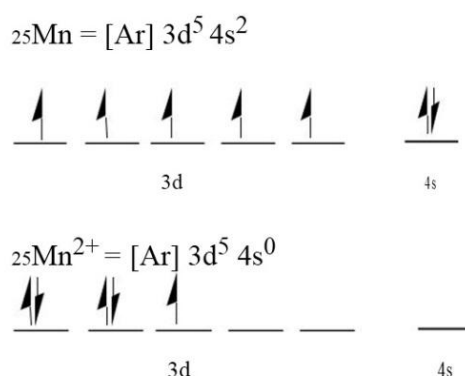
Gambar 3. 6 Panjang gelombang maksimum As(III)-Fenantrolin

C. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Mn(II)-Fenantrolin pada pH 4,5

Penentuan panjang gelombang maksimum Mn(II)-Fenantrolin dilakukan dengan metode yang hampir sama dengan penentuan panjang gelombang maksimum Fe(II)-Fenantrolin. Pengukuran panjang gelombang maksimum Mn(II)-fenantrolin bertujuan untuk mengetahui apakah ion Mn^{2+} dapat membentuk kompleks dengan fenantrolin sehingga dapat terjadi kompetisi apabila sengaja ditambahkan ke dalam larutan Fe(II)-fenantrolin. Penentuan panjang gelombang maksimum Mn(II)-Fenantrolin dilakukan dengan cara Mn(II) dikomplekskan dengan 1,10-fenantrolin sehingga didapatkan

senyawa Mn(II)-Fenantrolin. Pengukuran dilakukan pada rentang panjang gelombang 312 nm - 319 nm. Kompleks Mn(II)-fenantrolin yang terbentuk tidak berwarna sehingga pengukuran dilakukan pada rentang panjang gelombang di daerah Ultraviolet (UV) yaitu rentang panjang gelombang 200 nm – 380 nm. Reaksi yang terjadi pada pembentukan kompleks Mn(II)-fenantrolin adalah sebagai berikut:
 $Mn^{2+}(aq) + 3C_{12}H_8N_6 (aq) \rightarrow [Mn(C_{12}H_8N_2H)_3]^{2+} (aq)$

Konfigurasi elektron dan hibridisasi Mn^{3+} dengan fenantrolin dapat dilihat pada Gambar 3.7 Kemungkinan hibridisasi Mn(II)-fenantrolin dapat dilihat pada Gambar 3.8.



Gambar 3. 7 Konfigurasi elektron dan hibridisasi Mn^{2+}



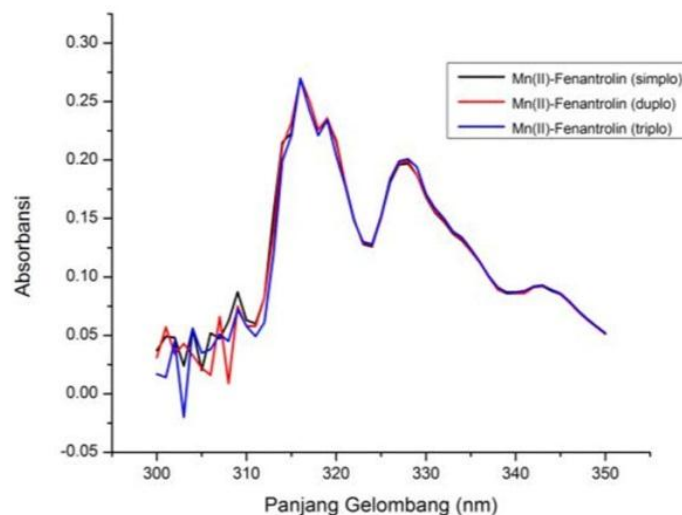
Gambar 3. 8 Hibridisasi Mn(II)-fenantrolin

↑↓ : Pasangan elektron dari ion As^{3+}

•• : Pasangan elektron dari ligan 1,10-fenantrolin

Penentuan panjang gelombang maksimum Mn(II)-Fenantrolin dilihat dari kurva hubungan antara absorbansi dengan panjang gelombang. Kurva pada Gambar 3.10 menunjukkan bahwa panjang gelombang maksimum Mn(II)-fenantrolin yang dihasilkan terletak pada 316 nm dengan absorbansi sebesar 0,270. Dari

hasil penelitian didapatkan jarak panjang gelombang Fe(II)-Fenantrolin dengan panjang gelombang Mn(II)-Fenantrolin yang jauh, hal tersebut menandakan Mn(II) mengganggu pada konsentrasi yang tinggi atau tidak mengganggu konsentrasi Fe(II)-Fenantrolin.



Gambar 3. 9 Panjang gelombang maksimum Mn(II)-Fenantrolin

D. Kurva Kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin

Pembuatan kurva kalibrasi diperlukan untuk menentukan besarnya konsentrasi besi yang tereduksi berdasarkan besarnya absorbansi, serta untuk

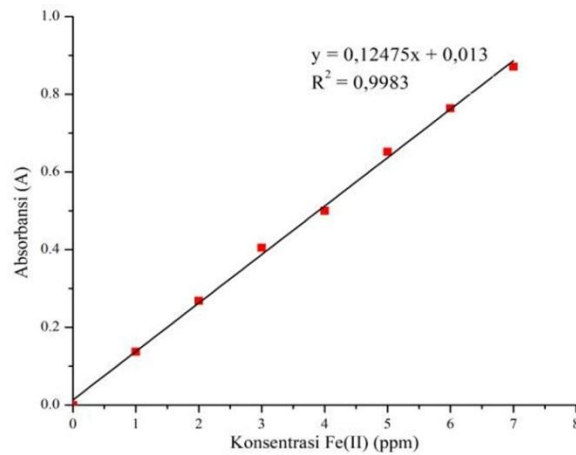
membuktikan hukum Lambert-Beer. Berdasarkan pengukuran yang telah dilakukan didapatkan hasil yang ditunjukkan pada Tabel 3.1.

Tabel 3. 1 Kurva kalibrasi kompleks Fe(II)-Fenantrolin

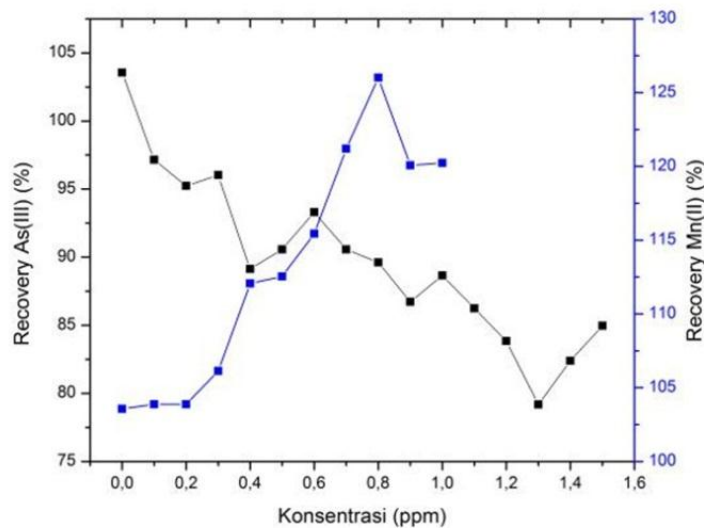
Konsentrasi Fe (III) (ppm)	Absorbansi			
	A1	A2	A3	A
0	0	0	0	0
1	0,137	0,137	0,136	0,137
2	0,268	0,268	0,268	0,268
3	0,405	0,406	0,405	0,405
4	0,5	0,5	0,501	0,5
5	0,652	0,652	0,653	0,652
6	0,764	0,764	0,765	0,764
7	0,87	0,871	0,871	0,871

Kurva kalibrasi Fe(II)-fenantrolin diatas menghasilkan persamaan garis linear $y=0,1248x + 0,0013$ dengan nilai korelasi (r) sebesar 0,99914 yang menunjukkan hubungan dua variabel yang searah dengan

kemiringan positif dan nilai regresi (R^2) sebesar 0,9982 menunjukkan bahwa terdapat korelasi yang linear antara konsentrasi dan absorbansi. Hasil kurva kalibrasi ditunjukkan pada Gambar 3.11.



Gambar 3. 10 Kurva kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin



Gambar 3.11 Pengaruh campuran ion pengganggu As^{3+} tetap dan Mn^{2+} variasi pada kompleks Fe(II)-fenantrolin

Selain uji koefisien korelasi (r) Uji t digunakan untuk mengetahui adanya pengaruh antara dua variabel yaitu konsentrasi dan absorbansi dari suatu kurva kalibrasi. Uji-t dilakukan dengan nilai n atau

sampel sebanyak 8 dan derajat kebebasan sebesar 6 untuk tingkat kepercayaan 95%. H_0 dalam uji t menyatakan bahwa tidak ada hubungan yang linear antara konsentrasi dan absorbansi, sedangkan H_1 menyatakan bahwa

ada hubungan yang linear antara konsentrasi dengan absorbansi. Nilai thitung dan ttabel kemudian dibandingkan. Dari data hasil kurva kalibrasi didapatkan nilai thitung yaitu 54,94 dan didapatkan nilai ttabel sebesar 2,45. H_0 diterima apabila nilai thitung < ttabel. H_1 diterima apabila nilai thitung > ttabel. Dari data nilai tersebut, dapat disimpulkan bahwa nilai thitung \geq ttabel yang menandakan bahwa hipotesis H_0 ditolak dan H_1 diterima. yang menunjukkan bahwa terdapat pengaruh hubungan antara konsentrasi Fe(II) dengan absorbansi sehingga persamaan regresi dari kurva kalibrasi dapat digunakan untuk menentukan konsentrasi Fe(II) pada pengukuran selanjutnya.

E. Penentuan konstanta kesetimbangan kompleks Fe(II)-Fenantrolin, As(III)-Fenantrolin dan Mn(II)-Fenantrolin

Konstanta kesetimbangan senyawa kompleks dapat ditentukan menggunakan konsentrasi kompleks Fe(II), As(III) dan Mn(II) dengan ligan

1,10-Fenantrolin. Hasil perhitungan konstanta kesetimbangan tersebut menunjukkan bahwa nilai konstanta kesetimbangan dari Fe(II)-Fenantrolin adalah $K_c=3,037.10^{-7}$, nilai konstanta kesetimbangan As(III)-Fenantrolin adalah $K_c=2,926.10^{-7}$ dan nilai konstanta kesetimbangan Mn(II)-Fenantrolin adalah $K_c=2,9109.10^{-7}$. Nilai konstanta kesetimbangan tersebut menunjukkan bahwa nilai konstanta kesetimbangan Mn(II)-Fenantrolin dan As(III)-Fenantrolin lebih besar dari nilai konstanta kesetimbangan dari Fe(II)-Fenantrolin, hal tersebut menunjukkan ion As(III) dan Mn(II) lebih stabil membentuk kompleks dengan ligan 1,10-Fenantrolin, hal itu juga dapat menunjukkan bahwa ion As(III) dan Mn(II) dapat mengganggu analisa Fe(II)-Fenantrolin.

F. Pengaruh Campuran ion As(III) dan Mn(II)

Analisa besi dengan ligan 1,10-fenantrolin secara spektrofotometer UV-Vis dapat diganggu oleh beberapa ion logam karena dapat membentuk kompleks

dengan 1,10-fenantrolin. Pada penelitian ini, ion yang dipilih adalah ion As(III) dan ion Mn(II). Ion As(III) dipilih karena pada umumnya ditemukan dalam bentuk trivalent dan heksavalent. Ion As^{3+} berasal dari As_2O_3 dapat berikatan dengan ligan 1,10-fenantrolin membentuk kompleks tidak berwarna. Ion Mn(II) dipilih karena memiliki bilangan oksidasi yang sama dengan Fe yang dianalisis, yaitu +2, sehingga kemungkinan akan terjadi kompetisi antara Mn(II) dan Fe(II) dalam membentuk senyawa kompleks dengan 1,10-fenantrolin. Analisa campuran ion As(III) dan Mn(II) secara spektrometer UV-Vis menyebabkan penurunan dan kenaikan absorbansi Fe(II)-Fenantrolin.

Nilai % *recovery*, RSD dan CV menunjukkan bahwa terdapat kenaikan absorbansi saat konsentrasi As(III) yang dibuat variasi dinaikkan konsentrasinya, nilai % *recovery* juga mengalami penurunan ketika absorbansinya turun sampai pada konsentrasi 1,3 ppm nilai % *recovery* kompleks Fe(II)-Fenantrolin yang diganggu

campuran ion As(III) dan Mn(II) sudah melewati batas yang diperbolehkan sehingga pada konsentrasi 1,3 ppm campuran ion As(III) dan Mn(II) mengganggu kompleks Fe(II)-Fenantrolin.

Pada Gambar 3.11 dapat dilihat bahwa terjadi peningkatan absorbansi pada pengukuran pengaruh ion pengganggu, absorbansi Fe(II)-Fenantrolin tanpa pengganggu adalah 0,659 kemudian absorbansinya naik setelah ditambahkan ion pengganggu, hal tersebut menunjukkan bahwa ada ligan fenantrolin yang berlebih dan berikatan dengan ion pengganggu sehingga terjadi kenaikan absorbansi. Pada hibridisasi ion Mn^{2+} orbital *d* belum terisi penuh sehingga ligan fenantrolin akan mengisi dan berikatan pada orbital *d*, dan ligan fenantrolin akan membentuk warna yang menyebabkan naiknya absorbansi pada pengukuran Fe(II).

Pada pengukuran pengaruh ion pengganggu dengan perlakuan As^{3+} dibuat tetap dan Mn^{2+} variasi, % *recovery* dari kompleks Fe(II)-

fenantrolin sebelum diganggu yaitu 103,56% , nilai tersebut masih dalam rentang yang diperbolehkan. Campuran ion As^{3+} dan Mn^{2+} mulai mengganggu pada konsentrasi 0,8 ppm dengan nilai % *recovery* sebesar 126,01% dimana nilai tersebut sudah melewati rentang yang diperbolehkan. Tingginya persen *recovery* ini disebabkan karena Mn^{2+} menaikkan absorbansi system[7]. Pada pengukuran pengaruh ion campuran As^{3+} dan Mn^{2+} , konsentrasi Mn^{2+} dibuat tetap dan konsentrasi As^{3+} dibuat variasi terjadi peningkatan absorbansi pada pengukuran pengaruh ion pengganggu, absorbansi Fe(II)-Fenantrolin tanpa pengganggu adalah 0,659 kemudian absorbansinya turun setelah ditambahkan ion pengganggu. Pada hibridisasi ion As^{3+} orbital *d* terisi penuh sehingga ligan fenantrolin akan mengisi dan berikatan pada orbital *p*, ion As^{3+} tidak membentuk warna dengan ligan fenantrolin sehingga pada pengukuran pengaruh campuran ion pengganggu As^{3+} dan Mn^{2+}

absorbansi Fe(II)-Fenantrolin mengalami penurunan.

Pada pengukuran pengaruh ion pengganggu dengan perlakuan Mn^{2+} dibuat tetap dan As^{3+} variasi, % *recovery* dari kompleks Fe(II)-fenantrolin sebelum diganggu yaitu 103,56% , nilai tersebut masih dalam rentang yang diperbolehkan. Campuran ion As^{3+} dan Mn^{2+} mulai mengganggu pada konsentrasi 1,3 ppm dengan nilai % *recovery* sebesar 79,19% dimana nilai tersebut sudah melewati rentang yang diperbolehkan.

IV. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa analisa besi dengan pereduksi natrium tiosulfat dan pengompleks 1,10-fenantrolin secara spektrofotometer UV-Vis dapat membentuk kompleks berwarna merah-jingga yang menyerap sinar pada panjang gelombang 510 nm. Pada analisa besi tersebut juga dapat diganggu oleh campuran ion As^{3+} dan ion Mn^{2+} . Campuran ion As^{3+} (variasi bebas) dan ion Mn^{2+} (variasi tetap) mengganggu pada konsentrasi 1,3 ppm dengan menurunkan intensitas warna

sehingga absorbansi juga ikut turun, prosentae *recovery* yang didapatkan sebesar 79,19% , sedangkan campuran ion As^{3+} (variasi tetap) dan ion Mn^{2+} (variasi bebas) mengganggu pada konsentrasi 0,8 ppm dengan menaikkan intensitas warna sehingga absorbansi juga ikut naik, prosentase *recovery* yang didapatkan sebesar 126,01%. Nilai konstanta kesetimbangan kompleks Fe(II)-Fenantrolin adalah $K_c=3,037.10^{-7}$, nilai konstanta kesetimbangan As(III)-Fenantrolin adalah $K_c=2,926.10^{-7}$ dan nilai konstanta kesetimbangan Mn(II)-Fenantrolin adalah $K_c=2,9109.10^{-7}$.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Ibu Dra. Ita Ulfin. M.Si selaku Kepala Laboratorium Instrumentasi dan Sains Analitik yang telah mengizinkan melakukan penelitian serta semua pihak yang terlibat dalam penlitian dan penyusunan naskah ini.

DAFTAR PUSTAKA

[1] Agustina, F. T. 2007. *Ekstraksi Fe (II)-1,10-Fenantrolin Menggunakan Metode Cloud Point Dengan Surfaktan Tween 80*. Surakarta: Fakultas

Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sebelas Maret.

[2] Agustina, N. A. 2016. *Pengaruh Ion As^{3+} pada Analisa Besi(III) dengan Ligan 1,10-Fenantrolin dan Tiosianat menggunakan Metode Spektrofotometri UV-Vis*. Skripsi. Jurusan Kimia FMIPA ITS. Surabaya.

[3] Eka, Desi Liyana. 2011. *Optimasi pH Buffer dan Konsentrasi Larutan Pereduksi Natrium Tiosulfat ($Na_2S_2O_3$) dan Timah (II) Klorida ($SnCl_2$) dalam Penentuan Kadar Besi Secara Spektrofotometri UV – Vis*. Skripsi. Jurusan Kimia FMIPA ITS. Surabaya.

[4] Fisiana A. 2012 *Perbandingan Kemampuan Pereduksi Natrium Tiosulfat ($Na_2S_2O_3$) dan Timah (II) Klorida ($SnCl_2$) Pada Analisa Kadar Total Besi Secara Spektrofotometri UV-Vis*. Thesis, Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

[5] Kanyarak Prasertboonyai, O.-A. A. 2015. *Miniaturization of spectrophotometry based on micro flow analysis using norfloxacin as less-toxic reagent for iron determination*. *Journal of Spectrochimica Acta Part*

- A: *Molecular and Biomolecular Spectroscopy*. Hal. 532-537.
- [6] McLeod, B. A., and Robinson, M. F., 1972. *Metabolic balance of manganese in young woman*. *Brit. J. Nutr.* 27, Hal. 221.
- [7] Pritasari, Ardyah Ayu. 2009. Studi Gangguan Mn pada Analisa Besi Menggunakan Pengompleks 1,10-Fenantrolin pada pH 4,5 dan pH 8,0 secara Spektrofotometri UV-Vis. Skripsi. Jurusan Kimia FMIPA ITS. Surabaya.
- [8] Puspaningtyas, A. 2004. *Optimasi pH Buffer Asetat dan Konsentrasi Larutan Pereduksi Natrium Tiosulfat dalam Penentuan Kadar Besi secara Spektrofotometri UV-Vis*. Skripsi. Jurusan Kimia FMIPA ITS. Surabaya
- [9] Schoolmeester WL, White DR.1980. Arsenic poisoning. *South Med* . Hal. 73:198–208.
- [10] Sisca Dianawati, D. S. (2013). Studi Gangguan Ag(I) dalam Analisa Besi dengan Pengompleks 1,10-Fenantrolin pada pH 4,5 secara Spektrofotometri UV-Vis. *Jurnal Sains dan Seni POMITS*, C 29- C 33.