

# Optimasi pH Larutan Penyangga dan Pereduksi $K_2C_2O_4$ untuk Penentuan Kadar Fe(II)-1,10-fenantrolin secara Spektrofotometri Sinar Tampak

Dhita Ariyanti<sup>1</sup>, Djarot Sugiarso<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Program Studi Teknokimia Nuklir, Jurusan Teknokimia Nuklir, Sekolah Tinggi Teknologi Nuklir (STTN), Badan Tenaga Nuklir Nasional (BATAN), Jalan Babarsari, PO BOX 6101 YKBB, Yogyakarta 55281, Indonesia

<sup>2</sup>Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS), Jalan Raya ITS Keputih Sukolilo, Surabaya, 60111, Indonesia

[dhita.ariyanti@batan.go.id](mailto:dhita.ariyanti@batan.go.id); [djarot@chem.its.ac.id](mailto:djarot@chem.its.ac.id)

## Abstrak

Besi merupakan unsur penting penyusun berbagai komponen yang ada di alam. Karena pentingnya kehadiran unsur besi tersebut, maka perhitungan kadar besi dalam suatu sampel harus dilakukan secara akurat. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan kondisi optimum perhitungan konsentrasi besi dalam suatu sampel. Kondisi optimum yang akan diteliti adalah pH larutan penyangga dalam suasana asam dan basa serta konsentrasi larutan pereduksi  $K_2C_2O_4$  untuk mereduksi 5 ppm  $Fe^{3+}$  menjadi  $Fe^{2+}$  secara spektrofotometri sinar tampak. Penelitian pendahuluan yang dilakukan adalah penentuan  $\lambda_{maks}$ , dengan  $\lambda_{maks}$  inilah penentuan kondisi optimum dapat dilakukan agar kepekaan analisa maksimum. Berdasarkan hasil penelitian, diketahui bahwa pada pH 4,5 dan 3 ppm  $K_2C_2O_4$  optimum untuk mereduksi 5 ppm  $Fe^{3+}$  menjadi  $Fe^{2+}$  dengan pembentukan kompleks  $[(Fe(C_{12}H_8N_2)_3)]^{2+}$ . Pada kondisi basa tidak terbentuk kompleks  $[(Fe(C_{12}H_8N_2)_3)]^{2+}$ , melainkan kompleks  $[(Fe(C_{12}H_8N_2)_2(OH)_2)]$  karena adanya persaingan dengan ligan  $OH^-$ . Tingkat presisi penelitian ini diindikasikan dengan nilai RSD dibawah 20 ppt dan CV dibawah 2%, sehingga metode ini memiliki tingkat presisi yang baik.

**Kata Kunci:** agen pengompleks, besi, pereduksi, spektrofotometri

## Abstract

Iron was needed in the world to all components, so it was important to determine iron's concentrate. This research determined buffer pH optimization and the concentration of  $K_2C_2O_4$  reductor. Reduction of 5 ppm  $Fe^{3+}$  to  $Fe^{2+}$  have been investigated. The first experiment was determination of  $\lambda_{maks}$  and than various pH and concentration of  $K_2C_2O_4$  as reductor in order that determination of optimum condition. The result showed that  $\lambda_{maks}$  was 520 nm and pH 4,5 with 3 ppm of  $K_2C_2O_4$  was effective to reduce 5 ppm of  $Fe^{3+}$  to  $Fe^{2+}$  in acid conditions forming  $[(Fe(C_{12}H_8N_2)_3)]^{2+}$  complex by spectrophotometric UV-Visible. But in base solution, this complex was not formed. Both acid and base conditions were effective and accurate, case of value of RSD under 20 ppt and CV under 2%. This indicator showed that this method was good.

**Keywords:** complexing agent, iron, reductor, spectrophotometry

## 1. PENDAHULUAN

Besi merupakan salah satu logam dengan kelimpahan terbesar kedua setelah aluminium di kulit bumi [1]. Jumlah besi di dalam tubuh memang sangat sedikit, yaitu sekitar 0,006% dari berat tubuh makhluk hidup [2]. Meskipun dengan jumlah yang sangat rendah, unsur besi memiliki fungsi yang vital bagi keberlangsungan hidup suatu organisme. Di tubuh manusia, besi terdapat dalam darah yang berperan penting untuk sintesis DNA [3]. Besi memegang peran utama dalam kinerja enzim seperti enzim oksidase, sitokrom, reduktase, asonitase dan nitrit oksida dalam tubuh organisme. Selain itu, besi berperan dalam kesetimbangan hemoglobin [4]. Kesetimbangan hemoglobin melibatkan kesetimbangan redoks antara  $Fe^{3+}$  dan  $Fe^{2+}$  merupakan hal yang sangat vital bagi pengikatan oksigen di paru-paru dan pelepasan oksigen di sel-sel [5]. Di bidang teknologi, besi oksida digunakan sebagai tinta kering (magnetit), pita kaset (maghemit), pewarna cat, pembuatan fotoelektrokimia sel surya dan katalis produksi minyak [6]. Oleh karena luasnya penggunaan besi dalam berbagai aspek, maka diperlukan metode pengukuran kadar besi dengan tepat.

Unsur besi merupakan logam transisi yang memiliki dua bilangan oksidasi, yaitu  $Fe^{3+}$  dan  $Fe^{2+}$ . Dalam kurun waktu tertentu, ion besi dengan bilangan oksidasi +3 merupakan besi yang stabil, sedangkan ion besi dengan bilangan oksidasi +2 merupakan besi yang sangat reaktif dan tidak stabil [7].  $Fe^{3+}$  hanya stabil dalam kurun waktu kurang dari 20 menit. Karena ketidakstabilannya, maka analisis besi dengan bilangan oksidasi +2 memerlukan agen pengompleks. Keberadaan pasangan elektron bebas pada agen pengompleks akan mengisi orbital kosong pada subkulit atom  $Fe^{2+}$  sehingga membentuk senyawa yang stabil [8]. Pengukuran kadar  $Fe^{2+}$  dapat digunakan di berbagai sektor. Di sektor farmasi, pengukuran kadar  $Fe^{2+}$  dilakukan untuk membandingkan kandungan  $Fe^{2+}$  antarmultivitamin yang beredar di pasaran [9]. Di sektor pertanian, pengukuran kadar  $Fe^{2+}$  bertujuan untuk mengetahui fase pematangan padi [10].

Berdasarkan studi literatur beberapa penelitian sebelumnya, banyak agen pengompleks yang digunakan untuk menentukan kadar  $Fe^{2+}$  dalam suatu sampel. Agen pengompleks tersebut diantaranya o-fenantrolin [11]; 2,3-Dichloro-6-(3-carboxy-2-hydroxy-1-naphthylazo)quinoxaline (DCHNAQ) [12]; dan 1,10 fenantrolin [13]. Sejauh ini

penggunaan agen pengompleks 1,10 fenantrolin masih sering dilakukan. Hal ini disebabkan oleh kestabilan warna senyawa kompleks yang terbentuk dapat bertahan dalam kurun waktu yang lama. Selain itu, 1,10 fenantrolin membentuk kompleks stabil dengan  $\text{Fe}^{2+}$  tanpa menggunakan zat adsorpsi [10]. Penelitian membuktikan bahwa 1,10 fenantrolin membentuk kompleks yang stabil dengan  $\text{Fe}^{2+}$ . Karena kestabilannya membentuk senyawa kompleks dengan  $\text{Fe}^{2+}$ , maka dalam penelitian ini agen pengompleks yang digunakan adalah 1,10 fenantrolin [14].

Besi dengan bilangan oksidasi +2 merupakan unsur yang tidak stabil dan sangat reaktif. Oleh karena itu, pengukuran kadar atau Fe dalam suatu sampel harus dilakukan reduksi  $\text{Fe}^{3+}$  menjadi  $\text{Fe}^{2+}$  terlebih dahulu. Pereduksi yang sering digunakan adalah  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  [15] dan hidrosilamin hidroklorid [16]. Penelitian tersebut juga membandingkan kondisi optimum kedua pereduksi tersebut meliputi pH, waktu optimum mereduksi, dan konsentrasi yang dibutuhkan untuk mereduksi 5 ppm  $\text{Fe}^{3+}$  menjadi  $\text{Fe}^{2+}$ . Hasil penelitian menunjukkan bahwa pereduksi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  memiliki pH optimum 4,5 dengan waktu reduksi selama 15 menit dan kadar 10 ppm untuk mereduksi 5 ppm  $\text{Fe}^{3+}$ . Sedangkan hidrosilamin

hidroklorida bekerja secara optimum pada pH 5,5 dengan waktu mereduksi kurang dari 15 menit (lebih dari 15 menit pereduksi hidrosilamin hidroklorida mengalami kerusakan) dan kadar 11 ppm untuk mereduksi 5 ppm  $\text{Fe}^{3+}$  [17]. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan sebelumnya, maka keterbaruan dari penelitian ini adalah meneliti sumber pereduksi lain yang memiliki kestabilan lebih baik dan mampu mereduksi  $\text{Fe}^{3+}$  dengan kadar pereduksi yang rendah. Pereduksi yang akan digunakan adalah  $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$ .  $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$  merupakan pereduksi kuat dan lebih mudah diperoleh daripada pereduksi lain. Selain itu,  $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$  merupakan senyawa yang stabil pada temperatur dan tekanan normal. Penelitian ini akan menguji kemampuan pereduksi  $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$  dalam mereduksi  $\text{Fe}^{3+}$  menjadi  $\text{Fe}^{2+}$  dengan melakukan variasi kondisi pH dan konsentrasi optimumnya.

Metode pengukuran kadar besi dalam suatu sampel cukup beragam. Pengukuran Fe dalam sampel tepung dilakukan menggunakan instrumentasi FAAS (*flame atomic absorption spectrometer*) [18]. Pengukuran kadar Fe dalam sampel bahan bakar etanol menggunakan instrumen *a high-resolution continuum source atomic absorption spectrometer* (HR-CS AAS) [19]. Selain instrumen AAS, beberapa pengukuran

kadar Fe juga dilakukan menggunakan instrumen kromatografi. Pengukuran Fe dalam sampel perairan menggunakan IC (*ion chromatography*) [20]. Selain AAS dan kromatografi, pengukuran kadar Fe dapat pula dilakukan menggunakan spektrofotometer sinar tampak. Metode spektrofotometer sinar tampak merupakan teknik pengukuran berbagai logam analit, komponen senyawa organik dengan ikatan konjugasi, dan makromolekul yang simpel, cepat, akurat, presisi, murah, efektif, dan efisien [21]. Selain itu, metode spektrofotometer sinar tampak sensitif, mudah dalam preparasi sampel dan interpretasi hasil, serta sederhana dalam penggunaannya [22]. Oleh karena itu, dalam penelitian ini digunakan spektrofotometri sinar tampak.

## 2. METODE PENELITIAN

### Alat dan Bahan

Alat yang digunakan adalah pH meter digital Bench AMT20 Benchtop, neraca analitik Mettler Toledo AL-204 Analytical Balance, spektrofotometer UV-Vis Shimadzu spectrophotometer UV-1770 specular reflectance dengan Diffuse Reflectance UV ISR-240A dan peralatan gelas yang mendukung merk Pyrex. Bahan yang dibutuhkan adalah  $\text{FeCl}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$  (Merck), asam asetat glasial (Merck), aseton (Merck),  $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

(Merck),  $\text{NH}_4\text{OH}$  (Merck),  $\text{NH}_4\text{Cl}$  (Merck), aquades,  $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$  (Merck) dan 1,10-fenantrolin (Merck).

### Penentuan $\lambda_{\text{maks}}$

Larutan standar Fe(III) 100 ppm sebanyak 0,5 ml; 1 mL larutan kalium oksalat 10 ppm; 1,5 ml larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm; 1,5 ml larutan penyangga asetat pH 4,5; 5 ml aseton dan aquades hingga volume mencapai 10 ml. Campuran tersebut dikocok dan didiamkan selama 5 menit dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang 500-550 nm.

### Penentuan pH optimum

Larutan kerja Fe(III) 100 ppm sebanyak 0,5 ml; 1 ml larutan kalium oksalat 100 ppm; 1,5 ml larutan penyangga asetat (untuk pH asam) dengan variasi pH 3; 3,5; 4; 4,5 dan 5,0; 1,5 ml larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm; 5 ml aseton dan aquades hingga volume mencapai 10 ml. Sedangkan untuk pH basa, menggunakan larutan penyangga amonium dengan variasi pH 7; 7,5; 8; 8,5 dan 9. Campuran tersebut dikocok dan didiamkan selama lima menit, kemudian diukur absorbansinya pada  $\lambda_{\text{maks}}$ .

### Penentuan konsentrasi $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$ optimum

Larutan standar Fe(III) 100 ppm sebanyak 0,5 ml; K<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 100 ppm dengan variasi volume 0,2; 0,25; 0,3; 0,35 dan 0,4 ml; 1,5 ml larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm; 1,5 ml larutan penyangga asetat pada pH optimum (untuk kondisi asam); 5 ml aseton, dan aquades hingga volume mencapai 10 ml. Campuran tersebut dikocok dan didiamkan selama 5 menit, kemudian diukur absorbansinya pada  $\lambda_{maks}$ . Untuk kondisi basa ditambahkan larutan penyangga ammonium pada pH optimum.

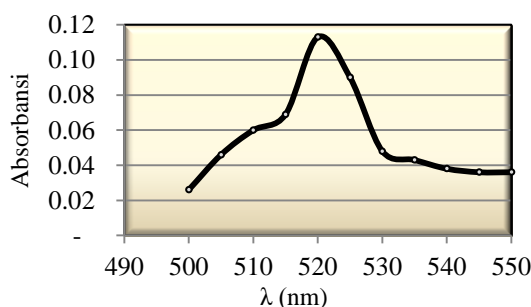
Penentuan panjang gelombang maksimum ( $\lambda_{maks}$ ) dengan spektrofotometri sinar tampak dilakukan pada rentang panjang gelombang 500-550 nm. Hal ini dikarenakan pada panjang gelombang ini larutan tersebut bereaksi yang secara fisik larutan Fe(II)-1,10-fenantrolin ini berwarna merah jingga. Sehingga pada panjang gelombang inilah akan diperoleh kepekaan analisis yang maksimum. Tabel 1 menunjukkan absorbansi senyawa kompleks pada rentang  $\lambda$  500-550 nm. Pengeplotan Tabel 1 dapat dilihat pada Gambar 1.

### 3. HASIL DAN PEMBAHASAN

#### Penentuan $\lambda_{maks}$

**Tabel 1.** Absorbansi senyawa kompleks Fe(II)-1,10-fenantrolin pada  $\lambda$  500-550 nm dengan rentang 5 nm

$\lambda$	Absorbansi (A)
500	0,026
505	0,046
510	0,060
515	0,069
520	0,113
525	0,090
530	0,048
535	0,043
540	0,038
545	0,036
550	0,036



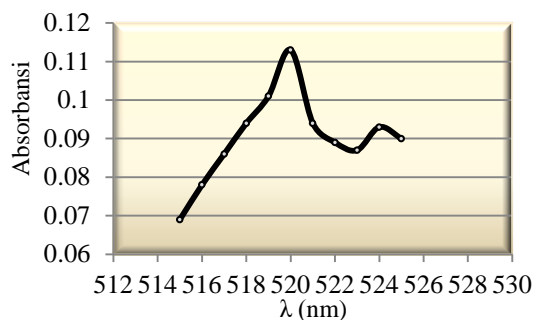
**Gambar 1.** Plotting antara  $\lambda$  rentang 500-550nm dengan absorbansi senyawa kompleks Fe(II)-1,10-fenantrolin

Gambar 1 diatas menunjukkan bahwa absorbansi maksimum terjadi pada  $\lambda$  520 nm. Hal ini mengindikasikan bahwa kepekaan senyawa kompleks tertinggi terjadi pada daerah sekitar  $\lambda$  520 nm.  $\text{Fe}^{2+}$  merupakan logam transisi yang memiliki konfigurasi elektron di orbital d yang belum terisi penuh. Keadaan elektron dalam kulit-kulit tersebut memungkinkan timbulnya perbedaan sifat kimia dan fisika antara senyawa kompleks dengan atom pusat yang sama, seperti fenomena transisi spin. Transisi spin logam  $\text{Fe}^{2+}$  dengan ligan 1,10-fenantrolin menyebabkan pembelahan tingkat energi orbital d dalam medan oktahedral. Pembelahan tersebut

menghasilkan dua kelompok tingkat energi yang disebut kelompok  $e_g$  dan  $t_{2g}$  [23]. 1,10-fenantrolin merupakan medan ligan bidentat yang kuat, sehingga mampu mendorong elektron-elektron yang tidak berpasangan di subkulit d pada  $\text{Fe}^{2+}$  menjadi berpasangan dan menempati orbital  $t_{2g}$ . Transisi elektron dari ligan 1,10-fenantrolin ke atom pusat  $\text{Fe}^{2+}$  terjadi di orbital kelompok  $e_g$ . Untuk mencari  $\lambda$  yang tepat, penelitian dilakukan dengan cara menurunkan rentang  $\lambda$  menjadi 1 nm seperti tertera pada Tabel 2.

**Tabel 2.** Absorbansi senyawa kompleks Fe(II)-1,10-fenantrolin pada  $\lambda$  515-525 nm dengan rentang 1 nm

$\lambda$	Absorbansi (A)
515	0,069
516	0,078
517	0,086
518	0,094
519	0,101
520	0,113
521	0,094
522	0,089
523	0,087
524	0,093
525	0,090



**Gambar 2.** Plotting antara  $\lambda$  rentang 515-525 nm dengan absorbansi senyawa kompleks Fe(II)-1,10-fenantrolin

Gambar 2 diatas menunjukkan bahwa absorbansi maksimum terjadi pada  $\lambda$  520 nm. Hal ini mengindikasikan pada panjang gelombang tersebut senyawa kompleks memiliki sensitivitas yang tinggi. Sehingga, penentuan kondisi optimum kadar pereduksi  $K_2C_2O_4$  selanjutnya dilakukan pada  $\lambda_{maks}$ . Panjang gelombang maksimum merupakan panjang gelombang dimana terjadinya eksitasi elektronik yang memberikan absorbansi maksimum [24].

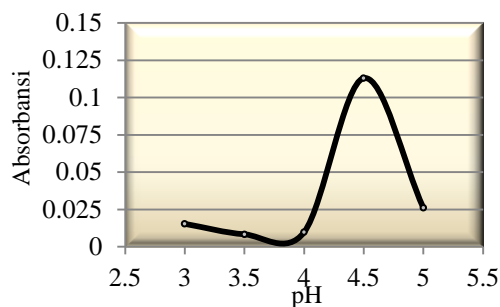
### Kondisi pH Larutan Penyangga Optimum

#### Kondisi pH optimum pada suasana asam

Asetat digunakan dalam penentuan kondisi optimum pH larutan penyangga pada suasana asam. Adanya beberapa variasi pH yang digunakan dalam penelitian ini bertujuan untuk menentukan titik optimum senyawa kompleks bereaksi. Tabel 3 menunjukkan absorbansi senyawa kompleks Fe(II)-1,10-fenantrolin pada variasi pH yang berbeda-beda dalam suasana asam.

**Tabel 3.** Absorbansi senyawa kompleks Fe(II)-1,10-fenantrolin pada variasi pH asam

pH	Absorbansi (A)
3	0,0153
3,5	0,0083
4	0,0097
4,5	0,113
5	0,026



**Gambar 3.** Plotting antara pH suasana asam dan absorbansi senyawa kompleks Fe(II)-1,10-fenantrolin pada  $\lambda_{\text{maks}}$  520 nm

$\text{Fe}^{2+}$  bereaksi dengan pengompleks 1,10 fenantrolin membentuk senyawa kompleks  $[(\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3)^{2+}]^{2+}$  yang berwarna merah jingga [25]. Berdasarkan gambar 3, tampak bahwa absorbansi tertinggi terjadi pada pH 4,5. Hal ini menunjukkan bahwa pada pH ini agen pengompleks 1,10-fenantrolin dan  $\text{Fe}^{2+}$  bereaksi secara optimum membentuk senyawa kompleks Fe(II)-1,10-fenantrolin. Reaksi ini melibatkan pembentukan ikatan koordinasi antara pasangan elektron bebas di agen pengompleks dan suborbital kosong di atom pusat  $\text{Fe}^{2+}$ .

Nilai RSD dan CV dari optimasi pH pada suasana asam yaitu 12,536 ppt dan 1,125%. Berdasarkan perhitungan ini, maka data ini dikatakan presisi dan valid karena  $\text{CV} < 2\%$  dan  $\text{RSD} < 20$  ppt.

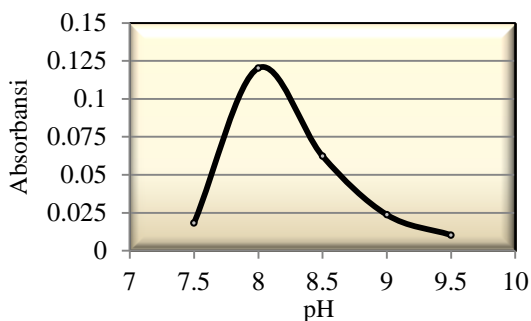
#### Kondisi pH optimum pada suasana basa

Penentuan pH optimum pada suasana basa dilakukan menggunakan larutan penyangga amonium. Tabel 4 menunjukkan nilai absorbansi larutan kompleks Fe(II)-1,10-fenantrolin yang diukur pada  $\lambda_{\text{maks}}$  520 nm dengan variasi pH basa yang berbeda.

**Tabel 4.** Absorbansi senyawa kompleks Fe(II)-1,10-fenantrolin pada variasi pH basa

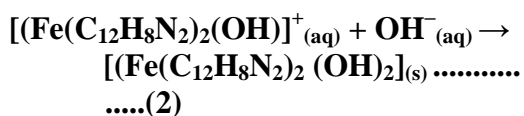
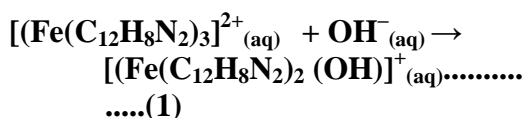
pH	Absorbansi (A)
7,5	0,0183
8	0,1203
8,5	0,0623
9	0,0237
9,5	0,0103



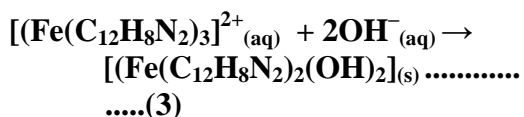


**Gambar 4.** Plotting antara pH suasana basa dan absorbansi senyawa kompleks Fe(II)-1,10-fenantrolin pada  $\lambda_{maks}$  520nm

Gambar 4 diatas menunjukkan bahwa pH 8 merupakan pH optimum agar  $Fe^{2+}$  dan 1,10-fenantrolin bereaksi secara maksimal membentuk senyawa kompleks berwarna jingga kecoklatan. Reaksi kimia yang terjadi pada pembentukan agen pengompleks 1,10-fenantrolin dan atom pusat  $Fe^{2+}$  pada suasana basa, yaitu [26]:



Sehingga reaksi totalnya adalah:



Pada suasana basa, ion  $OH^-$  memiliki pengaruh terhadap pembentukan senyawa kompleks  $[(Fe(C_{12}H_8N_2)_3]^{2+}_{(aq)}$ . Ion hidroksida merupakan ligan yang kuat, hal ini menyebabkan ion hidroksida mengganggu agen pengompleks 1,10-

fenantrolin untuk membentuk senyawa kompleks dengan  $Fe^{2+}$ . Berdasarkan hasil tersebut, maka suasana basa bukanlah kondisi optimum untuk agen pengompleks 1,10-fenantrolin membentuk senyawa kompleks dengan atom  $Fe^{2+}$ .

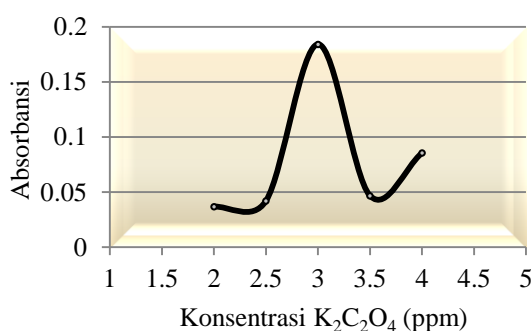
Tingkat kepresisian metode optimasi pH basa ini telah dihitung RSD dan CV, yaitu 8,33 ppt dan 0,833%. Berdasarkan perhitungan ini, maka data ini dikatakan presisi dan akurat karena  $RSD < 20$  ppt dan  $CV < 2\%$ .

### Konsentrasi Optimum Pereduksi $K_2C_2O_4$

Penentuan kondisi optimum pereduksi  $K_2C_2O_4$  hanya dilakukan pada kondisi asam karena tidak adanya gangguan dari ion hidroksida sebagai agen pengompleks kuat. Tabel 5 menunjukkan nilai absorbansi senyawa kompleks yang terbentuk pada pH optimum 4,5 dan diukur dengan  $\lambda_{maks}$  520 nm.

**Tabel 5.** Absorbansi senyawa kompleks Fe(II)-1,10-fenantrolin pada variasi konsentrasi pereduksi K<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> pada pH optimum

pH	Absorbansi (A)
2	0,0367
2,5	0,042
3	0,1843
3,5	0,0467
4	0,0856

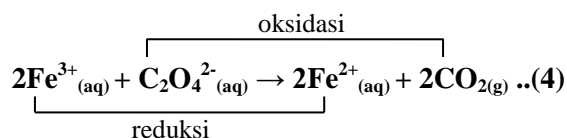


**Gambar 5.** Plotting antara konsentrasi K<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> dan absorbansi senyawa kompleks Fe(II)-1,10-fenantrolin pada pH optimum dan λ<sub>maks</sub> 520 nm

Konsentrasi pereduksi K<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> optimum terjadi saat nilai absorbansi mencapai titik maksimum. Hal ini menunjukkan bahwa konsentrasi larutan pereduksi K<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> mampu mereduksi seluruh larutan Fe<sup>3+</sup> menjadi Fe<sup>2+</sup>. Jika absorbansi menunjukkan angka yang rendah, hal ini mengindikasikan bahwa konsentrasi pereduksi K<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> tidak mampu mereduksi keseluruhan Fe<sup>3+</sup> dalam sampel, sehingga pembentukan senyawa kompleks Fe(II)-1,10-fenantrolinpun rendah. Pada penelitian ini diperoleh hasil bahwa konsentrasi optimum larutan pereduksi K<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> untuk mereduksi 5 ppm

Fe<sup>3+</sup> adalah 3 ppm, seperti terlihat pada gambar 5.

Reaksi reduksi oksidasi yang terjadi antara Fe<sup>3+</sup> dengan larutan pereduksi K<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> adalah:



Berdasarkan perhitungan secara teoritis, absorbansi maksimum seharusnya terdapat pada konsentrasi K<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 2,5 ppm. Tetapi secara eksperimen di laboratorium, absorbansi senyawa kompleks tertinggi terdapat pada konsentrasi pereduksi K<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 3 ppm. Hal ini dipengaruhi oleh

beberapa faktor, yaitu adanya pembentukan reaksi samping yang terjadi antara ion hidrogen dengan agen pengompleks 1,10-fenantrolin, berupa  $[\text{phen}]\text{H}^+$ . Reaksi samping inilah yang menyebabkan pembentukan kompleks tidak stabil, sehingga diperlukan konsentrasi pereduksi yang lebih besar untuk mereduksi  $\text{Fe}^{3+}$  menjadi  $\text{Fe}^{2+}$  secara keseluruhan. Jika  $\text{Fe}^{2+}$  telah terbentuk maka agen pengompleks fenantrolin akan membentuk senyawa kompleks  $[(\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3)]^{2+}$ . Ketidakstabilan pembentukan kompleks ini dapat terjadi karena adanya pengaruh *steric effect* (halangan sterik) [27]. Ligan 1,10-fenantrolin merupakan ligan yang memiliki tiga cincin enam dan bentuk molekul yang meruah, sehingga memiliki halangan yang besar bagi  $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$  dalam suasana asam untuk membentuk senyawa kompleks  $[(\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3)]^{2+}$ .

Tingkat kepresisian metode optimasi konsentrasi pereduksi dihitung dengan RSD 6,267 ppt dan CV 0,6267%. Berdasarkan perhitungan, maka data ini valid karena  $\text{RSD} < 20$  ppt dan  $\text{CV} < 2\%$ .

#### 4. SIMPULAN

Panjang gelombang maksimum senyawa kompleks  $[(\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3)]^{2+}$  adalah 520 nm. pH optimum buffer asetat senyawa kompleks  $[(\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3)]^{2+}$

adalah 4,5. 5 ppm  $\text{Fe}^{3+}$  dapat direduksi dengan konsentrasi 3 ppm larutan pereduksi  $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$ . Ketiga metode ini memiliki kepresisian baik karena memiliki RSD dibawah 20 ppt dan CV dibawah 2%.

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1] Cox, P. (2005). *Inorganic Chemistry*. France: Taylor & Francis e-Library.
- [2] Lide, D. (2007). *CRC Handbook Chemistry and Physics*. France: Taylor & Francis Group.
- [3] Sahin, C. A., Tokgoz, I., & Bektas, S. (2010). Preconcentration and determination of iron and copper in spice samples by cloud point extraction and flow injection flame atomic absorption spectrometry. *Journal of Hazardous Materials* 181, 359–365.
- [4] Lieu, P. T., Marja Heiskala, P. A., & Yan, Y. (2001). The roles of iron in health and disease. *Molecular Aspects of Medicine* 22, 1-87.
- [5] Crichton, R. (2016). *Inorganic Biochemistry of Iron Metabolism from Molecular Mechanisms to Clinical Consequence*. England: John Wiley & Sons, Ltd.
- [6] Shinde. (2011). Physical properties of hematite  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  thin films: application to photoelectrochemical solar cells. *Journal of Semiconductors*, 1-8.

- [7] Othmer, K. (2007). *Encyclopedia of Chemical Technology* (3rd ed., Vol. 13). New York: John Willey and Sons, Inc.
- [8] Rachmasari, N. A., & Sugiarto, D. (2017). Analisis Pengaruh Ion Cd(II) Pada Penentuan Ion Fe(II) dengan Pengompleks 1,10-Fenantrolin Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis. *Jurnal Sains dan Seni ITS Volume 6*, 2337-3520.
- [9] Kurniawati, S., & Sugiarto, D. (2016). Perbandingan Kadar Fe(II) dalam Tablet Penambah Darah secara Spektrofotometri UV-Vis yang dipreparasi menggunakan Metode Destruksi Basah dan Destruksi Kering. *JURNAL SAINS DAN SENI ITS Vol. 5, No.1*, 2337-3520.
- [10] Dianawati, S., & Sugiarto, D. (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 Volume 2*, 2337-3520.
- [11] Sari, N., & Sugiarto, D. (2015). Studi Gangguan Mg(II) dalam Analisa Besi (II) dengan Pengompleks o-fenantrolin Menggunakan Spektrofotometri UV-Vis. *Jurnal Sains dan Seni ITS*, 4, 2337-3520.
- [12] Amin, A., & Gouda, A. A. (2008). Utility of solid-phase spectrophotometry for determination of dissolved iron(II) and iron(III) using 2,3-dichloro-6-(3-carboxy-2-hydroxy-1-naphthylazo)quinoxaline. *Talanta* 76, 1241-1245.
- [13] Xing, X., Zhao, Y., & Li, Y. (2015). A non-aqueous redox flow battery based on tris(1,10-phenanthroline) complexes of iron(II) and cobalt(II). *Journal of Power Sources Volume 293*, 778-783.
- [14] Budianti, T., Sugiarto, D., & Suprpto. (2017). Analisis Perbandingan Pengaruh Campuran Ion  $Cu^{2+}$  dan  $Ni^{2+}$  pada Penentuan Kadar Fe sebagai Fe(II)-Fenantrolin. *Jurnal Sains dan Seni ITS Volume 6*, 2337-3520.
- [15] Rifki, A., & Sugiarto, D. (2013). Pengaruh Penambahan  $Al^{3+}$  dalam Penentuan Analisa  $Fe^{2+}$  pada pH 4,5 dengan Pengompleks 1,10-Fenantrolin secara Spektrofotometri Sinar Tampak. *Jurnal Sains dan Seni POMITS Volume 2*, 1337-3520.
- [16] Kesawa, A. N., & Sugiarto, D. (2016). Pengaruh Penambahan Ion  $Sb^{3+}$  dalam Analisis Besi dengan Agen Pengompleks 1,10-fenantrolin pada pH 4,5 Menggunakan Metode Spektrofotometri UV-Vis. *Jurnal Sains dan Seni Volume 5*, 2337-3520.
- [17] Pangastuti, D. D., Sugiarto, D., & Kurniawan, F. (2017). Perbandingan Kondisi Optimum Pereduksi Natrium Tiosulfat ( $Na_2S_2O_3$ ) dan Hidroksilamin Hidroklorida ( $NH_2OH.HCl$ ) Pada Analisis Kadar Total Besi Secara

- Spektrofotometri UV-Vis. *Jurnal Sains dan Seni Volume 6*, 2337-3520.
- [18] Amorim, F. A., Costa, V. C., & Silva, E. G. (2017). Multivariate optimization of simple procedure for determination of Fe and Mg in cassava starch employing slurry sampling and FAAS. *Food Chemistry* 227, 41-47.
- [19] S.Almeida, J., & Teixeira, L. S. (2018). Determination of Pb, Cu and Fe in ethanol fuel samples by high-resolution continuum source electrothermal atomic absorption spectrometry by exploring a combination of sequential and simultaneous strategies. *Microchemical Journal Volume 137*, 22-26.
- [20] Kaasalainen, H., & Druschel, G. K. (2017). Geochemistry and speciation of Fe(II) and Fe(III) in natural geothermal water, Iceland. *Applied Geochemistry Volume 87*, 146-157.
- [21] Kakhki, R. M., & Kakeh, F. (2017). Extraction and determination of Rose Bengal in water samples by dispersive liquid-liquid microextraction coupled to UV-Vis spectrophotometry. *Arabian Journal of Chemistry Volume 10 Supplement 2*, S2518-S2522.
- [22] E.S., D. A., & Sugiarto, D. (2016). Perbandingan Metode Analisa Kadar Besi antara Serimetri dan Spektrofotometer UV-Vis dengan Pengompleks 1,10 Fenantrolin. *Akta Kimia Indonesia Volume 1*, 8-13.
- [23] Male, Y., Tehubijuluw, H., & Pelata, P. (2013). Sintesis Senyawa Kompleks Berinti Ganda {[Fe(L)(NCS)<sub>2</sub>]<sub>2</sub>oks} (L=1,10-fenantrolin dan 2,2'-bipiridin). *Ind. J. Chem. Res.*, 15-22.
- [24] Dinararum, R. R., & Sugiarto, D. (2013). Studi Gangguan Krom (III) pada Analisa Besi dengan Pengompleks 1,10-fenantrolin pada pH 4,5 secara Spektrofotometri UV-Tampak. *Jurnal Sains dan Seni POMITS Volume 2*, 2337-3520.
- [25] Rivai, H. (1995). *Azas Pemeriksaan Kimia*. Jakarta: Universitas Indonesia Press.
- [26] Harris D. C., & Lucy, C. (2015). *Quantitative Chemical Analysis 9th edition*. New York: W.H. Freeman.
- [27] Rodriguez, R. G., & Wright, D. (2015). Steric Effects on the Structures, Reactivity, and Coordination Chemistry of Tris(2-pyridyl)aluminates. *Chemistry – A European Journal*.