



Metode Analisis Besi Melalui Optimasi Kemampuan Agen Pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ dan $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$

Praditiya Bagaskara¹, R. Djarot Sugiarto^{1*}, Fredy Kurniawan¹

¹ Departemen Kimia, Fakultas Sains dan Analitika Data, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Sukolilo, Surabaya 60111

E-mail: djarot@chem.its.ac.id

Abstrak

Pada penelitian ini dibandingkan aktivitas pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ dan $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ dalam mereduksi Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} . Variasi yang dilakukan adalah pH bufer asetat optimum, waktu pembentukan kompleks optimum, dan konsentrasi pereduksi optimum dalam penentuan kadar besi (Fe) dengan menggunakan spektrofotometer UV-VIS. λ_{maks} kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan menggunakan pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ dan $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ sebesar 510 nm. Penentuan pH bufer asetat optimum dengan pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ diperoleh pH 4,5 dan pereduksi $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ diperoleh pH 3. Penentuan waktu pembentukan kompleks optimum dengan pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ diperoleh pada waktu 15 menit dan pereduksi $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ diperoleh pada waktu 30 menit. Selanjutnya, dilakukan penentuan konsentrasi optimum dengan pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ didapatkan pada 8 ppm dan pereduksi $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ didapatkan pada 80 ppm untuk mereduksi 5 ppm larutan Fe^{3+} . Hasil %recovery yang diperoleh dari pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ dan $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ secara berturut-turut sebesar 95,126% dan 153,090%.

Kata kunci: Fenantroline, Spektrofotometer UV-VIS, $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$, $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$, Besi

1 PENDAHULUAN

Besi merupakan logam transisi yang mempunyai nomor atom 26 dan berwujud padat. Besi memiliki dua bilangan oksida yaitu +2 dan +3 [1]. Kelimpahan besi di alam sangat banyak sehingga besi banyak digunakan dalam kehidupan sehari-hari. Penggunaan besi secara luas menyebabkan peningkatan pencemaran di lingkungan yaitu

pada air tanah. Dua sumber utama kontaminasi air tanah adalah kebocoran bahan kimia organik dari penyimpanan bahan kimia dalam bunker yang disimpan dalam tanah dan penampungan limbah industri yang ditampung dalam kolam besar atau di dekat sumber air. Sehingga dibutuhkan metode analisis besi yang tepat untuk pemantauan lingkungan [2].

Salah satu metode yang dapat digunakan untuk menentukan kadar Fe^{2+} adalah metode spektrofotometri UV-Vis. Metode spektrofotometri UV-Vis memiliki keuntungan yaitu pengerjaannya cepat, sederhana, murah, sensitif, serta mudah dalam menjelaskan hasil yang diperoleh [3]. Salah satu syarat menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis adalah larutan uji harus berwarna. Sehingga besi harus dikomplekskan terlebih dahulu dengan menggunakan pengompleks besi untuk membentuk suatu warna spesifik. Pada penelitian ini pengompleks yang akan digunakan yaitu 1,10-fenantrolin karena secara umum fenantrolin dapat digunakan untuk pengompleks besi tanpa menggunakan zat pengadsorpsi dan tidak memerlukan waktu yang lama [4]. Penggunaan pengompleks 1,10-fenantrolin dikarenakan kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dapat membentuk warna merah jingga yang stabil dan tidak merubah nilai absorbansi dalam waktu tertentu. Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ terbentuk dalam kisaran pH 2-9 dengan konsentrasi reagen yang sesuai [5].

Sebelum dilakukan pengomplekan, Fe^{3+} direduksi terlebih dahulu menjadi Fe^{2+} karena menurut Wang (2015), kompleks Fe^{2+} dengan menggunakan 1,10-Fenantrolin lebih stabil dibandingkan kompleks Fe^{3+} dengan nilai konstanta kestabilannya yaitu 21,0. Berdasarkan ASTM, pereduksi besi yang DOI: <http://dx.doi.org/10.12962/j25493736.v5i1.5841>

digunakan adalah hidroksilamin hidroklorida ($\text{NH}_2\text{OH.HCl}$). Pemilihan hidroksilamin hidroklorida ini karena merupakan pereduksi yang kuat dan keberadaannya mudah didapat. Namun menurut Rahayu (2007), pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ memerlukan perlakuan khusus yaitu setelah dibuat harus langsung digunakan saat itu juga. Pada penelitian Putri (2018) absorbansi maksimum terdapat pada Panjang gelombang 510 nm dengan absorbansi 0,746. Pada penentuan optimum dengan menggunakan kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ untuk pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ optimum pada pH 4,5 dengan absorbansi 0,632 dan nilai SD = 0. Dibawah pH tersebut, absorbansi kurang optimum dikarenakan adanya pengaruh H^+ dalam larutan bufer sehingga kompleks yang terbentuk tidak stabil. Penentuan waktu optimum pembentukan kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan pereduksi NH_2OH dilakukan dengan keadaan pH Optimum 4,5. Pengukuran dilakukan dengan λ_{maks} 510 nm. Pendiaman larutan selama 15 menit merupakan keadaan yang optimum ditandai dengan menghasilkan puncak tertinggi pada kurva untuk $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ dengan absorbansi 0,799 dan nilai SD = $7,07 \times 10^{-4}$. Pendiaman larutan dengan waktu diatas 15 menit untuk pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ akan menurunkan absorbansi yang cukup signifikan dikarenakan kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ telah rusak dan tidak stabil. Penentuan konsentrasi

optimum untuk pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ didapatkan 7 ppm dengan absorbansi 0,600 untuk mereduksi 5 ppm Fe(III). Pemilihan $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ karena fenilhidrazin sangat sensitif untuk teroksidasi dan fenilhidrazin dapat mereduksi Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} [6]. Oleh karena itu, pada penelitian ini dipilih pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ dan $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$. Optimasi pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ dan $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ yang dilakukan dalam penelitian ini merupakan studi yang baru dilakukan.

2 METODOLOGI PENELITIAN

2.1 Pembuatan Larutan Stok Besi (III) 100 ppm

Senyawa besi (III) klorida ($\text{FeCl}_3\cdot 6\text{H}_2\text{O}$) ditimbang sebanyak 0,0484 gram. Senyawa tersebut dilarutkan dengan aqua DM. Lalu, dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan hingga tanda batas.

2.2 Pembuatan Larutan $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ 100 ppm

Senyawa hidroksilamin hidroklorida ($\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$) ditimbang sebanyak 0,0100 gram. Senyawa tersebut dilarutkan dengan aqua DM. Lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan hingga tanda batas.

2.3 Pembuatan Larutan $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ 1000 ppm

Senyawa fenilhidrazin ($\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$) ditimbang sebanyak 101 μl . Senyawa

tersebut dilarutkan dengan aqua DM. Lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. diencerkan hingga tanda batas.

2.4 Pembuatan Larutan Standart 1,10-Fenantrolin 1000 ppm

Padatan 1,10-fenantrolin ($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2$) ditimbang sebanyak 0,1000 gram. Lalu dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 mL dan ditambahkan 50 mL aqua DM. Campuran tersebut dipanaskan diatas *hotplate* pada suhu 60°C sambil diaduk hingga padatan tersebut larut. Kemudian, larutan 1,10-fenantrolin didiamkan hingga dingin dan dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL. Setelah itu, larutan tersebut diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas.

2.5 Pembuatan Larutan Bufer Asetat

Larutan bufer asetat pH 4,5 dibuat dengan cara ditimbang padatan natrium asetat (CH_3COONa) sebanyak 0,3926 gram, Lalu padatan tersebut dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL dan ditambahkan aqua DM hingga larut. Larutan bufer asetat pH 4,5 ditambahkan 0,5 mL asam asetat dan diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas. Selanjutnya larutan bufer asetat divariasikan pH-nya yaitu : 3,0; 3,5; 4,0; 4,5; 5,0; 5,5. pH larutan diukur menggunakan pH meter digital.

2.6 Pembuatan Larutan Blanko

Larutan $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ 100 ppm atau $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ 1000 ppm diambil sebanyak 1,1 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, kemudian ditambahkan 1,5 mL 1,10-Fenantrolin 1000 ppm, 1,5 mL bufer asetat pH 4,5 dan 5 mL aseton. Selanjutnya ditambahkan aqua DM hingga tanda batas.

2.7 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Larutan standart Fe (III) 100 ppm diambil sebanyak 0.5 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, lalu ditambahkan 1,1 mL larutan $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ 100 ppm atau $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ 1000 ppm. Selanjutnya ditambahkan 1.5 mL larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm dan 1,5 mL bufer asetat pH 4,5. Setelah itu, ditambahkan aseton sebanyak 5 mL ke dalam campuran dan diencerkan menggunakan aqua DM hingga tanda batas. Larutan tersebut dikocok dan didiamkan selama 15 menit, kemudian diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 400-600 nm interval 1 nm.

2.8 Penentuan pH Optimum Pereduksi

Larutan standart Fe(III) 100 ppm diambil sebanyak 0,5 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, lalu ditambahkan 1,1 mL larutan NH_2OH 100 ppm atau $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ 1000 ppm dan 1,5 mL bufer asetat pH 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0; 4,5; 5,0; 5,5. Kemudian DOI: <http://dx.doi.org/10.12962/j25493736.v5i1.5841>

campuran ditambah 1,5 mL larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm dan 5 mL aseton lalu diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas. Campuran dikocok dan didiamkan selama 15 menit lalu diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada Panjang gelombang 400-600 nm interval 1 nm sebanyak dua kali. Data absorbansi yang diperoleh digunakan untuk pembuatan kurva kalibrasi antara absorbansi dengan pH bufer asetat, sehingga dari kurva tersebut diperoleh pH optimum dari bufer asetat [7].

2.9 Penentuan Waktu Optimum Pereduksi

Larutan standar Fe(III) 100 ppm diambil sebanyak 0,5 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, lalu ditambahkan 1,1 mL larutan NH_2OH 100 ppm atau $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ 1000 ppm dan 1,5 mL larutan bufer asetat dengan pH optimum kemudian ditambahkan 1,5 mL larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm, dan 5 ml aseton lalu diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas. Campuran tersebut dikocok dan didiamkan dengan variasi waktu untuk pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ yaitu 0; 5; 10; 15; 20; 25 menit dan untuk pereduksi $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ didiamkan dengan variasi waktu 10; 15; 20; 25; 30; 45; 60 menit dan diukur absorbansinya pada Panjang gelombang maksimum dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis [7].

2.10 Penentuan Konsentrasi Optimum Pereduksi

Larutan standar Fe(III) 100 ppm diambil sebanyak 0,5 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, lalu ditambahkan larutan NH₂OH 100 ppm atau C₆H₈N₂ 1000 ppm dengan variasi 0,5; 0,6; 0,7; 0,8; 0,9; 1,0; 1,1 mL, lalu ditambahkan 1,5 mL bufer asetat dengan pH optimum kemudian ditambahkan 1,5 mL 1,10-fenantrolin 1000 ppm dan 5 mL aseton lalu diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas. Campuran tersebut dikocok dan didiamkan selama 15 menit lalu diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum dengan menggunakan spektrofotometri UV-Vis [7].

2.11 Penentuan Kurva Kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin

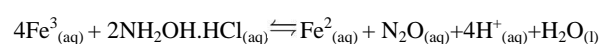
Larutan standar Fe(III) 100 ppm diambil sebanyak 0,1 mL ke dalam labu ukur 10 mL lalu ditambahkan 1,1 mL larutan NH₂OH.HCl atau C₆H₈N₂ kemudian ditambahkan 1,5 mL larutan bufer asetat Ph 4,5 100 ppm dan 5 ml aseton lalu diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas. Campuran dikocok dan didiamkan selama 15 menit lalu diukur absorbansinya pada Panjang gelombang maksimum dengan spektrofotometer UV-Vis sebanyak dua kali. Data absorbansi yang diperoleh digunakan untuk pembuatan kurva kalibrasi hubungan antara absorbansi dengan variasi konsentrasi

larutan Fe (III). Kemudian dilakukan kembali untuk larutan Fe (III) yaitu : 0,2; 0,3; 0,4 dan 0,5 mL.

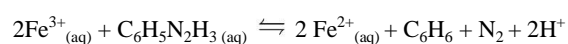
3 HASIL DAN DISKUSI

3.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Fe(II)-Fenantrolin

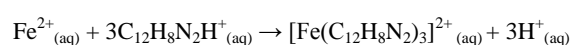
Penentuan panjang gelombang maksimum dilakukan pada larutan yang mengandung FeCl₃.6H₂O 5 ppm yang dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL dan ditambahkan dengan NH₂OH.HCl 11 ppm atau C₆H₈N₂ 110 ppm yang bertujuan untuk mereduksi Fe³⁺. Larutan tersebut kemudian ditambahkan dengan 1,5 mL larutan bufer asetat pH 4,5 untuk menyangga pH larutan. Selanjutnya, larutan ditambahkan dengan 1,5 mL 1,10-fenantrolin 1000 ppm. Reaksi yang terjadi saat Fe(III) tereduksi menjadi Fe(II) oleh NH₂OH.HCl adalah sebagai berikut :



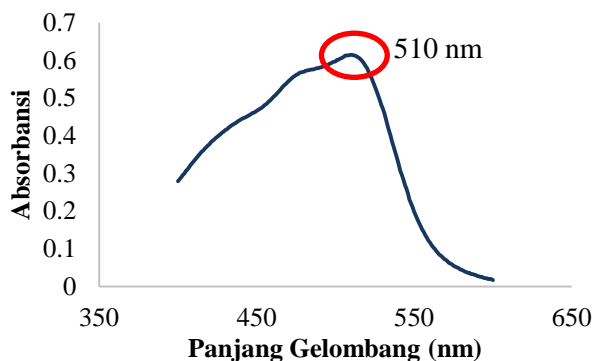
Reaksi yang terjadi saat Fe(III) tereduksi menjadi Fe(II) oleh C₆H₈N₂ adalah sebagai berikut :



Besi yang dikomplekskan dengan menggunakan 1,10-fenantrolin akan membentuk kompleks [Fe(C₁₂H₈N₂)₃]²⁺ berwarna merah jingga. Reaksi yang terbentuk adalah sebagai berikut:



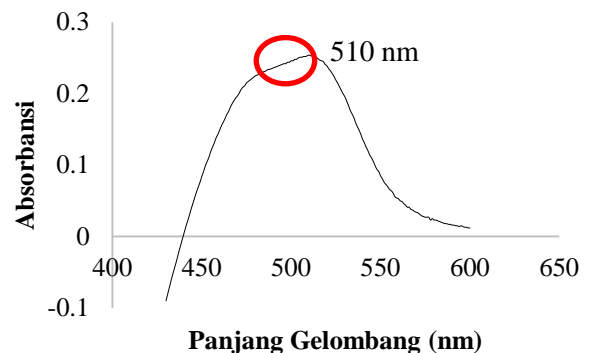
Campuran larutan kemudian ditambahkan 5 mL aseton. Aseton berfungsi menjaga kestabilan kompleks. Kemudian diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas. Larutan tersebut diuji dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis GENESYS tipe 10s dengan rentang panjang gelombang 400-600 nm. Gambar 1 dapat diketahui bahwa panjang gelombang maksimum dari kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ terletak pada panjang gelombang 510 nm dengan nilai absorbansi 0,615.



Gambar 1 Kurva Hasil Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$.

Gambar 2 dapat diketahui bahwa panjang gelombang maksimum dari kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ terletak pada panjang gelombang 510 nm dengan nilai absorbansi 0,254. Panjang gelombang ini selanjutnya digunakan sebagai patokan untuk pengukuran absorbansi maksimum pada tahap-tahap

selanjutnya. 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. Pengujian selanjutnya dilakukan pada panjang gelombang 510 nm untuk mendapatkan nilai absorbansi yang paling tinggi.



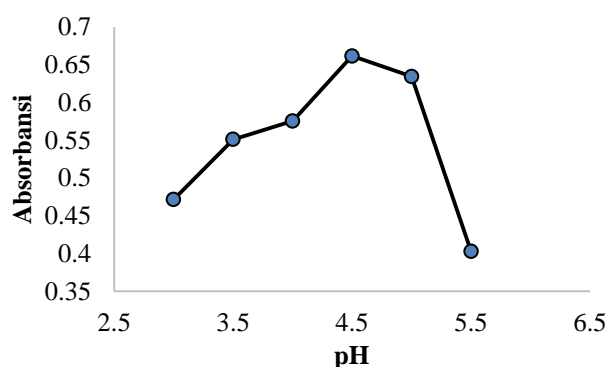
Gambar 2 Kurva Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$

3.2 Penentuan pH Optimum Bufer Asetat

Penentuan pH optimum bertujuan untuk mendapatkan pH yang paling baik dalam menjaga kestabilan kompleks Fe(II)-Fenantrolin. Warna merah jingga pada larutan kompleks Fe(II)-Fenantrolin stabil dalam kondisi asam maupun basa yakni pada rentang pH 2-9. Bufer asam dipilih karena bufer basa terdapat ion OH^- yang dapat berkompetisi dengan ligan 1,10-Fenantrolin dalam pembentukan kompleks Fe(II)-Fenantrolin. Variasi bufer asetat dilakukan

mulai dari Ph 2,0; 2,5; 3; 3,5; 4,0; 4,5; 5,0; dan 5,5 untuk mengetahui pengaruh absorbansi dari larutan kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ yang diukur pada panjang gelombang maksimum. Penentuan pH optimum ini dilakukan dengan menggunakan pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ dan $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ yang terukur pada panjang gelombang maksimum 510 nm. Gambar 3 adalah kurva hasil penentuan pH optimum bufer asetat dengan pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$.

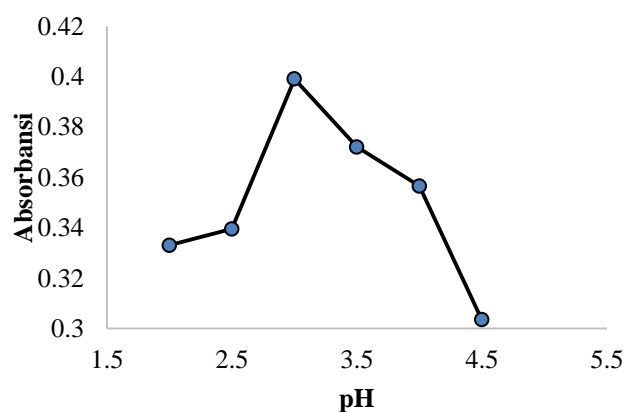
Gambar 3 menunjukkan bahwa puncak tertinggi dengan absorbansi 0,6616 terletak pada pH 4,5 dan nilai Standar Deviasi (SD) sebesar $1,06 \times 10^{-2}$. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa untuk pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ optimum pada pH 4,5 dengan nilai RSD sebesar 16,034 ppt dan nilai CV sebesar 1,603%. Gambar 4 adalah kurva pH optimum bufer asetat dengan pereduksi $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$



Gambar 3. Kurva pH Optimum Bufer Asetat dengan Pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$

Gambar 4 menunjukkan bahwa puncak tertinggi dengan absorbansi 0,399 terletak

pada pH 3 dan nilai Standar Deviasi (SD) sebesar $1,414 \times 10^{-3}$. Selanjutnya dilakukan perhitungan untuk mencari nilai CV dan RSD untuk mengetahui tingkat kepresisian suatu metode. Metode dikatakan tingkat kepresisiannya apabila nilai $\text{CV} < 5\%$ dan nilai $\text{RSD} < 20$ ppt [8]. Pada hasil penelitian ini, untuk pereduksi $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ pada kondisi pH bufer asetat 4,5 didapatkan nilai RSD sebesar 3,544 ppt dan 0,354%. Berdasarkan nilai batas yang dapat diterima, dimana nilai $\text{RSD} < 20$ ppt dan $\text{CV} < 5\%$ maka pH optimum bufer asetat untuk pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ dan $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ merupakan pH optimum dengan kepresisian yang baik dan dapat digunakan untuk penelitian selanjutnya.



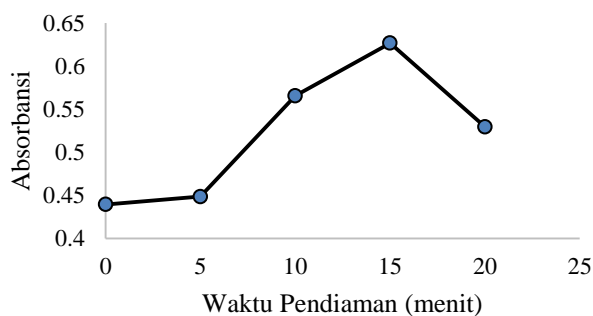
Gambar 4. Kurva Ph Optimum Bufer Asetat dengan Pereduksi $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$

3.3 Penentuan Waktu Optimum

Penentuan waktu optimum dilakukan untuk mendapatkan waktu pendiaman terbaik agar semua ion Fe^{2+} dapat berikatan dengan ligan 1,10-Fenantrolin untuk membentuk

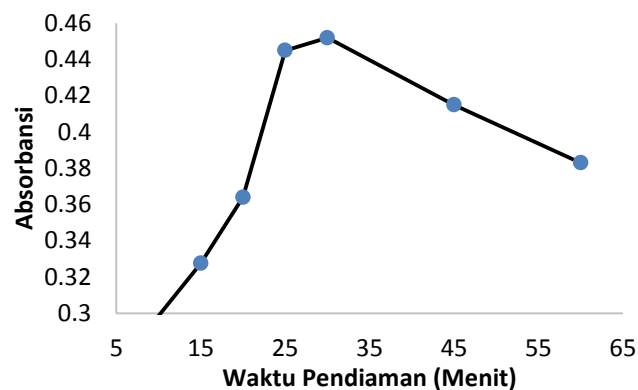
kompleks Fe(II)-Fenantrolin. Penelitian ini melakukan variasi waktu pendiaman untuk masing-masing pereduksi yaitu 0; 5; 10; 15; dan 20 menit untuk pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ dan 10; 15; 20; 25; 30; 45; dan 60 menit untuk pereduksi $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$. Penentuan waktu optimum pembentukan kompleks Fe(II)-Fenantrolin dilakukan pada pH optimum yaitu pH 4,5 untuk pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ dan pH 3 untuk pereduksi $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$. Pengukuran dilakukan pada panjang gelombang maksimum yaitu 510 nm.

Gambar 5 menunjukkan bahwa waktu optimum pembentukan kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan menggunakan pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ pada 15 menit dengan absorbansi sebesar 0,6265 dan nilai SD sebesar $1,06 \times 10^{-2}$. Nilai RSD untuk pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ pada waktu pendiaman 15 menit sebesar 16,92 dan nilai CV sebesar 1,69%. Nilai RSD dan CV dapat diterima dikarenakan nilai RSD <20 dan CV < 2% maka dapat disimpulkan bahwa waktu pendiaman 15 menit merupakan waktu optimum dengan kepresisian yang baik.



Gambar 5. Kurva Waktu Optimum Pembentukan Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$

Gambar 6 menunjukkan bahwa waktu optimum pembentukan kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan menggunakan pereduksi $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ pada 30 menit dengan nilai absorbansi sebesar 0,452 dan nilai SD sebesar $2,8 \times 10^{-3}$. Nilai RSD untuk pereduksi $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ pada waktu pendiaman 30 menit sebesar 6,26 ppt dan nilai CV sebesar 0,626%. Nilai RSD dan CV dapat diterima dikarenakan nilai RSD <20 dan CV < 2% maka dapat disimpulkan bahwa waktu pendiaman 30 menit merupakan waktu optimum dengan kepresisian yang baik dan dapat digunakan untuk pengukuran selanjutnya.

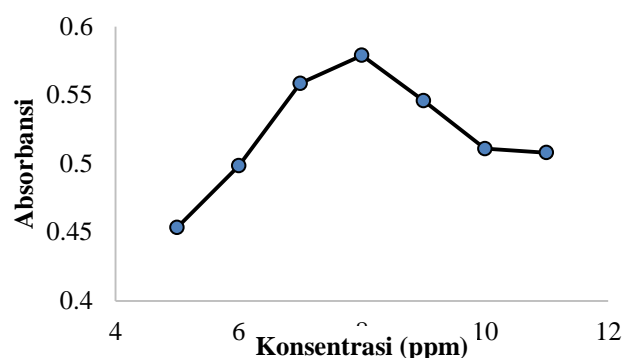


Gambar 6. Kurva Waktu Optimum Pembentukan Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$

3.4 Penentuan Konsentrasi Optimum Pereduksi

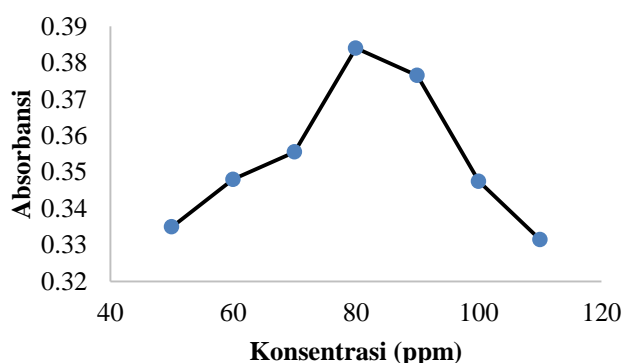
Penentuan konsentrasi optimum pereduksi untuk mengetahui pada konsentrasi berapa pereduksi tersebut memiliki kemampuan paling baik dalam mereduksi ion Fe^{3+} dengan konsentrasi tertentu menjadi Fe^{2+} . Penelitian ini digunakan variasi konsentrasi 5; 6; 7; 8; 9; 10; dan 11 ppm untuk pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ dan variasi konsentrasi 50; 60; 70; 80; 90; 100; dan 110 ppm untuk pereduksi $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$. Penentuan konsentrasi optimum dilakukan pada pH optimum masing-masing pereduksi dan waktu optimum masing-masing pereduksi.

Gambar 7 menunjukkan bahwa pada konsentrasi 5 hingga 11 ppm didapatkan konsentrasi optimum pada 8 ppm dengan nilai absorbansi tertinggi dengan nilai 0,579 dan nilai SD sebesar $5,6 \times 10^{-3}$. Nilai RSD untuk pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ pada konsentrasi 8 ppm sebesar 9,77 ppt dan nilai CV sebesar 0,997%. Nilai RSD dan CV dapat diterima dikarenakan nilai RSD < 20 dan CV $< 2\%$ maka dapat disimpulkan bahwa konsentrasi 8 ppm merupakan konsentrasi optimum dengan kepresisian yang baik



Gambar 7. Kurva Konsentrasi Optimum Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$

Gambar 8 menunjukkan bahwa pada konsentrasi 50 hingga 110 ppm didapatkan konsentrasi optimum pada 80 ppm dengan nilai absorbansi tertinggi dengan nilai 0,384 dan nilai SD sebesar 0. Nilai RSD untuk pereduksi $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$ pada konsentrasi 80 ppm sebesar 0 ppt dan nilai CV sebesar 0%. Nilai RSD dan CV dapat diterima dikarenakan nilai RSD < 20 dan CV $< 2\%$ maka dapat disimpulkan bahwa konsentrasi 80 ppm merupakan konsentrasi optimum dengan kepresisian yang baik.



Gambar 8. Kurva Konsentrasi Optimum Kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$

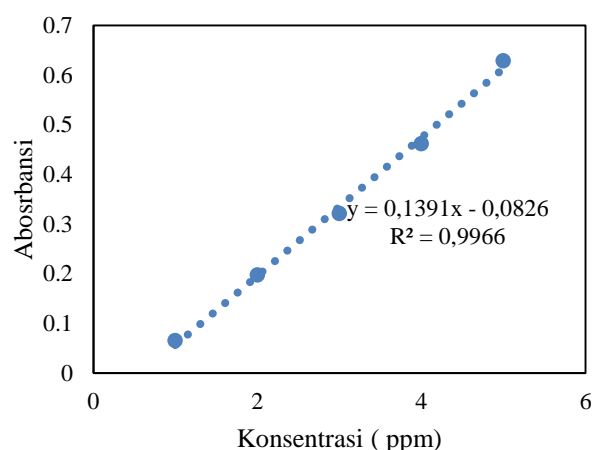
3.5 Penentuan Kurva Kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin

Kurva kalibrasi dari kompleks Fe(II)-Fenantrolin ditentukan dengan pengukuran variasi konsentrasi Fe^{3+} yaitu 1; 2; 3; 4; dan 5 ppm kemudian dilakukan pengukuran absorbansi pada panjang gelombang maksimum yaitu 510 nm dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

Dari data absorbansi yang telah didapat (Tabel 1), maka dibuat grafik kurva standar dengan sumbu x adalah konsentrasi dan sumbu y adalah absorbansi rata-rata. Gambar 9 menunjukkan bahwa kurva kalibrasi dengan menggunakan pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ mempunyai persamaan $y = 0,1391x - 0,0826$ dengan nilai $r = 0,9983$ dan $R^2 = 0,9966$. Koefisien tersebut terletak pada garis lurus yang lerengnya positif r berada pada $-1 \leq r \leq 1$ dan kisaran nilai R^2 sebesar $0,9 \leq R^2 \leq 1$ [9]. Selain itu, uji t perlu dilakukan untuk mengetahui ada atau tidaknya korelasi antara absorbansi dan konsentrasi. Jika $t_{\text{hitung}} > t_{\text{tabel}}$, maka H_0 ditolak. Pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ didapatkan nilai t_{hitung} sebesar 29,658 untuk selang kepercayaan 95% dengan nilai derajat kebebasan 3. Nilai t_{tabel} pada nilai derajat kebebasan 3 dengan selang kepercayaan 95% sebesar 3,18. Sehingga $t_{\text{hitung}} > t_{\text{tabel}}$ jadi H_0 ditolak dan H_1 di terima dan dapat disimpulkan bahwa terdapat korelasi antara absorbansi dengan konsentrasi.

Tabel 1. Data Absorbansi Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$

Konsentrasi (ppm)	A1	A2	A rata rata
1	0,065	0,065	0,065
2	0,197	0,198	0,1975
3	0,323	0,319	0,321
4	0,465	0,458	0,4615
5	0,63	0,627	0,6285



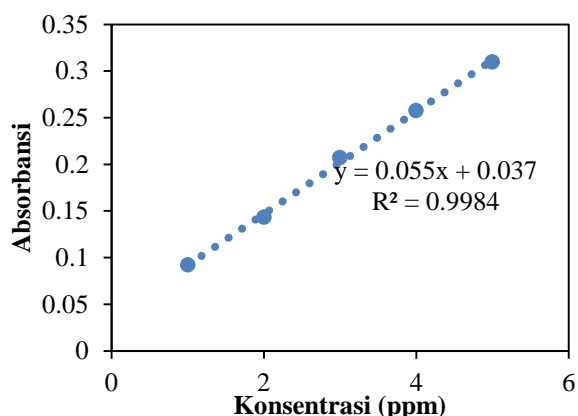
Gambar 9. Kurva Kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$

Dari data absorbansi yang telah didapat, maka dibuat grafik kurva standar dengan sumbu x adalah konsentrasi dan sumbu y adalah absorbansi rata-rata (Tabel 2).

Tabel 2. Data absorbansi Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$

Konsentrasi (ppm)	A1	A2	A rata rata
1	0,093	0,091	0,092
2	0,143	0,143	0,143
3	0,207	0,207	0,207
4	0,257	0,258	0,2575
5	0,309	0,310	0,3095

Gambar 10 menunjukkan bahwa kurva kalibrasi dengan menggunakan pereduksi $C_6H_8N_2$ mempunyai persamaan $y = 0,055x + 0,037$ dengan nilai $r = 0,99923$ dan $R^2 = 0,9984$. Koefisien tersebut terletak pada garis lurus yang lerengnya positif r berada pada $-1 \leq r \leq 1$ dan kisaran nilai R^2 sebesar $0,9 \leq R^2 \leq 1$ [9]. Selain itu, uji t perlu dilakukan untuk mengetahui ada atau tidaknya korelasi antara absorbansi dan konsentrasi. Jika $t_{hitung} > t_{tabel}$, maka H_0 ditolak. Pereduksi $C_6H_8N_2$ didapatkan nilai t_{hitung} sebesar 43,267 untuk selang kepercayaan 95% dengan nilai derajat kebebasan 3. Nilai t_{tabel} pada nilai derajat kebebasan 3 dengan selang kepercayaan 95% sebesar 3,18. Sehingga $t_{hitung} > t_{tabel}$ jadi H_0 ditolak dan H_1 di terima dan dapat disimpulkan bahwa terdapat korelasi antara absorbansi dengan konsentrasi. Akurasi menunjukkan derajat kedekatan hasil yang diperoleh dengan hasil yang sebenarnya dan biasanya dinyatakan dalam persentase.



Gambar 10 Kurva Kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi $C_6H_8N_2$

Tabel 3 menunjukkan bahwa konsentrasi optimum pereduksi $NH_2OH.HCl$ berada pada konsentrasi 8 ppm, sehingga dari konsentrasi optimum tersebut diperoleh persen untuk mereduksi Fe^{3+} sebesar 95,126%. Hasil *recovery* tersebut menunjukkan bahwa pereduksi $NH_2OH.HCl$ baik digunakan untuk pengukuran selanjutnya.

Tabel 3. Data persen dengan pereduksi $NH_2OH.HCl$

Konsentrasi Pereduksi (ppm)	% <i>recovery</i>
5	77,081
6	83,551
7	92,178
8	95,126
9	90,381
10	85,349
11	84,917

Tabel 4. Data persen dengan pereduksi $C_6H_8N_2$

Konsentrasi Pereduksi (ppm)	% <i>recovery</i>
50	108,364
60	113,091
70	115,818
80	126,182
90	123,454
100	112,909
110	107,636

Tabel 4 menunjukkan bahwa konsentrasi optimum pereduksi $NH_2OH.HCl$ berada pada konsentrasi 80 ppm sehingga dari konsentrasi optimum tersebut diperoleh persen untuk mereduksi Fe^{3+} sebesar

126,182% sehingga dapat dikatakan bahwa pereduksi $C_6H_8N_2$ baik digunakan untuk pengukuran selanjutnya.

4 KESIMPULAN

Pereduksi hidroksilamin hidroklorida ($NH_2OH.HCl$) lebih baik dibandingkan pereduksi fenilhidrazin ($C_6H_8N_2$) untuk mereduksi Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} dalam analisis kadar besi dengan menggunakan metode spektrofotometer UV-VIS. Keadaan optimum pereduksi $NH_2OH.HCl$ yaitu pH 4,5 dengan waktu pendiaman selama 15 menit dan konsentrasi optimum 8 ppm untuk mereduksi 5 ppm Fe^{3+} . Keadaan optimum pereduksi $C_6H_8N_2$ yaitu pH 3 dengan waktu pendiaman selama 30 menit dan konsentrasi optimum 80 ppm untuk mereduksi 5 ppm Fe^{3+} . Pereduksi $C_6H_8N_2$ kurang efektif karena konsentrasi yang dibutuhkan cukup besar yaitu sebesar 80 ppm dan waktu pendiaman yang dibutuhkan lebih lama dibandingkan pereduksi $NH_2OH.HCl$ yaitu 30 menit. Pada penelitian ini didapatkan %Recovery sebesar 95,126% untuk pereduksi $NH_2OH.HCl$ dan 126,182% untuk pereduksi $C_6H_8N_2$.

Ucapan Terima Kasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Lembaga Penelitian dan Pengabdian Masyarakat ITS yang telah memberikan bantuan dana untuk penelitian ini serta kepada Laboratorium Instrumentasi dan

Sains Analitik Departemen Kimia FS ITS yang telah memberikan fasilitas yang digunakan pada penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Othmer, K. (1978). "Encyclopedia of Chemical Technology," 3rd ed. Vol. 13, New York : John Willey and Sons Inc.
- [2] Fisiana, A. (2012). *Perbandingan Kemampuan Pereduksi Natrium Tiosulfat ($Na_2S_2O_3$) dengan timah (II) klorida ($SnCl_2$) pada Analisis Kadar Total Besi Secara Spektrofotometer UV-VIS*". Surabaya : Skripsi. Jurusan Kimia ITS
- [3] Peng, Bo, Yingping S., Zhuantao G., Min Z., Yongjun M., Shengguo Z. (2015). *Determination of total iron in water and foods by dispersive liquid-liquid microextraction coupled with microvolume UV-vis spectrophotometry*. Food Chemistry 176, 288–293.
- [4] Malik, A.K. (2000). *Direct Spectrophotometric Determination of Ferbam Iron (III) Dymethyldithiocarbamat in Commercial Sample and Wheat Grains after Extraction of its Bathophenantroline Tetraphenilborate Complex into Molten Naphtalen*. Journal of Agricultural and Food

- Chemistry Vol. 48, No. 10 (2000) 4044-4047.
- [5] Liyana, D. E. (2011). *Optimasi pH Bufer dan Konsentrasi Larutan Pereduksi Natrium Tiosulfat dan Timah(II)Klorida dalam Penentuan Kadar Besi secara Spektrofotometri UV-Vis*. Skripsi. Jurusan Kimia FMIPA ITS. Surabaya
- [6] Al-Subu, M. M., El-Hawala, R. A., dan Abed, H. M . (1990). *Kinetics and Mechanism of Oxidation of Phenylhydrazine and P-Bromophenylhydrazine by Hexacyanoferrate(III) in Acidic Medium*. Departement of Chemistry, An-Najah University, P.O. Box 7, Nablus, West Bank-via Israel.
- [7] Putri, H. A. (2018). *Optimasi Penggunaan Pereduksi Natrium Tiosulfat ($Na_2S_2O_3$), Natrium Sulfit (Na_2SO_3), dan Hidroksilamin Hidroklorida ($NH_2OH.HCl$) Pada Analisa Kadar Besi (Fe)*. Surabaya : Skripsi Departemen Kimia Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- [8] Miller, J. dan Miller, J., 1991. *Statistik Untuk Kimia Analitik Kedua*. Bandung: ITB.
- [9] Butler, J. M. (2005). *Validation Overview*. s.l.:National Institute of Standars and Technology (NIST).