

Analisis Pengaruh Ion Zn(II) pada Penentuan Fe^{3+} dengan Pengompleks 1,10-Fenantrolin pada pH Optimum Menggunakan Spektrofotometer UV-VIS

Ria Fina Wijaya dan R. Djarot Sugiarto K.S.

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)

Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111 Indonesia

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

Abstrak— Penelitian tentang analisis pengaruh ion Zn(II) pada penentuan Fe^{3+} dengan pengompleks 1,10-fenantrolin pada pH optimum telah dilakukan menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Kompleks Fe(III) fenantrolin mempunyai panjang gelombang maksimum 363 nm dengan absorbansi sebesar 0,468. Koefisien korelasi (r) yang diperoleh pada kurva kalibrasi adalah 0,9986. Hasil analisis menunjukkan bahwa ion Zn(II) dapat mempengaruhi kompleks Fe(III) fenantrolin pada konsentrasi 0,2 ppm Zn^{2+} dengan menurunkan absorbansi dan % *recovery* 77,86%.

Kata Kunci— Fe^{3+} , 1,10-fenantrolin, Zn^{2+} , spektrofotometer UV-Vis.

I. PENDAHULUAN

Senyawa kompleks merupakan susunan antara ion logam dan satu atau lebih ligan yang mendonorkan pasangan elektron bebasnya kepada ion logam sehingga membentuk ikatan kovalen koordinasi [1]. Senyawa kompleks sangat berhubungan dengan konsep asam basa Lewis [2]. Senyawa kompleks dapat diuraikan menjadi ion kompleks yang bermuatan positif ataupun negatif. Logam pusat biasanya memiliki bilangan oksida nol dan positif, sedangkan liganannya memiliki bilangan oksida netral maupun anion. Logam pusat pada umumnya merupakan logam-logam transisi yang memiliki orbital kosong sehingga dapat menerima pasangan elektron bebas dari ligan [3].

Besi merupakan logam transisi yang memiliki nomor atom 26 dengan konfigurasi elektron $3d^6 4s^2$. Dalam bentuk padatan besi merupakan logam abu-abu yang mengkilat, sedangkan dalam bentuk cairan, besi dapat terionisasi menjadi Fe^{2+} dan Fe^{3+} . Pada umumnya besi ditemukan dalam bentuk Fe^{3+} karena lebih stabil dibandingkan Fe^{2+} .

Ligan yang biasanya dikomplekskan dengan besi diantaranya 1,10-fenantrolin [4], KSCN [5], bathofenantrolin [6], sulfonat, dan lain sebagainya, namun agen pengompleks yang paling sering digunakan adalah 1,10-fenantrolin karena kelebihanannya yang dapat membentuk Fe(III) fenantrolin yang cukup stabil [7].

Penelitian sebelumnya lebih sering menggunakan Fe^{2+} karena kompleks Fe(II) fenantrolin lebih stabil daripada Fe(III) fenantrolin. Pada umumnya, untuk mereduksi Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} digunakan agen pereduksi seperti natrium

thiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) [4]. Pada penelitian ini digunakan logam Fe^{3+} sehingga tidak perlu menggunakan agen pereduksi.

Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{3+}$ yang berwarna kuning dapat dianalisis menggunakan spektrofotometri UV-Vis dalam rentang panjang gelombang 435-480 nm. Analisis dengan menggunakan pengompleks fenantrolin dapat diganggu dengan berbagai macam ion logam, seperti Co^{2+} [8], Ni^{2+} [4], Mn^{2+} [9], Cr^{3+} [7], dan lain-lain. Selain itu, seng juga merupakan salah satu pengotor dalam logam besi, oleh karenanya pada penelitian ini akan dilihat apakah ion Zn^{2+} dapat mengganggu kompleks Fe(III) fenantrolin.

Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Ricma Dewi (2014), dalam judul “Penentuan Kondisi Optimum pada Pembentukan Kompleks Fe(III) Fenantrolin dengan Spektrofotometri UV-Vis”, Fe(III) fenantrolin memiliki panjang gelombang maksimum 360 nm dengan pH optimum 3,5 dan stabil dalam waktu 20 menit. Berdasarkan data tersebut akan dilakukan penelitian tentang kondisi optimum Fe(III) fenantrolin apabila diganggu oleh ion Zn^{2+} .

II. METODOLOGI

A. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Penentuan panjang gelombang maksimum Fe(III) fenantrolin ditentukan dengan cara diambil beberapa mL larutan Fe(III) 100 ppm, lalu dimasukkan dalam labu ukur 10 mL, kemudian ditambahkan dengan larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm; buffer asetat pH 3,5 dan aseton. Campuran tersebut ditambah aqua DM hingga tanda batas, dikocok hingga homogen dan didiamkan selama 5 menit. Selanjutnya, diukur absorbansinya pada panjang gelombang 300-400 nm dengan range 1 nm. Tiap prosedur diulang sebanyak 3 kali. Panjang gelombang maksimum ditentukan dengan absorbansi maksimum yang telah diperoleh.

B. Pembuatan Kurva Kalibrasi

Larutan Fe(III) 100 ppm dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL masing-masing 0,1; 0,2; 0,3; 0,4, dan 0,5 mL. Selanjutnya, ditambahkan larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm; buffer asetat pH 3,5 dan aseton. Campuran tersebut diencerkan menggunakan aqua DM hingga tanda batas, lalu dikocok sampai homogen dan didiamkan selama 5 menit. Absorbansi diukur pada panjang gelombang maksimum yang telah

diperoleh. Masing-masing prosedur diulang sebanyak dua kali. Data yang diperoleh dibuat kurva kalibrasi antara konsentrasi terhadap absorbansi, kemudian ditentukan kemiringannya (*slope*).

C. Pengaruh Zn(II) pada Kondisi pH Optimum

Larutan Fe(III) 100 ppm dipipet beberapa mL dan dimasukkan kedalam 6 labu ukur 10 mL, kemudian larutan Zn(II) 100 ppm ditambahkan sebanyak 0,00; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04, dan 0,05 mL. Selanjutnya, ditambahkan larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm; buffer asetat pH 3,5 dan aseton. Campuran tersebut diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas, dikocok sampai homogen dan didiamkan selama 5 menit. Absorbansinya diukur pada panjang gelombang maksimum. Masing-masing prosedur diulang sebanyak tiga kali.

D. Pembuatan Blanko

Blanko dibuat dengan mencampurkan larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm; buffer asetat pH 3,5 dan aseton, kemudian campuran tersebut diencerkan dengan aqua DM hingga 10 mL lalu dikocok sampai homogen.

III. HASIL DAN DISKUSI

A. Hasil Panjang Gelombang Maksimum

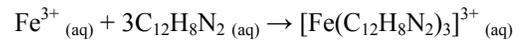
Penelitian ini diawali dengan pengukuran panjang gelombang (λ) maksimum terlebih dahulu. Pengukuran ini menggunakan instrumen spektrofotometri UV-Vis dengan rentang panjang gelombang (λ) 300-400 nm yang dilakukan sebanyak 3 kali. Panjang gelombang ini dipilih karena ultraviolet (UV) memiliki rentang panjang gelombang 200-380 nm, sedangkan sinar tampak (*Visible*) memiliki rentang panjang gelombang 380-780 nm [10]. Oleh karena itu, Fe(III) fenantrolin yang memiliki warna larutan kekuningan (hampir tidak berwarna) diukur pada rentang 300-400 nm. Pengukuran dilakukan dengan menambahkan Fe(III) klorida dengan 1,10-fenantrolin sebagai ligan untuk membentuk kompleks, buffer asetat pH 3,5 yang berfungsi untuk menyangga pH larutan. pH 3,5 dipilih berdasarkan penelitian sebelumnya yang menyebutkan bahwa pH optimum untuk Fe(III) fenantrolin adalah 3,5 karena memiliki absorbansi yang lebih tinggi dibanding pH asam lainnya. Berikutnya, penambahan 5 mL aseton bertujuan untuk menambah kelarutan. Pembuatan kompleks Fe(III) fenantrolin dibutuhkan pendiaman selama 5 menit agar Fe(III) fenantrolin dapat terkompleks dengan sempurna. Panjang gelombang (λ) maksimum ditunjukkan dengan absorbansi tertinggi yang ditandai dengan adanya puncak seperti Gambar 1 dibawah ini:



Gambar 1 Panjang Gelombang (λ) Maksimum Fe(III) Fenantrolin pada rentang 300-400 nm interval 1 nm.

Panjang gelombang (λ) maksimum Fe(III) fenantrolin yang dihasilkan terletak pada 363 nm dengan absorbansi 0,468. Fe(III) fenantrolin memiliki warna kekuningan (mendekati tidak berwarna), sehingga terletak di panjang gelombang UV.

Reaksi yang terjadi antara Fe(III) dengan ligan 1,10-fenantrolin adalah sebagai berikut:

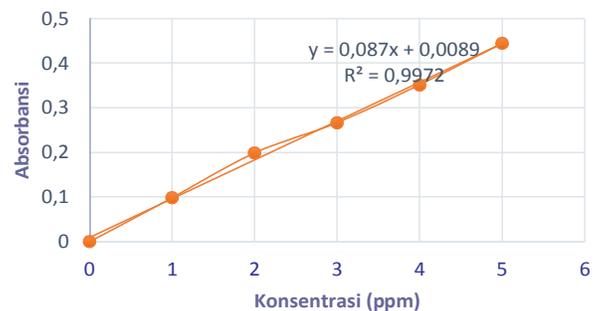


B. Hasil Kurva Kalibrasi

Kurva kalibrasi harus dibuat dalam rentang konsentrasi sampel. Konsentrasi yang dipilih untuk melakukan kurva kalibrasi yakni 1; 2; 3; 4, dan 5 ppm. Seperti metode pengukuran panjang gelombang (λ) maksimum, pada pembuatan kurva kalibrasi juga ditambahkan 1,10-Fenantrolin, buffer asetat serta aseton. Absorbansi yang didapatkan dari kurva kalibrasi seperti pada Gambar 2.

Hasil yang ditunjukkan pada Gambar 2, semakin besar konsentrasi Fe(III) semakin besar pula absorbansinya yang dapat diprediksikan bahwa kurva kalibrasi akan berbentuk linier.

Kurva kalibrasi pada Fe(III) fenantrolin adalah sebagai berikut:



Gambar 2 Kurva Kalibrasi pada Fe(III) Fenantrolin

Kurva kalibrasi yang dihasilkan seperti pada Gambar 2 memiliki persamaan garis, $y = 0,087x + 0,0089$ serta memiliki R^2 sebesar 0,9972, sedangkan koefisien korelasi yang diperoleh dari perhitungan sebesar 0,9986. Nilai r , atau biasa disebut dengan koefisien korelasi merupakan menunjukkan hubungan searah antara dua variabel. Koefisien korelasi bernilai +1 hingga -1. Nilai +1 menunjukkan korelasi sempurna dengan kemiringan (*slope*) positif, sedangkan nilai -1 menunjukkan korelasi sempurna dengan kemiringan (*slope*) negatif. [11]. Nilai R pada hasil diatas dikatakan kedua variabel searah dan memiliki kemiringan (*slope*) positif karena nilai tersebut mendekati +1.

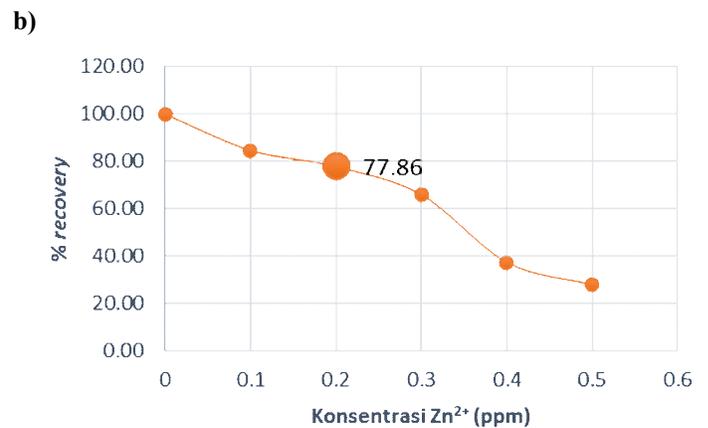
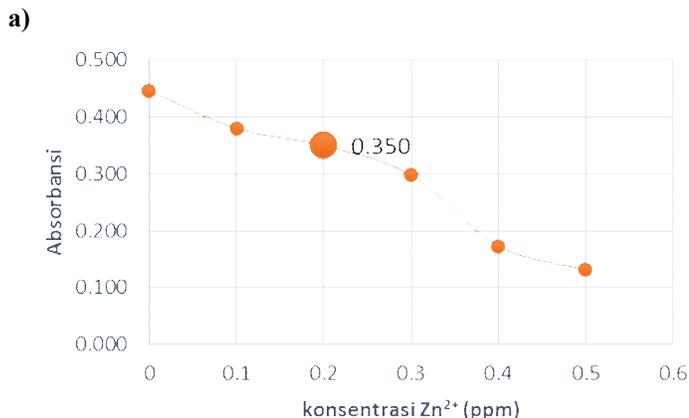
Kurva kalibrasi tersebut juga dapat dianalisis dengan uji-t yang berfungsi untuk mengetahui pengaruh antar dua variabel. Variabel yang dimaksud yakni antara konsentrasi dan absorbansi. Uji ini dilakukan dengan membandingkan nilai t_{hitung} dengan t_{tabel} , dengan H_0 yang menunjukkan bahwa tidak adanya pengaruh antara dua variabel dan H_1 menunjukkan adanya pengaruh antara dua variabel. H_0 dapat diterima apabila $t_{hitung} < t_{tabel}$, sedangkan H_1 dapat diterima apabila $t_{hitung} > t_{tabel}$. Hasil dari kurva kalibrasi diketahui memiliki t_{hitung} sebesar 37,5592 dari t_{tabel} sebesar 4,60 pada selang kepercayaan 99%, artinya H_1 diterima dan dapat dikatakan bahwa ada pengaruh antara dua variabel.

C. Hasil Pengaruh Ion Zn^{2+} terhadap Kompleks Fe(III) Fenantrolin

Ion Zn^{2+} digunakan karena ion tersebut merupakan logam transisi yang kemungkinan dapat mengganggu Fe(III) fenantrolin. Ion ini ditambahkan untuk mengetahui seberapa besar konsentrasi Zn^{2+} dapat mempengaruhi kompleks Fe(III) fenantrolin. Oleh karena itu dilakukan variasi konsentrasi Zn^{2+} diantaranya 0,1; 0,2; 0,3; 0,4, dan 0,5 ppm Zn^{2+} . Pengujian tersebut menghasilkan data seperti pada Gambar 3a.

Larutan dari $ZnCl_2$ yang tidak berwarna menyebabkan absorbansinya dengan ligan 1,10-fenantrolin berada pada posisi negatif (-). Absorbansi negatif dari Zn^{2+} tersebut yang dapat menurunkan absorbansi kompleks Fe(III) fenantrolin.

Data absorbansi yang diperoleh kemudian digunakan untuk menghitung prosentase *recovery* Fe^{3+} yang telah ditambahkan dengan ion Zn^{2+} . Data prosentase *recovery* ditunjukkan pada Gambar 3b.



Gambar 3a) Pengaruh Ion Zn^{2+} terhadap Absorbansi Fe(III) Fenantrolin; b) Pengaruh Ion Zn^{2+} terhadap prosentase *recovery* Fe(III) Fenantrolin

Gambar 3 menunjukkan bahwa pada konsentrasi 0,2 ppm Zn^{2+} , prosentase *recovery* Fe^{3+} telah mencapai 77,86% atau dengan kata lain berada di bawah 80% untuk standar batuan. Prosentase 80% dipilih karena pada Tabel 3, prosentase *recovery* pada konsentrasi terkecil Zn^{2+} (0,1 ppm) hanya sebesar 84,71% yang menunjukkan bahwa prosentase *recovery* tersebut tidak cocok dengan prosentase *recovery* pada standar makanan yang ada dalam rentang 95-105%.

Penurunan prosentase pada setiap konsentrasi berturut-turut diketahui sebesar 6,01%; 7,50%; 12,85%; 30,89%; 10,38%. Hal tersebut membuktikan bahwa ion Zn^{2+} mempengaruhi penurunan absorbansi dengan semakin besarnya konsentrasi yang ditambahkan dalam kompleks Fe(III) fenantrolin.

IV. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian diperoleh kesimpulan bahwa ion Zn^{2+} dapat menurunkan absorbansi kompleks Fe(III) fenantrolin yang mulai mengganggu pada konsentrasi 0,2 ppm Zn^{2+} yang memiliki prosentase *recovery* <80% (77,86%).

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terimakasih disampaikan kepada Tuhan YME atas semua rahmatNya, Bapak Drs. R. Djarot Sugiarso K.S., M.S atas semua bimbingannya, Ibu Sri Fatmawati, M.Sc, Ph.D, Bapak Muhammad Nadjib Mujahid, M.S, Bapak Adi Setyo Purnomo, M.Sc, Ph.D, serta Ibu Dra. Harmami, M.S atas segala arahan dan bantuannya, teman-teman Laboratorium “Instrumentasi dan Sains Analitik” dan semua pihak yang telah membantu hingga selesainya penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

[1] Cotton, F. A. dan Wilkinson, G. 1984. *Kimia Anorganik Dasar*. Jakarta: UI Press.
 [2] Shriver, D. F. 1940. *Inorganic Chemistry*. New York: W.H. Freeman

- [3] Effendy. 2007. *Kimia Koordinasi First Edition*. Malang: Bayumedia.
- [4] Wulandari, Desi A. 2009. *Studi Gangguan Nikel pada Analisa Besi dengan Pengompleks 1,10-Fenantrolin pada pH 4,5 secara Spektrofotometri UV-Vis*. Skripsi. Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- [5] Kuswanto. 2003. *Perbandingan Pereaksi Pengompleks Kalium Tiosianat (KSCN) dengan Pereaksi Pengompleks 1,10-Fenantrolin pada Penentuan Kadar Besi (Fe) Total dalam Biji Gandum (Triticum sativum) secara Spektrofotometri UV-Vis*. Skripsi. Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- [6] Khamsatul, M. L. 2006. *Optimasi pH Buffer dan Konsentrasi Larutan Pereduksi Natrium Tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) dengan Pengompleks Bathofenantrolin pada Penentuan Kadar Besi secara Spektrofotometri UV-Vis*. Skripsi. Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- [7] Dinararum, Retno R. 2013. *Studi Gangguan Krom (III) pada Analisa Besi dengan Pengompleks 1,10-fenantrolin pada pH 4,5 secara Spektrofotometri UV-Tampak*. Skripsi. Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- [8] Pramanasyah, A. A. 2009. *Studi Gangguan Co pada Analisa Besi dengan Pengompleks 1,10- Fenantrolin pada pH 4,5 secara Spektrofotometri UV-Vis*. Skripsi. Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- [9] Pritasari, Ardyah A. 2010. *Studi Gangguan Mn Pada Analisa Besi Menggunakan Pengompleks 1,10-Fenantrolin Pada Ph 4,5 Dan pH 8,0 Secara Spektrofotometri UV-Vis*. Skripsi. Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- [10] Christian, Gary D. 2004. *Analytical Chemistry Sixth Edition*. USA: John Wiley&Sons, Inc.
- [11] Eckschlager, K., M.Sc., D.Ph. 1972. *Errors, Measurement and Result in Chemical Analysis*. London: Van Norstrand Reinhold Company.