

Analisa Gangguan Ion Merkuri(II) terhadap Kompleks Besi(II)-Fenantrolin Menggunakan Metode Spektrofotometri UV-Vis

Nina Anjarsari 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

Abstraks – pada penelitian ini telah dilakukan studi gangguan ion merkuri(II) pada analisa kompleks besi(II)-fenantrolin dengan metode spektroskopi UV-Vis. Penelitian dilakukan dengan mereduksi besi(III) menjadi besi(II) sebelum dikomplekskan dengan 1,10-fenantrolin. Selanjutnya senyawa kompleks diukur panjang gelombang maksimumnya menggunakan spektrofotometer UV-Vis, dibuat kurva kalibrasi, dan analisa gangguan ion merkuri(II) terhadap besi sebagai besi(II)-fenantrolin. Hasil studi menunjukkan bahwa ion merkuri(II) mulai mengganggu analisa besi pada konsentrasi 0,07 ppm dengan nilai persen recovery sebesar 73,77%.

Kata kunci - 1,10-fenantrolin; Besi; Merkuri; Spektrofotometri UV-Vis.

I. PENDAHULUAN

Besi adalah unsur terbanyak kedua yang secara luas banyak dimanfaatkan untuk memenuhi kebutuhan manusia. Besi memiliki dua tingkat bilangan oksidasi (biloks) dalam persenyawaan, yakni +2 dan +3. Umumnya, besi cenderung membentuk senyawa oksida dengan biloks +3 dibandingkan dengan biloks +2, serta memungkinkan membentuk senyawa kompleks stabil dengan senyawa-senyawa tertentu. Sehingga diperlukan agen pereduksi yang dapat mengubah Fe^{3+} (ferri) menjadi Fe^{2+} (ferro), diantaranya seng, sulfit, hidrazin, ion Sn^{2+} , hidrokuinon, hydrogen sulfide, hidroksilamin klorida, asam askorbat serta natrium tiosulfat. Penentuan besi sendiri memiliki arti yang sangat penting bagi perlindungan lingkungan, hidrogeologi, proses kimia serta kesehatan masyarakat[1].

Pengujian kadar besi dapat dilakukan dengan berbagai metode, diantaranya, spektrofotometri serapan atom, flourometri, metode flow injection serta spektrofotometri UV-Vis yang menjadi banyak rujukan karena tingkat akurasi baik, cepat dan mudah. Pengujian kadar besi tersebut dilakukan dalam bentuk persenyawaan kompleks. Sebelum dikomplekskan dengan reagen pengompleks, besi dalam bentuk biloks (+3) haruslah direduksi terlebih dahulu ke dalam bentuk biloks (+2). Reagen pengompleks yang banyak diusulkan selama dua dekade, lebih dari lima puluh senyawa, diantaranya, 1,10 fenantrolin, bathofenantrolin sulfonat, ferrozine, azid tetrahirofuran, tiosianat-benziltriethylammonium serta 2,4,6-tri(2'-piridil)-1,3,5-triazin[2].

Pengujian besi (II) dengan reagen fenantrolin dilakukan mengingat kompleks besi (II)-fenantrolin akan terbentuk

dalam waktu yang relatif singkat tanpa bantuan zat pengadsorpsi. Selain itu, kompleks ini menghasilkan warna komplementer merah jingga karena keberadaan ion $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dalam suasana sedikit asam. Keuntungan lainnya, warna merah jingga ini stabil untuk waktu yang relatif lama pada rentang pH 2-9. Itu artinya pengukuran dapat dilakukan pada suasana asam maupun basa. Serta terbaca pada rentang panjang gelombang 480 nm – 560 nm sehingga memungkinkan melakukan pengujian dengan metode spektrofotometri UV-Vis. Selain itu, penelitian terdahulu menyimpulkan bahwa reagen 1,10-fenantrolin baik digunakan sebagai pengompleks besi dibandingkan dengan reagen kalium tiosianat[3].

Pengujian besi(II)-fenantrolin sebelumnya melibatkan beberapa logam transisi sebagai ion pengganggu. Gangguan ini akan mengakibatkan menurunnya tingkat absorbansi. Hasil penelitian yang telah dilakukan, diketahui bahwa ion Mn(II) mulai mengganggu pada konsentrasi 0,06 ppm dengan persen *recovery* sebesar 88,46%; Ion Ni(II) mulai mengganggu pada konsentrasi 0,08 ppm dengan persen *recovery* 82,93%; ion Co(II) mulai mengganggu pada konsentrasi 0,2 ppm dengan persen *recovery* sebesar 94,11%; ion Ag(I) mulai mengganggu pada konsentrasi 0,03 ppm dengan persen *recovery* sebesar 92,88%[1], serta ion Cr(III) mulai mengganggu pada konsentrasi 0,08 ppm dengan persen *recovery* sebesar 94,34%[2]. Dari penelitian tersebut dikembangkan untuk menguji keberadaan ion pengganggu lain dari logam transisi seperti Hg(II). Pemilihan Hg(II) disebabkan karena Merkuri (Hg) merupakan unsur transisi dan bila berada di alam Merkuri bersifat racun.

II. URAIAN PENELITIAN

Penelitian ini menggunakan larutan standar besi(III) 5 ppm sebelum direduksi menjadi besi(II) oleh agen pereduksi natrium tiosulfat. Selanjutnya larutan besi(II) yang terbentuk dikomplekskan dengan 1,10-fenantrolin membentuk kompleks berwarna jingga yang stabil pada kondisi asam dengan penambahan buffer asetat pH 4,5 dengan pelarut aseton. Campuran kemudian diencerkan dengan aqua DM hingga volume 10 ml, dikocok dan didiamkan selama 5 menit. Selanjutnya kompleks besi diukur absorbansinya pada rentang panjang gelombang 400-600 nm untuk menentukan panjang

gelombang maksimumnya. Prosedur yang sama juga dilakukan untuk pembuatan kurva kalibrasi dengan variasi konsentrasi 1-5 ppm dan studi gangguan ion merkuri(II) 100 ppm dengan variasi volume 0,001-0,006 ml. Masing-masing prosedur diulangi sebanyak tiga kali pengukuran (*triplo*).

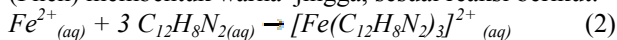
III. HASIL DAN ANALISA

A. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

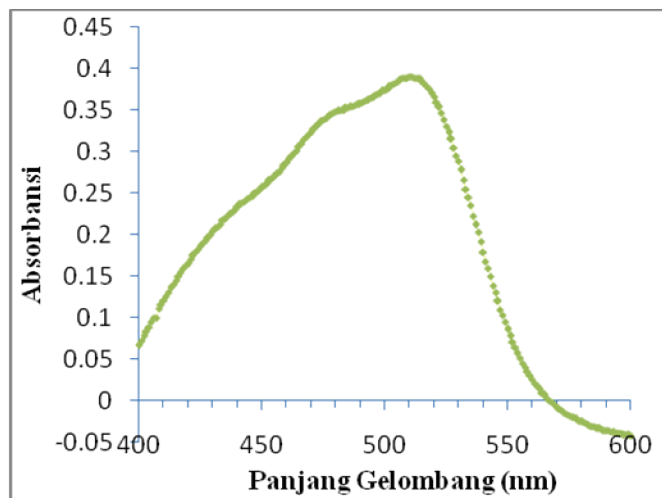
Panjang gelombang maksimum kompleks trisfenantrolin besi(II) ditentukan secara spektrofotometri uvi-sinar tampak pada rentang panjang gelombang antara 400-600 nm. Kompleks ini menghasilkan warna jingga[4]. Penentuan panjang gelombang maksimum kompleks besi(II)-phen dilakukan pada pH 4,5, yaitu pH maksimum kompleks ini dalam keadaan yang relatif stabil, untuk mempertahankan pH optimum digunakan larutan buffer asetat berfungsi untuk menjaga pH larutan. Besi(III) direduksi terlebih dahulu dengan natrium tiosulfat untuk mendapatkan Besi(II), sesuai reaksi berikut:



Kemudian besi(II) dikomplekskan dengan ligan fenantrolin (Phen) membentuk warna jingga, sesuai reaksi berikut:



Senyawa fenantrolin sangat mudah membentuk kompleks dengan logam yang mempunyai orbital kosong pada orbital d. Senyawa kompleks sangat berhubungan dengan asam dan basa lewis dimana asam lewis adalah senyawa yang bertindak sebagai akseptor pasangan elektron bebas, sedangkan basa lewis adalah senyawa yang bertindak sebagai donor pasangan elektron bebas[5]. Kurva hasil pengukuran panjang gelombang dan absorbansinya disajikan pada gambar pada Gambar 1.

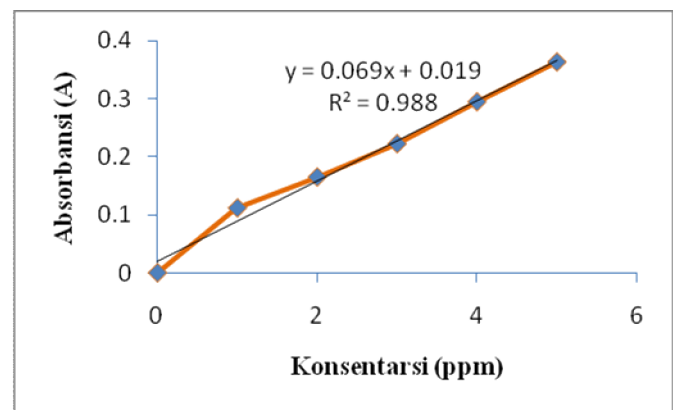


Gambar 1 Kurva penentuan panjang gelombang maksimum.

Penentuan panjang gelombang maksimum karena pada panjang gelombang maksimum memiliki sensitivitas tertinggi. Selain itu pada panjang gelombang maksimum data yang didapat juga lebih akurat sehingga dapat mengurangi terjadinya resiko kesalahan pada analisa selanjutnya.

B. Penentuan Kurva Kalibrasi

Analisa data statistik digunakan sebagai salah satu metode validasi yang berguna sebagai pembuktian untuk mengetahui keabsahan, kualitas dan kesesuaian data yang diperoleh dari proses analisis. Metode validasi untuk spektrofotometer UV-Vis menggunakan beberapa parameter seperti: linearitas, akurasi, presisi[6]. Variasi konsentrasi mempengaruhi warna kompleks yang dihasilkan, dimana semakin besar konsentrasi intensitas warna kompleks yang terlihat semakin tinggi. Terbukti bahwa larutan dengan variasi konsentrasi 5 ppm mempunyai intensitas warna lebih tinggi. Kurva kalibrasi dapat dikatakan baik apabila kurva tersebut telah memenuhi syarat, yakni konsentrasi dan absorbansi berada pada 1 garis linieritas dan memiliki regresi linear (R^2) dimana nilai tersebut dikatakan baik apabila berada pada kisaran $0,9 \leq R^2 \leq 1$ [7,8]. Kurva kalibrasi disajikan pada gambar 2.



Gambar 2 Kurva Kalibrasi

Selain uji linearitas yang digunakan, dapat juga digunakan uji-t untuk mengetahui ada atau tidak suatu korelasi (hubungan) antara absorbansi dengan konsentrasi[9,10].

Dari grafik diatas didapatkan nilai dari regresi linear (r^2) sebesar 0,988 nilai ini kurang dari satu (1) dan lebih besar dari 0,9. Sedangkan nilai koefisien korelasi (r) hitung diperoleh sebesar $r = 0,994$ dengan nilai $r^2 = 0,988$. Nilai-nilai yang telah didapat, kemudian dibandingkan dengan nilai t hitung, dengan nilai t pada nilai sebaran t tabel. Uji-t dikatakan mempunyai korelasi jika nilai t hitung lebih besar dari pada t tabel yang hasilnya dapat dilihat pada Lampiran F Pada t tabel, nilai derajat kebebasan 4 dengan selang kepercayaan 95% didapatkan nilai t sebesar 2,78 dan nilai t hitung adalah sebesar 18,15 lebih besar daripada t tabel sehingga H_0 ditolak dan nilai H_1 diterima. Hal ini berarti bahwa terdapat korelasi antara konsentrasi dan absorbansi.

C. Pengaruh Ion Mercury pada Analisa Kompleks Besi(II)-Fenantrolin dengan Metode Spektroskopi UV-Vis

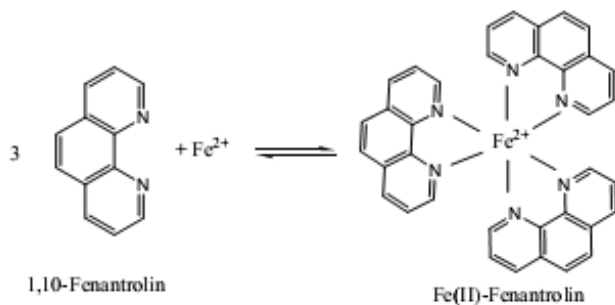
Pengujian dimulai dengan cara mencampurkan sebanyak 0,5 mL larutan Fe(III) 100 ppm dengan 1,1 mL $Na_2S_2O_3$ 100 ppm untuk mereduksi Fe(III) menjadi Fe(II). Kemudian ditambahkan 1,5 ml fenantrolin. Lalu ditambahkan variasi larutan Hg(II) 100 ppm sebagai ion pengganggu, yaitu 0,00-0,07 ppm; 1,5 mL larutan buffer asetat 4,5; 5 mL aseton.

Semua larutan tersebut dicampurkan dalam labu ukur 10 mL kemudian ditambahkan aqua DM hingga tanda batas. Dikocok dan didiamkan selama 15-20 menit. Kemudian dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Absorbansi yang dihasilkan antara A1, A2 dan A3 menggunakan larutan yang berbeda.

Tabel 1.
Data Absorbansi setelah penambahan ion Hg(II)

Konsentrasi Hg(ppm)	A ₁	A ₂	A ₃	A _{rata-rata}
0,00	0,754	0,753	0,758	0,755000
0,05	0,647	0,643	0,649	0,646333
0,06	0,603	0,606	0,610	0,606333
0,07	0,557	0,557	0,557	0,557000
0,08	0,548	0,547	0,545	0,546667
0,09	0,508	0,507	0,510	0,508333
0,10	0,430	0,433	0,429	0,430667

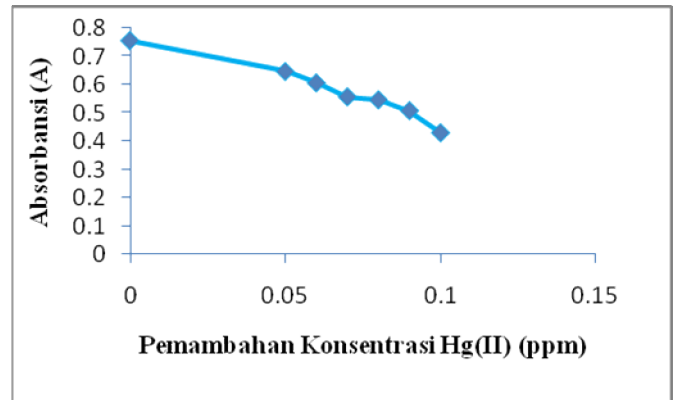
Tabel 1. memperlihatkan bahwa ada penurunan nilai absorbansi karena penambahan ion Hg(II). Pembentukan senyawa kompleks koordinasi terjadi karena adanya perpindahan satu atau lebih pasangan elektron dari ligan ke ion logam. Ligan bertindak sebagai ion pemberi elektron dan ion logam sebagai penerima elektron[5]. Fenantrolin sendiri merupakan ligan bidentat (bergigi dua) yang akan menempati ruang kosong pada orbital d dari besi sehingga dapat mengubah warna larutan menjadi merah-jingga dan struktur kompleks Fe(II)-fenantrolin juga dapat diramalkan setelah diketahui hasil reaksi dan hibridisasinya, dimana Fe(II) sebagai atom pusat dengan dikelilingi 1,10-fenantrolin sebagai



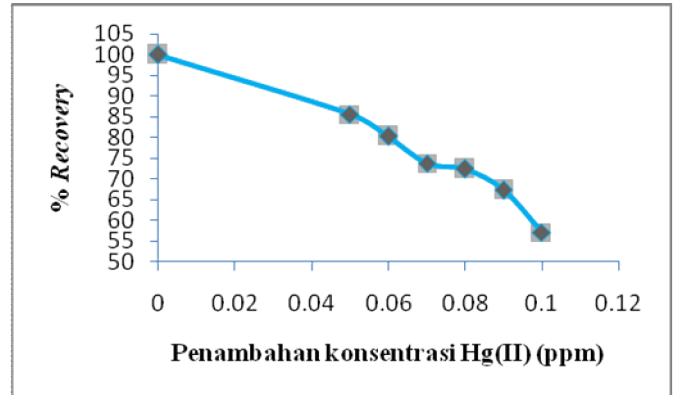
Gambar 3 Pembentukan Kompleks Besi(II)-Fenantrolin

ligannya sebanyak 3. Gambar 3 memperlihatkan struktur kompleks besi(II)-fenantrolin.

Untuk memperjelas kemungkinan ion Hg(II) mulai mengganggu kompleks Fe(II)-fenantrolin yang ada, dilakukan perhitungan konsentrasi Fe(II) terukur, persen(%) recovery, Relative Standar Deviasion (RSD), dan Coefisien Variasi (CV) [10]. yang disajikan pada Gambar 4. dan 5.



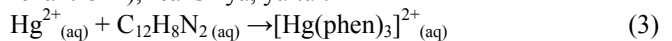
Gambar 4 Kurva absorbansi pengaruh penambahan ion Hg(II)



Gambar 5 Kurva %recovery setelah penambahan ion Hg(II)

Dari Gambar 4 dan 5. terlihat jelas bahwa ion Hg(II) dikatakan mulai mengganggu kompleks besi(II)-fenantrolin setelah penambahan ion Hg(II) dengan meningkatnya jumlah konsentrasi ion Hg(II) (dalam satuan ppm) yang ditambahkan ke dalam kompleks besi(II)-fenantrolin, dengan nilai persen(%) recovery sebesar 73,77%, RSD dan CV sama dengan nol secara berturut-turut dan konsentrasi Fe(II) terukur sebesar 3,689 dari konsentrasi mula-mula sebesar 5 ppm. Gambar 3.4 memperlihatkan bahwa nilai absorbansinya terus menurun seperti yang tertera pada Tabel . 1

Adanya ion Hg(II) dalam larutan menyebabkan terjadinya kompetisi reaksi antara ion Hg(II) dengan Fe²⁺ untuk membentuk senyawa dengan 1,10-fenantrolin. Berdasarkan kurva, ion Hg²⁺ mulai mengganggu pada konsentrasi 0,057 ppm. Ikatan yang terjadi antara merkuri dengan 1,10-fenantrolin adalah ikatan ionik karena terjadi serah terima elektron antara logam merkuri dengan non-logam (1,10-fenantrolin), reaksinya, yaitu :



Adanya daya desak unsur Hg²⁺ yang menyebabkan terjadinya penurunan nilai absorbansi pada kompleks Fe(II)-fenantrolin akibat adanya pergantian Fe²⁺ dengan Hg²⁺ sehingga Fe(II) yang terkomplekskan makin berkurang. Pengurangan Fe(II) yang terkomplekskan disebut mengganggu apabila nilai % recovery < 80%. Hal tersebut terjadi pada saat penambahan ion Hg²⁺ sebesar 0,07 ppm seperti pada Gambar 3.4 dimana pada konsentrasi 0,07 ppm ion Hg²⁺ yang

ditambahkan mempunyai nilai % *recovery* sebesar 73,77%. Hasil persen *recovery* yang diijinkan untuk cuplikan bebatuan yaitu pada kisaran sebesar 80% - 120%. Selain prosentase *recovery*, syarat satu metode analitik dapat dikatakan mempunyai presisi yang bagus apabila mempunyai harga RSD < 20 ppt atau CV < 2%[11].

cara Spektrofotometer Serapan Atom, Balai Penelitian Veteriner, Fakultas Farmasi, Universitas Pancasila, Jakarta

- [11] Mulya, M., (1998), *Validasi Metode Analisa Instrument*, Laboratorium Farmasi, fakultas Farmasi, Universitas Airlangga, Surabaya

IV. KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan bahwa analisa besi menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis dengan pengompleks 1,10-fenantrolin mempunyai absorbansi maksimum pada 510 nm. Adanya ion Hg(II) menyebabkan terjadinya penurunan absorbansi kompleks Besi(II)-fenantrolin. Ion Hg(II) mulai mengganggu pada konsentrasi 0,07 ppm dengan nilai persen (%) *recovery* sebesar 73,77 %.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Dinararum, (2013), *Studi Gangguan Krom (III) pada Analisa Besi dengan Pengompleks 1,10-fenantrolin pada pH 4,5 secara Spektrofotometri UV-Tampak*, Tugas Akhir, Jurusan Kimia, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya. Hal 25-26
- [2] Dianawati (2013), *Studi Gangguan Ag(I) dalam Analisa Besi dengan Pengompleks 1,10-Fenantrolin pada pH 4,5 secara Spektrofotometri UV-Vis*, Tugas Akhir, Jurusan Kimia, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya
- [3] Kuswanto, (2001), *Perbandingan Pereaksi Pengompleks Kalium Thiosianat (KSCN) dan 1,1- Fenantrolin pada Penentuan Kadar Besi (Fe) Total dalam Biji Gandum (Triticum Sativum) secara Spektrofotometri UVVis*, Tugas Akhir, Jurusan Kimia, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya
- [4] Hidayati, N., (2010), *Penentuan Panjang Gelombang, Kurva Kalibrasi dan Uji Presisi Terhadap Senyawa Kompleks Fe(II)-fenantrolin*, Mulawarman Scientific, Vol. 9, No. 2
- [5] Rivai, H., (1995). *Asas Pemeriksaan Kimia*. UI-Press: Jakarta
- [6] Behera, Siladitya., Ghanty, Subhajit., Ahmad,Fahad., Santra, Saayak., and Banerjee, Sritoma., (2012), *UV-Visible Spectrophotometric Method Development and Validation of Assay of Paracetamol Tablet Formulation*, Journal of Analytical and Bioanalytical Techniques, Vol. 3 p. 1-6
- [7] Wardani, L.A., (2012), *Validasi Metode Analisis dan Penentuan Kadar Vitamin C pada Minuman Buah Kemasan dengan Spektrofotometri UV-Vis*, FMIPA-UI: Jakarta
- [8] Underwood, A.L., (2002), *Analisa Kimia Kuantitatif*, edisi keempat, Erlangga, Jakarta
- [9] Harmita, (2004), *Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya*, Vol. 1, No. 3, Departemen Farmasi FMIPA UI, Jakarta
- [10] Arifin dkk., (2006), *Validasi Metode Analisis Logam copper (Cu) dan Plumbum (Pb) dalam jagung Dengan*