

Pengaruh Penambahan Ion Sb^{3+} dalam Analisis Besi dengan Agen Pengompleks 1,10-fenantrolin pada pH 4,5 Menggunakan Metode Spektrofotometri UV-Vis

A. A. Ngr. Jana Kesawa dan R. Djarot Sugiarto K. S.
Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)
Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111 Indonesia
e-mail: djarot@chem.its.ac.id

Abstrak—Analisa pengaruh penambahan ion Sb^{3+} ke dalam kompleks Fe(II)-fenantrolin dalam pH 4,5 dilakukan dengan metode spektrofotometri UV-Vis. Metode diawali dengan pengukuran panjang gelombang maksimum yang diikuti dengan pembuatan kurva kalibrasi. Nilai panjang gelombang maksimum dicapai pada 508 nm, dan kurva kalibrasi diperoleh dengan persamaan garis $y = 0,1545x + 0,0051$ dengan $R^2 = 0,9962$. Pengaruh gangguan dari ion Sb^{3+} dilakukan dengan mengukur absorbansi kompleks Fe(II)-fenantrolin yang ditambahkan ion Sb^{3+} . Absorbansi terukur digunakan untuk mendapatkan nilai persentase *recovery*. Didapatkan bahwa pada penambahan sebesar 0.05 ppm, ion Sb^{3+} mulai mengganggu analisis Fe(II)-fenantrolin dengan persentase *recovery* sebesar 75,54%.

Kata Kunci—Fe(II)-fenantrolin; ion Sb^{3+} ; pengaruh gangguan; persentase *recovery*; spektrofotometri UV-Vis.

I. PENDAHULUAN

Besi merupakan salah satu logam yang termasuk dalam logam transisi. Di kerak bumi, logam yang memiliki simbol Fe ini merupakan logam dengan kelimpahan yang tertinggi diantara logam berat yang lain, yaitu sebanyak 4,7% [8]. Dalam hal reaksi kimia, bilangan oksidasi +2 dan +3 merupakan keadaan oksidasi yang paling umum dijumpai dari besi. Oleh karena itu, untuk meneliti kadar besi pada suatu cuplikan digunakan metode yang dapat mendeteksi ion Fe^{2+} dan Fe^{3+} . Kedua keadaan oksidasi tersebut juga dapat membentuk senyawa kompleks dengan agen-agen pengkompleks yang tidak sedikit jumlahnya.

Senyawa koordinasi, dalam kimia anorganik, adalah senyawa yang memiliki atom logam atau ion logam sebagai atom pusatnya, yang dikelilingi oleh satu atau lebih ligan (yang dapat berupa atom, ion, atau molekul) yang berperan sebagai donor pasangan elektron terhadap logam [6]. Senyawa kompleks biasanya terdiri dari ion kompleks, yang terbentuk dari ion logam transisi dengan ligan yang berikatan dengannya dan memiliki muatan sendiri, serta *counter ion*, yaitu ion yang memiliki muatan berlawanan dengan ion kompleks [8].

Salah satu agen pengkompleks yang digunakan dengan besi sebagai pusatnya adalah 1,10-fenantrolin, untuk membentuk Fe(II)-fenantrolin. Senyawa ini dibuat dengan bantuan pereduksi hidrosilamin hidroklorida untuk mereduksi Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} . Pembentukan kompleks Fe(II) fenantrolin bisa terjadi pada rentang pH

2 sampai dengan 9, namun pH optimum untuk pembentukan kompleks ini adalah 4,5 [3].

Analisis kadar besi dengan menggunakan pengompleks fenantrolin dapat diganggu oleh keberadaan beberapa ion logam dalam cuplikan. Akibatnya terjadi penurunan nilai absorbansi dari cuplikan dan menurunnya persen *recovery* dari senyawa yang dianalisis. Beberapa penelitian sebelumnya ([1][2][5][7]) mengemukakan bahwa logam-logam pengganggu tersebut membutuhkan konsentrasi yang berbeda-beda untuk dapat mengganggu analisis Fe(II) fenantrolin melalui spektrofotometri UV-Vis. Selain ion-ion logam dari golongan transisi, ion-ion golongan alkali juga dapat mengganggu analisis Fe(II) fenantrolin ini, karena ion-ion golongan alkali ini dapat membentuk kompleks dengan agen pengompleks namun tidak begitu stabil, sehingga bisa dimanfaatkan sebagai ion pengganggu[3][4].

Berdasarkan keterangan di atas, bisa dikatakan bahwa ion-ion yang dapat membentuk kompleks dengan 1,10-fenantrolin berpotensi mengganggu analisis besi dalam kompleks Fe(II)-fenantrolin.

Pemilihan ion antimon dilakukan karena ion antimon memiliki kesamaan dengan ion-ion logam transisi, yaitu memiliki bilangan oksidasi positif yang lebih dari satu. Dalam hal ini, antimon memiliki bilangan oksidasi +3 dan +5, sehingga diperkirakan ion Sb^{3+} dapat bereaksi membentuk kompleks dengan 1,10-fenantrolin yang berakibat terganggunya proses pengukuran besi dalam cuplikan yang akan dianalisis.

Hal ini mendorong dilakukannya penelitian tentang pengaruh penambahan ion Sb^{3+} dalam analisis senyawa kompleks Fe(II) fenantrolin dengan metode spektroskopi UV-Vis untuk mengetahui seberapa banyak konsentrasi ion Sb^{3+} yang mulai mengganggu proses analisis, dengan pH optimum sebesar 4,5.

II. URAIAN PENELITIAN

A. Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam meliputi spatula, gelas beaker, labu ukur 10 mL, 50 mL, dan 100 mL, kuvet, neraca analitik, pH meter, dan spektrofotometer UV-Vis. Bahan-bahan yang digunakan meliputi $FeCl_3 \cdot 6H_2O$; pengompleks 1,10-fenantrolin; $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$; aseton; CH_3COONa dan CH_3COOH ; $SbCl_3$; dan aqua DM.

B. Pembuatan Larutan Standar

Larutan standar dibuat dengan menimbang sejumlah bahan setara dengan 100 ppm, dilarutkan dalam gelas beaker sebelum dimasukkan ke labu ukur 100 mL dan diencerkan hingga tanda batas.

Untuk pembuatan larutan standar 1,10-fenantrolin, campuran bahan yang dilarutkan dalam gelas beaker dipanaskan terlebih dahulu dengan suhu 70°C dan diaduk, kemudian dimasukkan ke labu ukur 100 mL dan diencerkan hingga batas.

Pembuatan larutan buffer asetat pH 4,5 dilakukan dengan pelarutan garam natrium asetat dengan aqua DM dalam gelas beaker, kemudian ditambahkan asam asetat glasial sebelum dimasukkan ke labu ukur 50 mL dan diencerkan hingga batas.

C. Prosedur Analisa Pendahuluan

Analisa pendahuluan diawali dengan pengukuran panjang gelombang maksimum dari kompleks Fe(II)-fenantrolin dan pembuatan kurva kalibrasinya, lalu diikuti dengan pengukuran panjang gelombang maksimum dari Sb(III)-fenantrolin, beserta kurva kalibrasinya.

Larutan standar Fe^{3+} diambil sebanyak 0,5 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, dan dicampurkan dengan 1,1 mL larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ sebagai agen pereduksi. Kemudian ditambahkan 1,5 mL larutan 1,10-fenantrolin, 1,5 mL buffer asetat pH 4,5, dan 5 mL aseton. Diencerkan hingga tanda batas, dikocok dan didiamkan 30 menit. Campuran diambil secukupnya, dimasukkan ke dalam kuvet, dan diukur dengan rentang panjang gelombang 480 hingga 550 nm, dilakukan sebanyak tiga kali.

Metode pengukuran panjang gelombang maksimum untuk Sb(III)-fenantrolin sama dengan Fe(II)-fenantrolin, yang membedakan adalah digunakannya larutan Sb^{3+} dan tidak diberikan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ saat pencampuran.

Penentuan kurva kalibrasi memerlukan lima campuran dengan volume berbeda. Metode pembuatan campuran sama dengan pembuatan campuran saat pengukuran panjang gelombang maksimum. Variasi volume yang digunakan adalah 0,1 mL; 0,2 mL; 0,3 mL; 0,4 mL; 0,5 mL. Hal ini dilakukan untuk Fe(II)-fenantrolin dan Sb(III)-fenantrolin, masing-masing tiga kali percobaan.

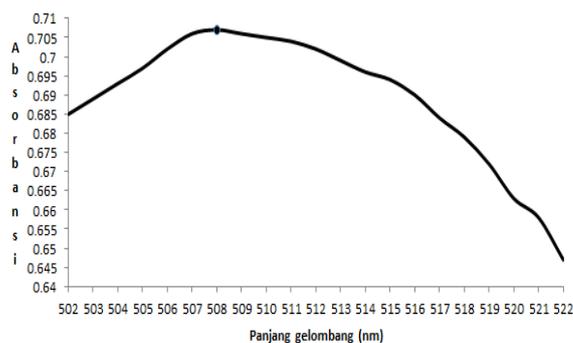
Setiap prosedur didasarkan pada campuran blanko yang dibuat tanpa memasukkan larutan standar Fe^{3+} maupun larutan standar Sb^{3+} . Kurva kalibrasi dibuat dengan sumbu x sebagai konsentrasi ion yang digunakan dan sumbu y sebagai absorbansi.

D. Prosedur Pengujian

Larutan standar Fe^{3+} diambil 0,2 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL. Ke dalamnya ditambahkan 1,1 mL larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, lalu ditambahkan larutan Sb^{3+} dengan volume tertentu. Kemudian campuran ditambahkan 1,5 mL larutan 1,10-fenantrolin, 1,5 mL larutan buffer asetat pH 4,5 5 mL aseton, dan diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas.

Campuran yang terbentuk dikocok dan didamkan 30 menit. Diambil secukupnya lalu diukur absorbansinya dengan panjang gelombang maksimum dari Fe(II)-fenantrolin yang telah ditentukan sebelumnya. Prosedur

ini diulangi tiga kali untuk masing-masing sampel yang diuji. Variasi volume Sb^{3+} yang ditambahkan adalah 0,01 mL; 0,02 mL; 0,03 mL; 0,04 mL; 0,05 mL; dan 0,06 mL.



Gambar 1. Grafik panjang gelombang maksimum dari Fe(II)-fenantrolin pada rentang panjang gelombang 502 ~ 522. Panjang gelombang maksimum ditandai dengan titik.

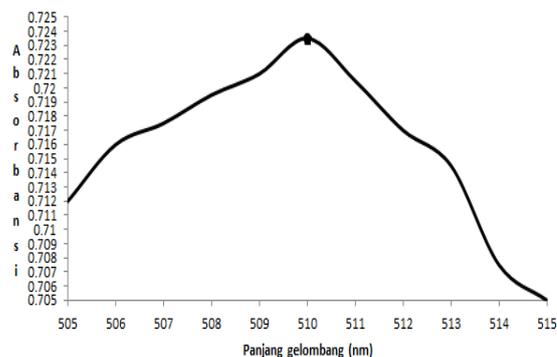
III. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

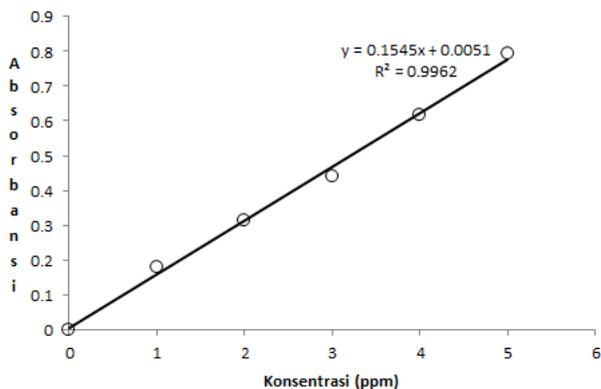
Penentuan panjang gelombang maksimum dari kompleks Fe(II)-fenantrolin dan Sb(III)-fenantrolin merupakan pengukuran awal yang dilakukan dalam penelitian ini, Panjang gelombang maksimum ditentukan dari absorbansi maksimum dari kompleks pada rentang panjang gelombang tertentu, dan akan digunakan untuk pengukuran-pengukuran selanjutnya. Pengukuran dilakukan dengan instrumen spektrofotometer UV-Vis.

Panjang gelombang yang digunakan untuk pengukuran memiliki rentang 480 nm hingga 550 nm, dengan interval 5 nm. Pada pengukuran ini, teramati panjang gelombang maksimum dari Fe(II)-fenantrolin terdapat pada panjang gelombang 510 nm. Namun, karena interval 5 nm dirasa masih cukup besar, dilakukan lagi pengukuran panjang gelombang, kali ini dengan rentang 502 nm hingga 522 nm dengan interval 1 nm. Pada pengukuran kedua ini, diperoleh nilai panjang gelombang maksimum yang baru yaitu 508 nm, dimana nilai absorbansi merupakan yang tertinggi (Gambar 1).

Sementara itu, penentuan panjang gelombang maksimum dari kompleks Sb(III)-fenantrolin dilakukan untuk mengetahui penyebab ion Sb^{3+} dapat mengganggu kompleks Fe(II)-fenantrolin. Metode penentuan panjang gelombang yang digunakan sama dengan metode untuk kompleks Fe(II)-fenantrolin.



Gambar 2. Grafik panjang gelombang maksimum dari Fe(II)-fenantrolin pada rentang panjang gelombang 505 ~ 515. Panjang gelombang maksimum ditandai dengan titik.



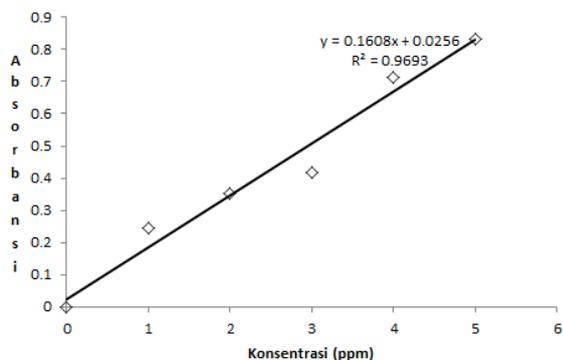
Gambar 3. Kurva kalibrasi kompleks Fe(II)-fenantrolin

Interval panjang gelombang untuk pengukuran pertama adalah 480 nm hingga 550 nm dengan interval 5 nm, dan diperoleh hasil berupa panjang gelombang maksimum pada nilai 510 nm. Dilakukan lagi pengukuran dengan rentang yang lebih sempit yaitu 505 ~ 515 nm dengan interval 1 nm, dan diperoleh bahwa panjang gelombang maksimum tetap pada nilai 510 nm (Gambar 2).

Berdasarkan hal ini, dapat dikatakan ion Sb^{3+} dapat mengganggu analisa kompleks Fe(II)-fenantrolin karena Sb(III)-fenantrolin menghasilkan tingkat absorbansi tertinggi pada panjang gelombang maksimum 510 nm yang dekat dengan panjang gelombang maksimum dari Fe(II)-fenantrolin, yaitu 508 nm. Hal ini memungkinkan terjadinya kompetisi antara ion Sb^{3+} dan ion Fe^{2+} terhadap agen pengompleks 1,10-fenantrolin.

B. Kurva Kalibrasi

Kurva kalibrasi ditentukan dengan pengukuran lima konsentrasi Fe^{2+} atau Sb^{3+} yang berbeda, yaitu 1 ppm, 2 ppm, 3 ppm, 4 ppm, dan 5 ppm. Pengukuran pada spektrofotometer UV-Vis menggunakan panjang gelombang maksimum yang telah ditentukan sebelumnya, yaitu 508 nm untuk Fe(II)-fenantrolin dan 510 nm untuk Sb(III)-fenantrolin. Pengukuran dilakukan dengan pembandingan blanko yang telah dijabarkan sebelumnya.



Gambar 4. Kurva kalibrasi Sb(III)-fenantrolin

Nilai absorbansi yang diperoleh digunakan untuk membuat grafik dengan konsentrasi Fe^{2+} atau Sb^{3+} sebagai sumbu x dan absorbansi sebagai sumbu y.

Pada grafik tersebut, dihasilkan persamaan garis linier $y = 0,1545x + 0,0051$, dengan nilai $R^2 = 0,9962$ untuk Fe(II)-fenantrolin. Syarat kurva kalibrasi dinyatakan baik adalah nilai R^2 yang berada dalam rentang $0,9 \geq R^2 \leq 1$, artinya nilai konsentrasi-absorbansi membentuk satu garis yang linier (Gambar 3). Sementara untuk Sb(III)-

fenantrolin, diperoleh persamaan garis linier $y = 0,1608x + 0,0256$ dengan $R^2 = 0,9693$ (Gambar 4).

TABEL 1. NILAI ABSORBANSI LARUTAN SETELAH PENAMBAHAN Sb^{3+}

$[Sb^{3+}]$	A1	A2	A3	A4	$A^{rata-rata}$
0	0.315	0.315	0.315	0.315	0.315
0.01	0.294	0.293	0.294	0.294	0.2938
0.02	0.297	0.295	0.29	0.294	0.294
0.03	0.285	0.281	0.284	0.282	0.283
0.04	0.279	0.278	0.277	0.279	0.2782
0.05	0.241	0.238	0.24	0.238	0.2392
0.06	0.227	0.23	0.229	0.228	0.2285

C. Pengaruh Ion Sb^{3+} terhadap Kompleks Fe(II)-fenantrolin pada pH 4,5

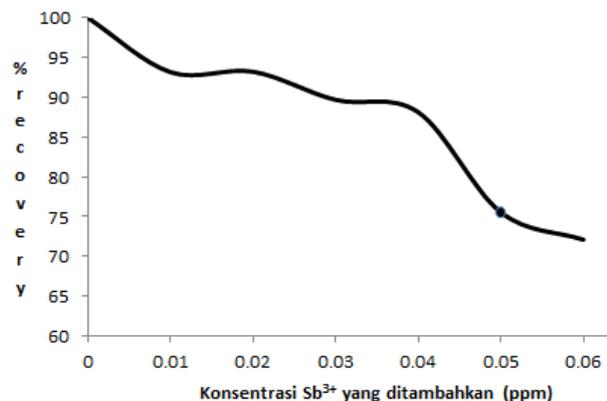
Ion yang dipilih sebagai ion pengganggu merupakan ion yang memiliki kecenderungan untuk bereaksi dengan kompleks atau dengan reagen pengompleks 1,10-fenantrolin dan menghasilkan panjang gelombang maksimum di dekat panjang gelombang maksimum Fe(II)-fenantrolin sehingga memicu terjadinya kompetisi pembentukan ion kompleks.

Antimon merupakan unsur yang termasuk anggota golongan VA, dan termasuk unsur metaloid, yaitu unsur yang memiliki sifat logam dan non-logam. Ion antimon dengan valensi tiga (Sb^{3+}) dipilih sebagai ion yang diperkirakan dapat mengganggu analisis besi dari kompleks Fe(II)-fenantrolin.

TABEL 2. DATA PERHITUNGAN $[Fe^{2+}]$ TERUKUR, % RECOVERY, RSD, & CV

$[Sb^{2+}]$ (ppm)	A	$[Fe^{2+}]$ terukur (ppm)	% recovery	RSD	CV
0	0.315	2.0058	100	0	0
0.01	0.2938	1.8686	93.1591	0.1713	0.0017
0.02	0.294	1.8699	93.2236	1.0013	0.0100
0.03	0.283	1.7987	89.6741	0.6451	0.0065
0.04	0.2782	1.7676	88.1252	0.3448	0.0034
0.05	0.2392	1.5152	75.5405	0.6276	0.0063
0.06	0.2285	1.4460	72.0878	0.5650	0.0056

Konsentrasi ion Fe^{2+} yang digunakan adalah 2 ppm, sementara konsentrasi ion Sb^{3+} yang ditambahkan bervariasi dari 0,01 ppm hingga 0,06 ppm. Pengukuran dengan spektrofotometer UV-Vis dilakukan dengan panjang gelombang 508 nm yang telah ditentukan sebelumnya. Data pada Tabel 1.



Gambar 5. Grafik pengaruh penambahan ion Sb^{3+} . Titik menandakan konsentrasi dimana penambahan ion Sb^{3+} mulai mengganggu.

Dari data absorbansi, dicari nilai persentase recovery dan konsentrasi ion Fe^{2+} terukur, dengan bantuan persamaan garis linier yang diperoleh pada kurva

kalibrasi, yaitu $y = 0,1545x + 0,0051$. Nilai itu kemudian digunakan untuk mencari nilai standar deviasi relatif (RSD) dan koefisien variasi (CV), yang dapat dilihat pada Tabel 2.

Hasil yang diperoleh dari perhitungan persentase *recovery* dengan bantuan kurva kalibrasi dijadikan grafik antara persentase *recovery* sebagai sumbu y dan konsentrasi ion Sb^{3+} yang ditambahkan sebagai sumbu x. Grafik dapat dilihat pada Gambar 5.

Penambahan ion Sb^{3+} ke dalam kompleks Fe(II)-fenantrolin dapat menurunkan persentase *recovery* dari Fe^{2+} , dimana nilai dari persentase *recovery* yang baik berkisar antara 80% hingga 120% untuk analisis mineral. Pada penambahan ion Sb^{3+} dengan konsentrasi 0,05 ppm, diperoleh persentase *recovery* yang sebesar 75,54%, sehingga dapat disimpulkan bahwa penambahan ion Sb^{3+} sebesar 0,05 ppm mulai mengganggu analisa Fe^{2+} .

IV. KESIMPULAN

Penambahan ion Sb^{3+} ke dalam kompleks besi dengan agen pengompleks 1,10-fenantrolin dapat mengganggu analisis kompleks besi(II)-fenantrolin. Ion Sb^{3+} dalam konsentrasi yang cukup akan mengurangi nilai absorbansi dari kompleks besi(II)-fenantrolin yang diukur dengan alat spektrofotometer UV-Vis.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Ketua Jurusan Kimia FMIPA ITS atas fasilitas yang telah disediakan demi kelancaran penelitian ini. Penulis juga berterima kasih kepada pihak-pihak yang telah membantu selama penelitian berlangsung.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Anggraeny, D. 2005. Pengaruh Cu(II) dalam Penentuan Fe pada pH 3,5 dan 8,0 dengan Pengompleks orto-Fenantrolin secara Spektrofotometer UV-Vis. Skripsi: Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- [2] Anwar, A. P. 2009. Studi Gangguan Co pada Analisa Besi dengan Pengompleks 1,10- Fenantrolin pada pH 4,5 secara Spektrofotometri UV-Vis. Skripsi: Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- [3] Atmajadiningrum, I. 2014. Pengaruh Penambahan Ion K^+ dalam Analisis Besi(II) dengan Pengompleks 1,10- Fenantrolin pada pH 4,5 Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis. Skripsi: Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- [4] Basset, J., Denney, R. C., Jeffery, G. H., Mendham, J. 1991. *Vogel's Textbook of Quantitative Inorganic*. London: Longman Group UK Limited.
- [5] Dinararum, R. R. 2013. Studi Gangguan Krom(III) pada Analisa Besi dengan Pengompleks 1,10- Fenantrolin pada pH 4,5 secara Spektrofotometri UV-Tampak. Skripsi: Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- [6] Miessler, G. L. dan Tarr, D. A. 2003. *Inorganic Chemistry*, 3rd Edition. Prentice Hall.
- [7] Pritasari, A. A. 2010. Studi Gangguan Mn pada Analisa Besi Menggunakan Pengompleks 1,10- Fenantrolin pada pH 4,5 dan 8,0 secara Spektrofotometri UV-Vis. Skripsi: Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- [8] Zumdahl, S. S. 1997. *Chemistry*, 4th Edition. New York: Houghton Mifflin Company.