

Studi Gangguan Krom (III) pada Analisa Besi dengan Pengompleks 1,10-fenantrolin pada pH 4,5 secara Spektrofotometri UV-Tampak

Retno Rahayu Dinararum 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—Pada penelitian ini telah dilakukan studi gangguan ion Krom (III) terhadap analisa besi dengan pengompleks 1,10-fenantrolin pada pH 4,5 secara spektrofotometri UV-tampak. Penelitian dilakukan dengan mereduksi Besi (III) menjadi Besi (II), kemudian dikomplekskan dengan 1,10-fenantrolin. Kompleks diukur panjang gelombang maksimumnya menggunakan spektrofotometer UV-tampak, selanjutnya dibuat kurva kalibrasi, dan diuji pengaruh ion Krom (III) terhadap analisa besi. Hasil menunjukkan bahwa ion Krom (III) mulai mengganggu analisa besi pada konsentrasi 0,08 ppm dengan persen (%) recovery sebesar 94,34% dengan RSD 2,94 ppt dan CV 0,29%.

Kata Kunci—Besi; Spektrofotometer UV-tampak; Natrium Tiosulfat; 1,10-Fenantrolin.

I. PENDAHULUAN

BESI merupakan logam dengan kelimpahan terbanyak kedua setelah aluminium pada kulit bumi dan ditemukan dalam bentuk divalen dan trivalen dimana dalam bentuk divalent berperan sebagai mikronutrisi esensial. Penentuan besi dapat menggunakan berbagai metode, seperti spektrofotometri serapan atom, metode *flow injection*, dan fluorometri, namun yang banyak digunakan pada penentuan besi adalah spektrofotometri UV-tampak [1] karena akurasi yang baik, cepat, dan mudah..

Begitu juga reagen yang diusulkan sebagai pengompleks besi. Selama dua dekade lebih dari 50 reagen telah diusulkan, seperti 1,10-fenantrolin, bathofenantrolin sulfonat, ferrozine, tiosianat-benziltriethylammonium, azid-tetrahidrofuran, dan 2,4,6-tri(2'-piridil)-1,3,5-triazin [2]. Dari beberapa jenis reagen tersebut yang paling banyak digunakan adalah 1,10-fenantrolin karena kompleks Besi (II)-fenantrolin dapat membentuk kompleks kompleks dengan warna yang stabil dalam waktu yang lama [3].

Pengujian kompleks Besi (II)-fenantrolin menggunakan spektrofotometer UV-tampak dilakukan dengan mereduksi Besi (III) menjadi Besi (II) menggunakan pereduksi natrium tiosulfat sebelum dikomplekskan dengan 1,10-fenantrolin. Pada penelitian sebelumnya, besi direduksi dengan menggunakan hidrosilamin hidroklorida, namun reagen tersebut memiliki beberapa kekurangan, diantaranya dalam penggunaannya dibutuhkan konsentrasi yang besar dan adanya perlakuan khusus sehingga dicari reagen lain yang

lebih efektif [2]. Reagen pereduksi yang baik digunakan untuk mereduksi Besi (III) ke Besi (II) adalah natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$). karena merupakan pereduksi kuat untuk senyawa besi dan bahannya mudah didapat. Pada tahun 2011, dilakukan uji perbandingan pereduksi natrium tiosulfat dengan kalium oksalat dalam analisa besi secara spektrofotometer UV-tampak. Dari penelitian tersebut diketahui bahwa besi yang tereduksi menggunakan pereduksi natrium tiosulfat sebesar 77,95% dan ketika digunakan kalium oksalat, besi yang tereduksi sebesar 72,77%. Dari hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa natrium tiosulfat baik digunakan sebagai agen pereduksi daripada kalium oksalat [4].

Pembentukan kompleks besi dengan 1,10-fenantrolin akan menghasilkan warna merah jingga yang disebabkan oleh kation kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dalam larutan sedikit asam. Kompleks ini memiliki warna komplementer merah jingga yang terbaca pada daerah UV-tampak dalam panjang gelombang 500-600 nm dan kompleks akan stabil pada pH 2-9 [3].

Analisa besi menggunakan pengompleks 1,10-fenantrolin tidak terlepas dari gangguan analisa. Pada penelitian sebelumnya, beberapa logam transisi seperti Tembaga (II), Nikel (II), Mangan (II), dan Zink (II) telah diuji konsentrasi dimana ion-ion tersebut mulai mengganggu analisa besi. Sebagai contoh adalah ion Tembaga (II). Hasil menunjukkan bahwa 0,09 ppm ion Tembaga (II) dalam larutan yang mengandung Besi (III) 5 ppm dapat mempengaruhi hasil analisa besi dengan menaikkan absorbansi. Persen (%) recovery yang didapat adalah sebesar 109,37% [5]. Dari penelitian tersebut dikembangkan dengan menguji logam-logam transisi lain yang diperkirakan mengganggu analisa besi, dalam hal ini adalah ion Krom (III). Ion Krom (III) dioksidasi menjadi ion Krom (VI) dapat membentuk kompleks berwarna merah ungu dengan 1,5-difenilkarbazida [3]. Ion Krom (III) membentuk kompleks tidak berwarna dengan 1,10-fenantrolin.

Pengujian pengaruh ion Krom (III) dalam analisa besi secara spektrofotometer UV-tampak dengan natrium tiosulfat sebagai reagen pereduksi pada pH 4,5 dilakukan dengan menghitung konsentrasi Besi (II) yang mampu membentuk kompleks dengan 1,10-orthofenantrolin ketika ditambahkan dengan ion Krom (III) dan diukur panjang gelombangnya dengan spektrofotometer UV-tampak pada panjang gelombang

maksimum larutan kompleks Besi (II)-fenantrolin. Penelitian ini dilakukan untuk menghitung konsentrasi ion Krom (III) dengan parameter presisi dan akurasi dimana ion tersebut dapat mengganggu analisis besi dalam cuplikan berair.

II. METODOLOGI PENELITIAN

A. Pembuatan Larutan Stok Besi (III) 100 ppm (Eriko, 2007)

Larutan Besi (III) 100 ppm diperoleh dengan melarutkan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 0,0484 gram dengan aqua DM hingga volumenya 100 ml.

B. Pembuatan Larutan Stok Krom (III) 100 ppm

Larutan Krom (III) 100 ppm diperoleh dengan melarutkan $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 0,077 gram dengan aqua DM hingga volumenya 100 ml

C. Pembuatan Larutan Kerja $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm (Eriko, 2007)

Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm dibuat dengan melarutkan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 0,0157 gram dengan aqua DM hingga volumenya 100 ml.

D. Pembuatan Larutan Buffer Asetat pH 4,5 (Eriko, 2007)

Larutan buffer asetat pH 4,5 dibuat dengan melarutkan 3,97 gram CH_3COONa dengan beberapa ml aqua DM. Kemudian ditambahkan 5 ml CH_3COOH ($K_a = 1,75 \times 10^{-5}$) dan diencerkan dengan aqua DM hingga volumenya 50 ml.

E. Pembuatan Larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm (Eriko, 2007)

Larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm dibuat dengan melarutkan 1,10-Fenantrolin sebanyak 0,1 gram dengan aqua DM hingga volumenya 100 ml.

F. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Besi (II)-fenantrolin (Eriko, 2007)

Larutan standar Besi (III) sebanyak 0,5 ml dimasukkan kedalam labu ukur 10 ml, ditambahkan 1,1 ml larutan natrium tiosulfat 100 ppm, 1,5 ml larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm, 1,5 ml larutan buffer asetat pH 4,5 dan 5 ml aseton, kemudian ditambahkan aqua DM hingga volumenya 10 ml. Campuran tersebut kemudian dikocok dan didiamkan selama 5 menit. Campuran lalu diukur absorbansinya pada panjang gelombang 400-600 nm menggunakan spektrofotometer UV-tampak. Percobaan ini dilakukan tiga kali pengulangan (triplo). Kemudian dibuat kurva antara absorbansi dengan panjang gelombang. Dari kurva tersebut dapat diketahui panjang gelombang maksimum kompleks Besi (II)-fenantrolin.

G. Pembuatan Kurva Kalibrasi (Eriko, 2007)

Larutan standar Besi (III) sebanyak 0,1 ml; 0,2 ml; 0,3 ml; 0,4 ml; dan 0,5 ml dimasukkan kedalam labu ukur 10 ml. Kedalam masing-masing labu ukur ditambahkan 1,1 ml larutan natrium tiosulfat 100 ppm, 1,5 ml larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm, 1,5 ml larutan buffer asetat pH 4,5 dan 5 ml aseton, kemudian ditambahkan aqua DM hingga volumenya 10 ml. Campuran tersebut kemudian dikocok dan didiamkan selama 5 menit. Campuran lalu diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum menggunakan spektrofotometer UV-

tampak. Percobaan ini dilakukan tiga kali pengulangan (triplo). Kemudian dibuat kurva kalibrasi antara absorbansi dengan konsentrasi larutan Besi (III). Dari kurva tersebut dapat persamaan linearitasnya untuk menentukan r dan r^2 .

H. Pengaruh Ion Krom (III) Pada Analisa Besi

Larutan standar Besi (III) sebanyak 0,5 ml dimasukkan kedalam labu ukur 10 ml, kemudian ditambahkan kedalam labu yang telah berisi 0,5 ml larutan standar Besi (III) masing-masing 0,05 ml; 0,06 ml; 0,07 ml; 0,08 ml; 0,09 ml; dan 0,1 ml larutan Krom (III) 10 ppm, lalu ditambahkan 1,1 ml larutan natrium tiosulfat 100 ppm, 1,5 ml larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm, 1,5 ml larutan buffer asetat pH 4,5 dan 5 ml aseton, kemudian ditambahkan aqua DM hingga volumenya 10 ml. Campuran tersebut kemudian dikocok dan didiamkan selama 5 menit. Campuran lalu diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum menggunakan spektrofotometer UV-tampak. Percobaan ini dilakukan tiga kali pengulangan (triplo). Dari persamaan linearitas pada kurva kalibrasi, dapat diketahui persen (%) recovery besi. Kemudian dibuat kurva antara konsentrasi larutan Krom (III) dan % recovery. Dari kurva tersebut dapat diketahui pada konsentrasi berapa Krom (III) mulai mengganggu analisa besi.

I. Pembuatan Larutan Blangko

Larutan natrium tiosulfat 100 ppm sebanyak 1,1 ml dimasukkan dalam labu 10 ml, kemudian ditambahkan 1,10 fenantrolin 1000 ppm sebanyak 1,5 ml, larutan buffer asetat pH 4,5 sebanyak 1,5 ml, dan aseton sebanyak 5 ml. Lalu ditambahkan aqua DM hingga volume 10 ml.

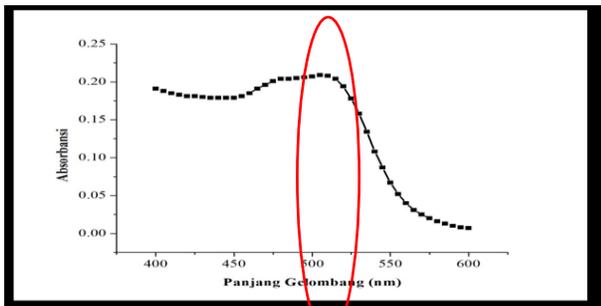
III. HASIL DAN DISKUSI

A. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Besi (II)-fenantrolin

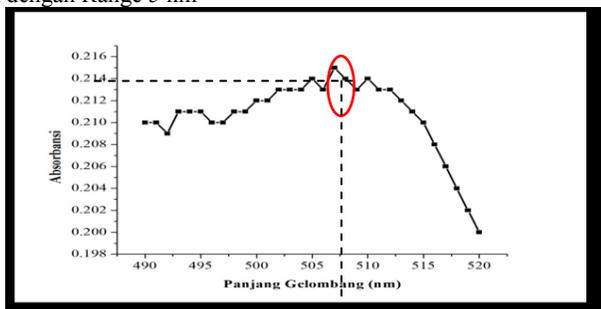
Panjang gelombang maksimum kompleks Besi (II)-fenantrolin ditentukan menggunakan Besi (III) 5 ppm yang direduksi terlebih dahulu dengan natrium tiosulfat 100 ppm sebanyak 1,1 ml. dan dikomplekskan menggunakan larutan 1,10-fenantrolin 1,5 ml. Campuran tersebut ditambahkan buffer asetat pH 4,5 yang merupakan pH optimum untuk reaksi pembentukan kompleks [6] dan ditambahkan aseton sebanyak 5 ml. Selain sebagai pelarut, aseton berfungsi untuk menjaga kestabilan kompleks, juga menambah kepolaran pelarut.

Larutan kompleks kemudian diukur panjang gelombang maksimumnya menggunakan spektrofotometer UV-tampak pada panjang gelombang 400-600 nm dengan range 5 nm. Pada pengukuran ini digunakan larutan blangko yang merupakan campuran semua bahan yang digunakan untuk larutan kompleks kecuali Besi (III). Kurva dari penentuan panjang gelombang maksimum kompleks Besi (II)-fenantrolin dapat dilihat pada Gambar 1.

Dari Gambar 1 terlihat bahwa absorbansi maksimum ditunjukkan pada daerah 490-520 nm. Untuk mengetahui pada panjang gelombang berapa absorbansi larutan kompleks Besi (II)-fenantrolin maksimum, maka range panjang gelombang



Gambar 1. Kurva Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Besi (II)-fenantrolin Pada Panjang Gelombang 400-600 nm dengan Range 5 nm

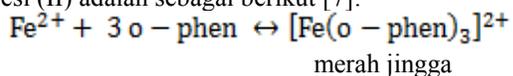


Gambar 2. Kurva Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Besi (II)-fenantrolin Pada Panjang Gelombang 490-520 nm dengan Range 1 nm

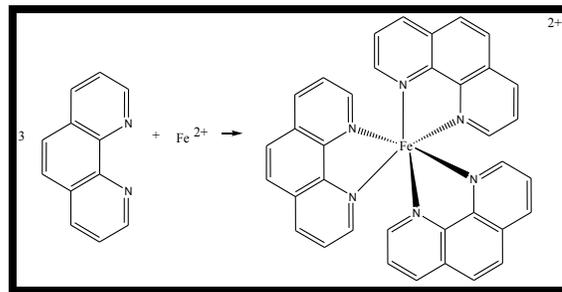
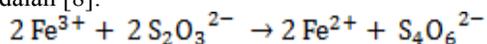
dipersempit menjadi 1 nm. Maka hasil kurva panjang gelombang maksimum dapat dilihat pada Gambar 2.

Dari Gambar 2 terlihat bahwa panjang gelombang maksimum untuk kompleks Besi (II)-fenantrolin adalah 507 nm (karena absorbansinya paling tinggi). Percobaan ini dilakukan dengan tiga kali pengulangan agar mendapat hasil dengan akurasi yang baik. 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.

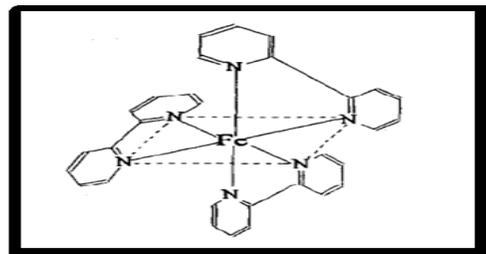
1,10-fenantrolin ($C_{12}H_8N_2$, *ortho-phenanthroline* atau *o-Phen*) merupakan komponen nitrogen heterosiklik trisiklik yang dapat bereaksi dengan berbagai jenis logam, seperti besi, untuk membuat kompleks berwarna kuat. Reaksi yang terjadi pada Besi (II) adalah sebagai berikut [7]:



o-Phen juga akan membentuk kompleks berwarna dengan Besi (III), namun spektrumnya berbeda ketika *o-Phen* direaksikan dengan Besi (II) dan warna yang dihasilkan oleh kompleks Besi (III) tidak intensif. Oleh sebab itu, reagen pereduksi ditambahkan sebelum warna kompleks Besi (III) terbentuk [7]. Pada penelitian ini digunakan natrium tiosulfat karena lebih baik digunakan dibandingkan dengan yang lain dengan persen (%) Fe yang tereduksi lebih besar. Reaksi yang terjadi adalah [8]:



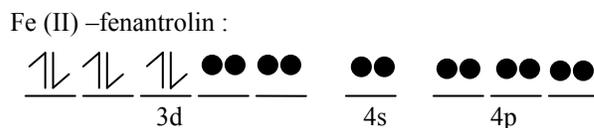
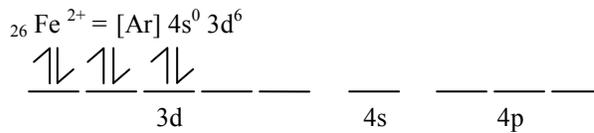
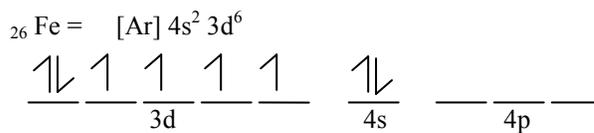
Gambar 3. Reaksi Pembentukan Kompleks Besi (II)-fenantrolin



Gambar 4. Struktur Oktahedral Senyawa Kompleks Besi (II)-fenantrolin [10]

Besi merupakan salah satu logam transisi bernomor massa 26. Dilihat dari nomor massanya dapat diketahui bahwa besi memiliki elektron yang tidak berpasangan dalam bentuk ionnya. Sedangkan *o-Phen* memiliki pasangan elektron bebas (PEB) yang terdapat pada N sebanyak dua. Berdasarkan definisi dari Rivai tahun 1995, proses pembentukan senyawa kompleks koordinasi adalah perindahan satu atau lebih pasangan elektron dari ligan ke ion logam. Jadi ligan bertindak sebagai pemberi elektron (basa Lewis) dan ion logam sebagai penerima elektron (asam Lewis) dimana pada penelitian ini ligan yang digunakan adalah *o-Phen*, dan logam yang digunakan adalah besi. Kompleks yang dihasilkan dapat dilihat pada Gambar 3 beserta hibridisasinya:

Konfigurasi elektron yang terjadi pada Fe adalah sebagai berikut:



Keterangan:
●● : merupakan pasangan elektron bebas dari ligan *o-Phen*

Dari keterangan tersebut disimpulkan bahwa hibridisasi kompleks Besi (II)-fenantrolin adalah d^2sp^3 yang bentuk

Tabel 1

Data Absorbansi Kompleks Besi (II)-fenantrolin	
Konsentrasi Besi (III) (ppm)	Absorbansi
0	0,000
1	0,037
2	0,082
3	0,125
4	0,159
5	0,215

geografinya adalah oktahedral [9]. Bentuk geografinya dapat dilihat pada Gambar 4.

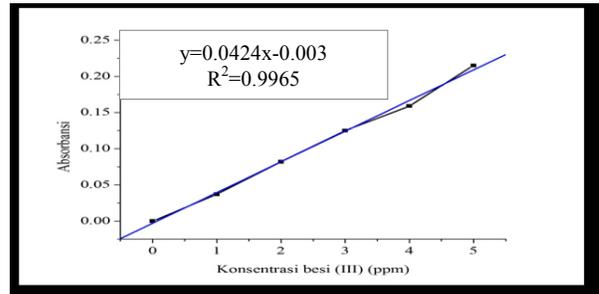
Selanjutnya dilakukan pengukuran absorbansi dengan menggunakan spektrofotometer UV-tampak pada panjang gelombang 400-600 nm berdasarkan rentang warna kompleks yang terbentuk, yaitu kuning kemerahan [11]. Dari penelitian ini didapatkan panjang gelombang maksimum sebesar 507 nm. Panjang gelombang maksimum merupakan panjang gelombang dimana terjadinya eksitasi elektronik yang memberikan absorban maksimum [12].

B. Pembuatan Kurva Kalibrasi Besi (II)-fenantrolin

Sebelum melakukan studi mengenai pengaruh Krom (III) dalam analisa besi, maka terlebih dahulu diukur serapan larutan kompleks Besi (II)-fenantrolin pada panjang gelombang 507 nm. Pembuatan kurva ini dilakukan dengan mengukur besarnya absorbansi atau serapan larutan kompleks Besi (II)-fenantrolin yang telah diketahui konsentrasinya dalam bentuk larutan standar Besi (III), yaitu 0; 1; 2; 3; 4; dan 5 ppm. Sebelum diukur, Besi (III) direduksi terlebih dahulu menjadi Besi (II) menggunakan natrium tiosulfat sebanyak 1,1 ml, lalu ditambahkan pengompleks 1,10-fenantrolin sebanyak 1,5 ml, buffer asetat pH 4,5 sebanyak 1,5 ml, aseton sebanyak 5ml, dan aqua DM hingga volume 10 ml untuk masing-masing konsentrasi Besi (III). Fungsi buffer asetat pH 4,5 sebagai reagen yang menjaga kestabilan pH, aseton sebagai pelarut sekaligus reagen untuk menambah kepolaran kompleks, dan aqua DM sebagai pelarut. Pengukuran dilakukan menggunakan spektrofotometer UV-tampak pada panjang gelombang maksimum yang telah diperoleh sebelumnya, yaitu 507 nm. Percobaan ini dilakukan dengan tiga kali pengulangan agar didapat hasil dengan akurasi yang baik. Larutan kompleks berwarna merah jingga. Semakin tinggi konsentrasi Besi (III) yang digunakan warna larutan semakin intens, begitu pula sebaliknya. Sebagai larutan blangko, digunakan seluruh bahan yang sama dan ukuran yang sama kecuali larutan standar Besi (III) yang tidak ditambahkan. Warna kompleks dapat dilihat pada Gambar 6. Data absorbansi untuk kurva kalibrasi dapat dilihat pada Tabel 1.

Dari data pada Tabel 1, selanjutnya dibuat kurva kalibrasi dimana sumbu x adalah konsentrasi Besi (III) dan sumbu y adalah absorbansi. Kurva kalibrasi ditunjukkan pada Gambar 5.

Keabsahan kurva kalibrasi pada Gambar 5 dapat diuji dengan menentukan harga koefisien korelasi (r) atau uji kelinieran yang menyatakan ukuran kesempurnaan hubungan antara konsentrasi dan absorbansi. Korelasi dinyatakan



Gambar.5. Kurva Kalibrasi Kompleks Besi (II)-fenantrolin



Gambar 6. Larutan Kompleks Besi (II)-fenantrolin yang Telah Diukur Absorbansinya dengan Konsentrasi (dari Kiri ke Kanan) 1; 2; 3; 4; dan 5 ppm

sempurna jika nilai r mendekati +1, sedangkan nilai nol menyatakan tidak ada korelasi antara dua variabel yang

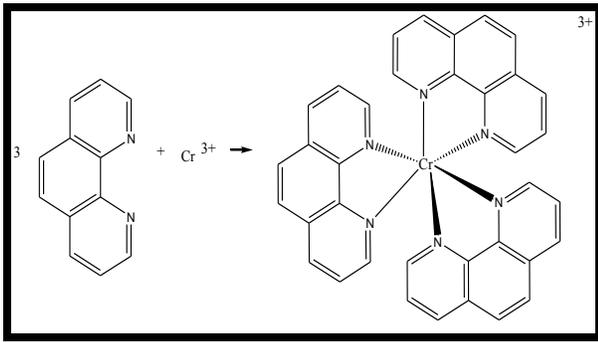
diamati, yaitu konsentrasi dan absorbansi. Berdasarkan data dan perhitungan yang telah dilakukan, didapatkan persamaan regresi linier larutan kompleks Besi (II)-fenantrolin adalah $y=0,0424-0,003$ dengan nilai koefisien korelasi (r) sebesar 0,9983. Harga koefisien korelasi tersebut mendekati +1 sehingga dapat disimpulkan bahwa nilai tersebut memiliki presisi yang baik.

Berdasarkan persamaan garis regresi kurva kalibrasi dilakukan uji keberartian (uji-t) terhadap nilai-nilai koefisien regresi dengan selang kepercayaan 95% dengan n=6 derajat kebebasan=4 (karena derajat kebebasan diperoleh dari n-2). Dari perhitungan diperoleh $t_{hitung} > t_{tabel}$, dimana t_{hitung} sebesar 33,75, sedangkan t_{tabel} sebesar 2,78. Hal ini menunjukkan bahwa ada hubungan linier yang baik antara konsentrasi larutan Besi (III) dengan absorbansinya, sehingga kurva kalibrasi ini dapat digunakan untuk menghitung konsentrasi Fe (II) dalam larutan cuplikan.

C. Pengaruh Penambahan Krom (III) Terhadap Analisa Besi

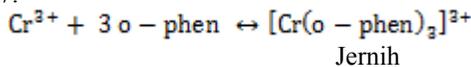
Pada analisa besi, sangat memungkinkan adanya kontaminan lain yang terdapat pada campuran. Salah satunya adalah Krom (III). Kontaminan tersebut disebut sebagai ion pengganggu. Toleransi ion pengganggu didefinisikan sebagai konsentrasi ion asing yang menyebabkan kesalahan lebih kecil dari 3% dalam penentuan analisis [2].

Krom dengan nomor massa 24 pada umumnya ditemukan dalam bentuk heksavalen dan trivalent. Dibandingkan dengan Krom (VI), Krom (III) lebih tidak bersifat toksik. Dilihat dari nomor massanya, dapat diketahui bahwa Krom memiliki

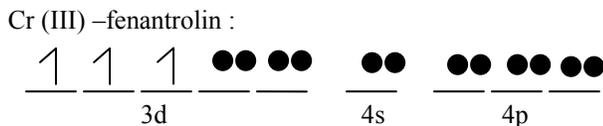
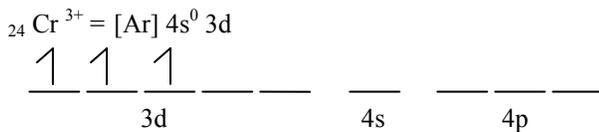
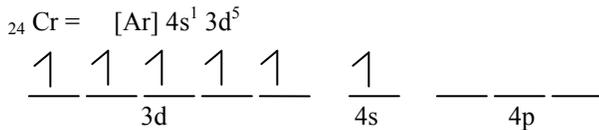


Gambar 7 Reaksi Pembentukan Kompleks Krom (III)-fenantrolin

elektron yang tidak berpasangan sehingga dapat berikatan dengan senyawa lain. Ketika ion Krom (III) dikomplekskan dengan 1,10-fenantrolin, kompleks yang dihasilkan tidak berwarna. Namun ketika ion Krom (III) ditambahkan dengan sengaja pada kompleks Besi (II)-fenantrolin, terlihat bahwa ion Krom (III) mempengaruhi jalannya reaksi. Hal ini dapat diamati dengan terjadinya penurunan intensitas warna kompleks yang terbentuk yang juga berarti menurunnya absorbansi kompleks. Reaksi yang terjadi, berikut hibridisasi, dan struktur kompleks Cr (III)-fenantrolin dapat dilihat pada Gambar 7.



Hibridisasi yang terjadi pada Krom:



Dari keterangan konfigurasi elektron diatas, dapat disimpulkan bahwa hibridisasi kompleks Krom (III)-fenantrolin adalah d^2sp^3 yang bentuk geografinya adalah oktahedral.

Krom (III) membentuk kompleks dengan warna yang sangat intens dengan reagen pengompleks difenilkarbazida (DPC) dan tidak menimbulkan warna yang signifikan terhadap 1,10-fenantrolin [13]. Oleh karena itu, ion Krom (III) sengaja ditambahkan pada analisa besi untuk mengetahui apakah ion Krom (III) mempengaruhi analisa besi dan pada konsentrasi berapa ion tersebut mulai mengganggu analisa besi, menaikkan atau menurunkan absorbansi. Dimulai dari konsentrasi 0,05 ppm, ion Krom (III) ditambahkan dalam larutan kompleks Besi (II)-fenantrolin. Larutan standar Besi (III) yang digunakan adalah 5 ppm. Bahan yang digunakan sama dengan yang digunakan pada dua pengukuran sebelumnya, yaitu

Tabel.2
Data Absorbansi Larutan Kompleks Besi (II)-fenantrolin Setelah Penambahan Ion Krom (III)

Konsentrasi Cr (III) (ppm)	Absorbansi	Absorbansi Rata-Rata
0	0.215	0.215
	0.215	
	0.215	
0.05	0.211	0.211
	0.211	
	0.211	
0.06	0.204	0.204
	0.204	
	0.204	
0.07	0.201	0.200
	0.200	
	0.200	
0.08	0.197	0.197
	0.197	
	0.196	
0.09	0.194	0.194
	0.194	
	0.194	
0.1	0.170	0.170
	0.170	
	0.171	

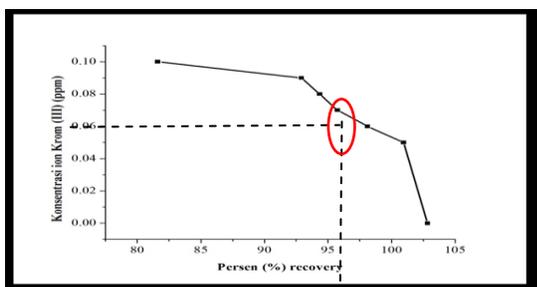
Tabel 3
Data Hasil Konsentrasi Besi (II) yang Terukur

Konsentrasi Cr (III) (ppm)	Konsentrasi Fe mula-mula (ppm)	Konsentrasi Fe yang terukur (ppm)
0	5	5,14
0.05	5	5.05
0.06	5	4,91
0.07	5	4,78
0.08	5	4,71
0.09	5	4,64
0.1	5	4,20

natrium tiosulfat sebagai reagen pereduksi, ion krom (III) sebagai pengganggu, larutan buffer asetat pH 4,5 sebagai penjaga kestabilan pH, aseton sebagai pelarut dan menaikkan kepolaran pelarut, dan aqua DM sebagai pelarut. Lalu dilakukan pengukuran absorbansi menggunakan spektrofotometer UV-tampak pada panjang gelombang maksimum, yaitu 507 nm. Setiap masing-masing konsentrasi dilakukan pengulangan sebanyak tiga kali (triplo). Dari pengukuran yang telah dilakukan maka didapatkan data seperti pada Tabel 2.

Tabel 4
Data % Recovery

Konsentrasi Cr (III) (ppm)	Konsentrasi Fe mula-mula (ppm)	Konsentrasi Fe yang terukur (ppm)	% Recovery
0	5	5,14	102,83%
0.05	5	5.05	100,94%
0.06	5	4,91	98,11%
0.07	5	4,78	95,75%
0.08	5	4,71	94,34%
0.09	5	4,64	92,92%
0.1	5	4,20	81,60%



Gambar .8 Grafik Antara Persen (%) recovery dan Konsentrasi Ion Krom (III)

Dari data tersebut dapat diperoleh konsentrasi Besi (II) yang terukur dengan menggunakan persamaan garis yang diperoleh dari kurva kalibrasi, sehingga diperoleh data pada Tabel 3.

Dari data konsentrasi Besi (II) yang terukur dapat diketahui %recovery, dimana %recovery ini menunjukkan pada konsentrasi berapa ion Krom (III) mulai mengganggu. Batas %recovery yang baik adalah 95%-105% [14]. Data % recovery dapat dilihat di Tabel IV.4. Grafik mengenai % recovery akan ditunjukkan pada Gambar 8.

Dari Gambar 8 disimpulkan bahwa ion Krom (III) mulai mengganggu analisa besi mulai dari konsentrasi 0,08 ppm ditandai dengan semakin menurunnya intensitas warna yang mengakibatkan turunnya absorbansi sehingga konsentrasi besi terukur menurun. Jadi, ion Krom (III) mengganggu analisa besi dengan menurunkan absorbansi kompleks Besi (II)-fenantrolin. Data lain yang digunakan untuk memperkuat hasil tersebut adalah RSD dan CV. Pada konsentrasi 0,08 ppm didapatkan RSD sebesar 2,94 ppt dan CV sebesar 0,29%. Menurut Miller, RSD dan CV dikatakan selektif jika nilai masing-masing dibawah 20 ppt dan 2%.

IV. KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian diperoleh kesimpulan bahwa analisa besi menggunakan pengompleks 1,10-fenantrolin dan pereduksi natrium tiosulfat pada pH 4,5 secara spektrofotometer UV-tampak membentuk kompleks berwarna merah jingga yang dapat menyerap sinar pada panjang gelombang maksimum 507 nm. Analisa ini dapat diganggu oleh adanya ion Krom (III) ditandai dengan menurunnya absorbansi. Konsentrasi ion Krom (III) mulai mengganggu analisa besi adalah 0,08 ppm dengan persen (%) recovery

sebesar 94,34%. Data lain yang digunakan untuk memperkuat hasil tersebut adalah RSD dan CV. Pada konsentrasi 0,08 ppm didapatkan RSD sebesar 2,94 ppt dan CV sebesar 0,29%.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Bapak Drs. R. Djarot Sugiarso K. S., M.S. selaku Dosen Pembimbing
2. Bapak Lukman Atmaja, Ph.D. selaku Dosen Wali.
3. Bapak Hamzah Fansuri, Ph.D. selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA ITS
4. Bapak Dr. rer. nat Fredy Kurniawan M.Si. selaku Kepala Laboratorium Instrumentasi dan Metode Analisis Kimia FMIPA ITS
5. Serta semua pihak yang turut membantu terselesaikannya penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Shyla B., Bhaskar C. V. and Nagendrappa G. (2012) Iron (III) Oxidized Nucleophilic Coupling of Catechol with o-tolidine/p-toluidine Followed by 1,10-Phenanthroline as New and Sensitivity Improved Spectrophotometric Methods for Iron Present in Chemical, Pharmaceutical, Edible Green Leaves, Nuts, and Lake Water Samples. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy* **86**, 152–158.
- [2] Amin A. S. and 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.
- [3] Sandell E. B. (1959) *Colorimetric Determination of Traces of Metals*. 3rd ed., Interscience Publishers Inc., London, New York.
- [4] Hapsoro Radityo Ari (2011) Perbandingan Kemampuan Pereduksi Natrium Tiosulfat dan Kalium Oksalat pada Analisa Kadar Total Besi Secara Spektrofotometri UV-VIS. *Prosiding Tugas Akhir, Jurusan Kimia, FMIPA, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya (ITS), Surabaya*.
- [5] Eriko (2007) Studi Perbandingan Penambahan Agen Penopeng Tartrat dan EDTA dalam Penentuan Kadar Besi pada pH 4,5 dengan Pengompleks Orto Fenantrolin secara Spektrofotometri UV-VIS. *Tugas Akhir, Jurusan Kimia, FMIPA, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya (ITS), Surabaya*.
- [6] Liyana Desy Eka (2011) Optimasi pH Buffer dan Konsentrasi Larutan Pereduksi Natrium Tiosulfat dengan Timah (II) Klorida dalam Penentuan Kadar Besi Secara Spektrofotometri Visible. *Tugas Akhir, Jurusan Kimia, FMIPA, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya (ITS), Surabaya*.
- [7] Skoog D. A., West D. M. and Crouch S. R. (2002) *Analytical Chemistry: An Introduction*. 7th ed., Mc. Graw Hill Company, USA.
- [8] Svehla G. (1985) *Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro*. 5th ed., PT. Kalman Media Pustaka, Jakarta.
- [9] Sukardjo P. D. (1992) Kimia Koordinasi., PT. Rineka Cipta, Jakarta.
- [10] Liu C., Ye X., Zhan R. and Wu Y. (1996) Phenol Hydroxylation by Iron(II)phenanthroline: The Reaction Mechanism. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical* **112**, 15–22.
- [11] Syarifuddin D. N. (1994) *Ikatan Kimia.*, Gajah Mada University Press, Yogyakarta.
- [12] Rivai H. (1995) *Asas Pemeriksaan Kimia.*, Universitas Indonesia (UI-Press), Jakarta.
- [13] Mustanginah T. (2011) Analisis Spesies Logam Fe (II), Fe (III), Cr (III), dan Cr (VI) dalam Limbah Cair Industri Menggunakan Metode Kombinasi Spektrofotometri UV-Tampak dan Spektrofotometri Serapan Atom (AAS). *Tesis, Program Studi S2 Ilmu Kimia, FMIPA, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta*.
- [14] Miller J. C. and Miller J. N. (1990) *Statistik Untuk Kimia Analitik.*, Institut Teknologi Bandung (ITB)-Press, Bandung.