

Perbandingan Reduktor Hidroksilamin Hidroklorida dan Natrium Oksalat dalam Penentuan Fe Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis dengan Pengganggu Ion Mn^{2+}

Eka Wahyu Muliana, Djarot Sugiarto, dan Suprpto
Departemen Kimia, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)
e-mail: djarotsug@gmail.com

Abstrak—Penelitian analisis gangguan ion Mn^{2+} dalam penentuan Fe(II) fenantrolin dengan pereduksi natrium oksalat dan hidroksilamin pada kondisi optimum menggunakan spektrofotometer UV-vis telah berhasil dilakukan. Kompleks Fe(II) fenantrolin memiliki panjang gelombang pada 511 nm untuk kedua reduktor. Pengukuran kurva kalibrasi pada reduktor natrium oksalat memiliki nilai koefisien determinasi (r^2) sebesar 0,9989. Pada reduktor hidroksilamin hidroklorida kurva kalibrasi didapatkan nilai koefisien determinasi sebesar 0,9957. Ion Mn^{2+} dapat mengganggu analisa Fe(II) fenantrolin dengan menurunkan absorbansi besi. Pada reduktor natrium oksalat, Mn^{2+} mulai mengganggu saat konsentrasi Mn^{2+} 0,4 ppm dengan %recovery 93,45%, sedangkan pada reduktor hidroksilamin hidroklorida Mn^{2+} mulai mengganggu pada konsentrasi 2 ppm dengan %recovery sebesar 94,89%.

Kata Kunci—Fe(II) fenantrolin, Hidroksilamin Hidroklorida, Mn^{2+} , Natrium Oksalat, Spektrofotometer UV-Vis.

I. PENDAHULUAN

UNSUR besi memiliki lambang Fe pada tabel periodik unsur. Besi memiliki isotop-isotop yang paling stabil dibandingkan dengan unsur lainnya [1]. Besi biasanya digunakan sebagai bahan konstruksi alat, perkakas rumah tangga dan membentuk zat besi dalam darah. Pada alam bebas besi lebih banyak membentuk Fe^{3+} yang lebih stabil dibandingkan dengan Fe^{2+} [2]. Penentuan kadar besi dilakukan untuk perlindungan kesejahteraan masyarakat, baik Fe yang terdapat dalam lingkungan maupun yang dikonsumsi dalam air minum.

Penentuan kadar besi dapat dilakukan menggunakan *Flame Atomic Absorption Spectrophotometry* (FAAS) dengan pelarut yang harus memiliki karakteristik nebulisasi dan pembakaran yang baik, dapat kompatibel dengan injeksi langsung ke FAAS dan memiliki titik didih yang tinggi [3]. Selain itu juga kadar besi dapat diukur dengan *Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectroscopy* (ICP-OES). Penggunaan instrumen ICP-OES memiliki batas deteksi yang relatif rendah dengan hasil yang tepat dalam waktu singkat dan jangkauan konsentrasi yang luas [4]. Spektrofotometer UV-Vis dapat digunakan untuk menentukan kadar logam dalam bentuk ion [5]. Penggunaan analisis kadar besi menggunakan FAAS dan ICP-OES memiliki biaya yang lebih mahal dibandingkan dengan Spektrofotometer UV-Vis, sehingga pada penelitian ini digunakan instrumen Spektrofotometer UV-Vis untuk mengukur kadar besi.

Penggunaan Spektrofotometer UV-Vis memerlukan larutan yang berwarna untuk dapat dianalisa. Sehingga Fe

yang akan diukur kadarnya harus dikomplekskan terlebih dahulu yang dapat membentuk warna tertentu. Pengompleks yang sering digunakan yaitu 1,10-fenantrolin (*o*-fenantrolin). Hal ini dikarenakan *o*-fenantrolin bereaksi dengan Fe membentuk kompleks yang berwarna orange-merah, selain itu warna yang dihasilkan dapat stabil hingga 6 bulan. Besi yang akan dikomplekskan harus direduksi dari Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} agar lebih stabil [6]. Pada penelitian yang dilakukan Pangastuti dan Sugiarto K.S (2017) pereduksi Natrium Tiosulfat ($Na_2S_2O_3$) dan pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida ($NH_2OH.HCl$) dapat mereduksi Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} , $Na_2S_2O_3$ dinilai lebih efektif dibandingkan $NH_2OH.HCl$. Natrium Oksalat ($Na_2C_2O_4$) juga dapat digunakan untuk mereduksi besi, hal ini dibuktikan oleh penelitian dari Ratnawati, 2018 [7] dengan hasil *recovery* besi yang didapatkan lebih rendah dibandingkan pereduksi $Na_2S_2O_3$ dan $NH_2OH.HCl$. Untuk itu pada penelitian ini digunakan dua pereduksi yaitu Natrium Oksalat dan Hidroksilamin Hidroklorida untuk mereduksi Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} .

Analisa kadar besi juga tidak terlepas dari adanya gangguan. Gangguan pada analisa kadar besi dikarenakan adanya ion-ion pengganggu seperti Mn^{2+} , Ag^+ , Zn^{2+} , Mg^{2+} dan lain-lain. Pada penelitian dari Sari, 2015 [8] didapatkan bahwa Mg^{2+} mulai mengganggu pada konsentrasi 0,04 ppm dengan persen *recovery* sebesar 90,99%. Ion Ag^+ mulai mengganggu pada konsentrasi 0,03 ppm dengan persen *recovery* sebesar 92,880% [9]. Menurut penelitian dari Wijaya, 2015 [10] ion Zn^{2+} juga dapat mengganggu analisis kadar besi pada konsentrasi 0,2 ppm dengan persen *recovery* 77,86%. Pada penelitian ini akan dilakukan studi perbandingan reduktor natrium oksalat dengan hidroksilamin hidroklorida dalam penentuan Fe dengan ion pengganggu Mn^{2+} . Pengujian ini dilakukan menggunakan instrumen Spektrofotometer UV-Vis pada keadaan optimum masing-masing pereduksi.

II. METODE PENELITIAN

A. Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini yaitu, labu ukur 100 mL, labu ukur 10 mL, pro pipet, pipet ukur, pipet tetes, corong, kaca arloji, neraca analitik, gelas beker, kuvet, botol semprot, pH meter, spatula, Spektrofotometer UV-Vis Genesys 10S.

B. Bahan

Bahan yang digunakan pada percobaan ini yaitu $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, 1,10-fenantrolin monohidrat, $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, CH_3COONa , CH_3COOH , $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$, $\text{hNH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$, aseton, Aqua DM.

C. Pembuatan Larutan Standar $\text{Fe}^{3+} 100 \text{ ppm}$

Sebanyak 0,0723 gram senyawa $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ (Besi (III) Nitrat Nonahidrat) ditimbang. Senyawa tersebut dilarutkan dengan sedikit aqua DM pada gelas beker. Larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas. Larutan dikocok hingga homogen.

D. Pembuatan Larutan Standar $\text{Mn}^{2+} 100 \text{ ppm}$

Sebanyak 0,0308 gram senyawa $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (Mangan Sulfat Monohidrat) ditimbang. Senyawa tersebut dilarutkan dengan sedikit aqua DM pada gelas beker. Larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas. Larutan dikocok hingga homogen.

E. Pembuatan Larutan 1,10 Fenantrolin 1000 ppm

Sebanyak 0,1000 gram senyawa 1,10-Fenantrolin Monohidrat ditimbang. Senyawa tersebut dilarutkan dengan aqua DM dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas. Larutan dikocok hingga homogen.

F. Pembuatan Larutan Kerja Natrium Oksalat 100 ppm

Sebanyak 0,0100 gram senyawa $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ (Natrium Oksalat) ditimbang. Senyawa tersebut dilarutkan dengan sedikit aqua DM pada gelas beker. Larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas. Larutan dikocok hingga homogen.

G. Pembuatan Larutan Kerja Hidroksilamin Hidroklorida 100 ppm

Senyawa $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ (Hidroksilamin Hidroklorida) ditimbang sebanyak 0,0100 gram. Senyawa tersebut dilarutkan menggunakan sedikit aqua DM pada gelas beker. Larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian diencerkan menggunakan aqua DM hingga tanda batas. Larutan dikocok hingga homogen.

H. Pembuatan Larutan Buffer Asetat pH 5

Senyawa CH_3COONa (Natrium Asetat) ditimbang sebanyak 0,8196 gram, kemudian dilarutkan dengan sedikit aqua DM pada gelas beker. Asam Asetat diambil sebanyak 1 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, ditambahkan larutan Natrium Asetat yang telah dibuat, kemudian ditambahkan aqua DM hingga tanda batas. Larutan dikocok hingga homogen.

I. Pembuatan Larutan Buffer Asetat pH 5,5

Senyawa CH_3COONa (Natrium Asetat) ditimbang sebanyak 0,4017 gram, kemudian dilarutkan dengan sedikit aqua DM pada gelas beker. Asam asetat diambil sebanyak 0,5 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, ditambahkan larutan natrium asetat yang telah dibuat, kemudian ditambahkan aqua DM hingga tanda batas. Larutan dikocok hingga homogen.

J. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Sebanyak 0,5 mL larutan $\text{Fe}^{3+} 100 \text{ ppm}$ dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL dan ditambahkan 1,2 mL natrium oksalat. Setelah itu, ditambahkan dengan larutan 1,10-fenantrolin monohidrat 1000 ppm sebanyak 1,5 mL, buffer asetat pH 5 sebanyak 1,5 mL, aseton 5 mL dan ditambahkan aqua DM hingga garis batas. Larutan dikocok dan didiamkan selama 45 menit, kemudian diukur absorbansinya menggunakan Spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang pada interval 400-600 nm. Prosedur dilakukan sebanyak 3 kali pengulangan. Absorbansi maksimum yang muncul menunjukkan panjang gelombang maksimum. Percobaan diulang dengan pereduksi hidroksilamin hidroklorida 1,1 mL; pH buffer asetat 5,5 dan didiamkan selama 15 menit.

K. Pembuatan Larutan Blanko

Pembuatan larutan blanko dilakukan pada labu ukur 10 mL dengan larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm sebanyak 1,5 mL dicampurkan dengan buffer asetat pH 5 sebanyak 1,5 mL; 1,2 mL natrium oksalat dan ditambahkan 5 mL aseton. Campuran tersebut ditambahkan aqua DM hingga tanda batas, kemudian dikocok hingga homogen. Percobaan diulang dengan pereduksi hidroksilamin hidroklorida dan pH buffer asetat 5,5.

L. Pembuatan Kurva Kalibrasi

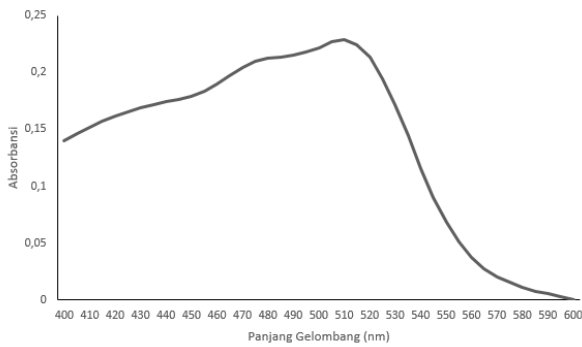
Kurva kalibrasi dilakukan dengan larutan $\text{Fe}^{3+} 100 \text{ ppm}$ yang dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL dengan variasi konsentrasi 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 dan 0,5 mL. Kemudian ditambahkan 1,5 mL 1,10-fenantrolin monohidrat 1000 ppm; 1,2 mL natrium oksalat; 1,5 mL buffer asetat pH 5 dan 5 mL aseton. Campuran ditambahkan dengan aqua DM hingga tanda batas. Campuran kemudian dikocok hingga homogen dan didiamkan selama 45 menit. Absorbansi diukur pada panjang gelombang maksimum menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Prosedur dilakukan sebanyak 2 kali pengulangan. Percobaan diulang dengan pereduksi hidroksilamin hidroklorida 1,1 mL; pH buffer asetat 5,5 dan didiamkan selama 15 menit.

M. Pengaruh Mn(II) pada Reduktor Natrium Oksalat

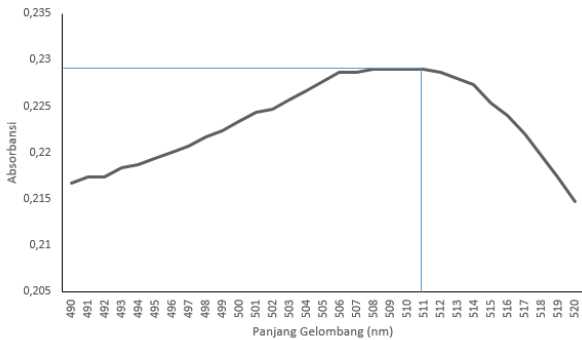
Sebanyak 0,5 mL larutan $\text{Fe}^{3+} 100 \text{ ppm}$ dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, kemudian ditambahkan larutan Mn^{2+} dengan 5 variasi konsentrasi (0,1; 0,2; 0,3; 0,4 dan 0,5 ppm). Setelah itu ditambahkan larutan natrium oksalat 1,2 mL; larutan 1,10-fenantrolin monohidrat 1000 ppm sebanyak 1,5 mL; 1,5 mL buffer asetat pH 5; aseton 5 mL dan ditambahkan aqua DM hingga mencapai batas. Campuran dikocok hingga homogen dan didiamkan selama 45 menit, kemudian diukur absorbansinya menggunakan Spektrofotometer UV-Vis. Prosedur dilakukan sebanyak 3 kali pengulangan.

N. Pengaruh Mn(II) pada Reduktor Hidroksilamin Hidroklorida

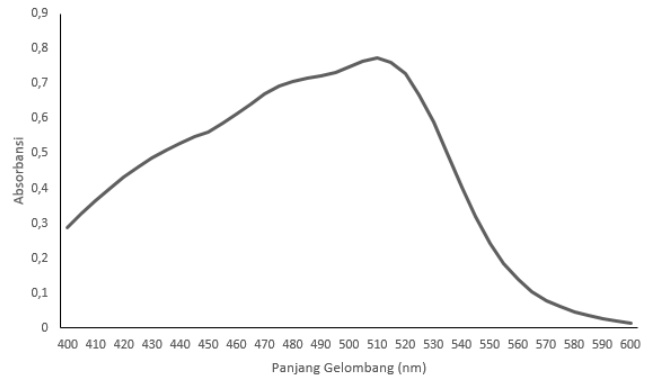
Sebanyak 0,5 mL larutan $\text{Fe}^{3+} 100 \text{ ppm}$ dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, kemudian ditambahkan larutan Mn^{2+} dengan 5 variasi konsentrasi (0,1; 0,2; 0,3; 0,4 dan 0,5 ppm). Setelah itu ditambahkan larutan hidroksilamin hidroklorida 1,1 mL; larutan 1,10-fenantrolin monohidrat 1000 ppm sebanyak 1,5 mL; 1,5 mL buffer asetat pH 5,5; aseton 5 mL dan ditambahkan aqua DM hingga mencapai batas.



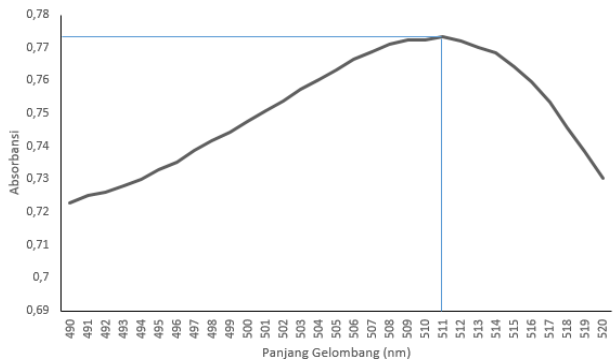
Gambar 1. Kurva penentuan panjang gelombang Fe(II) Fenantrolin dengan reduktor Natrium Oksalat pada rentang 400-600 nm dengan interval 5 nm.



Gambar 2. Kurva penentuan panjang gelombang Fe(II) Fenantrolin dengan reduktor Natrium Oksalat pada rentang 490-520 nm dengan interval 1 nm.



Gambar 3. Kurva penentuan panjang gelombang Fe(II) Fenantrolin dengan reduktor Hidroksilamin Hidroklorida pada rentang 400-600 nm dengan interval 5 nm.



Gambar 4. Kurva penentuan panjang gelombang Fe(II) Fenantrolin dengan reduktor Hidroksilamin Hidroklorida pada rentang 490-520 nm dengan interval 1 nm.

Campuran dikocok hingga homogen dan didiamkan selama 15 menit, kemudian diukur absorbansinya menggunakan Spektrofotometer UV-Vis. Prosedur dilakukan sebanyak 3 kali pengulangan.

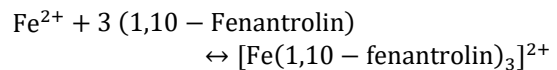
III. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Penentuan Panjang Gelombang Fe(II) Fenantrolin

Langkah pertama dalam penelitian ini adalah menentukan panjang gelombang maksimum (λ) dari larutan Fe(II) fenantrolin. Pengukuran dapat dilakukan dengan mengetahui nilai absorbansi tertinggi pada panjang gelombang yang ditentukan. Nilai absorbansi didapatkan dengan instrument Spektrofotometer UV-Vis. Pengukuran dilakukan pada panjang gelombang antara 400-600 nm dengan interval 5nm. Kemudian dilakukan pengukuran yang sama dengan panjang gelombang antara 490-520 nm dengan interval 1nm untuk mendapatkan hasil yang lebih detail. Pengukuran panjang gelombang tersebut dilakukan sebanyak 3 kali pengulangan (triplo). Rentang panjang gelombang didapatkan berdasarkan penelitian yang telah dilakukan sebelumnya oleh Ratnawati, 2018 [7] dan Ardiansyah, et.al, 2021[11] yang menyatakan bahwa panjang gelombang maksimum Fe(II) fenantrolin yaitu 510 nm.

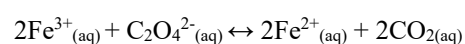
Kompleks Fe(II) fenantrolin didapatkan dengan membuat kompleks Fe(III) fenantrolin yang berasal dari Fe(III) nitrat nano hidrat dengan larutan 1,10-fenantrolin sebagai ligan pengompleks. Kemudian direduksi dengan reduktor natrium oksalat atau hidroksilamin hidroklorida. Konsentrasi reduktor yang digunakan yaitu berdasarkan kondisi optimum pereduksi dari penelitian sebelumnya. Kondisi optimum konsentrasi reduktor natrium oksalat yaitu 12 ppm sedangkan

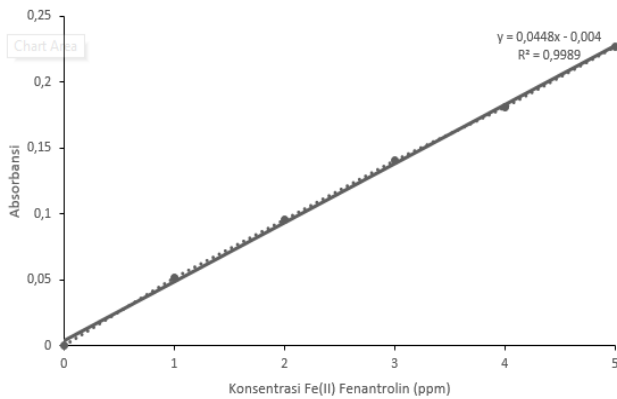
pada reduktor hidroksilamin hidroklorida yaitu 11 ppm. Kompleks Fe(II) fenantrolin yang terbentuk berwarna jingga. Larutan ditambahkan dengan buffer untuk menjaga pH larutan. Larutan buffer yang digunakan merupakan dengan pH pada kondisi optimum masing-masing pereduksi. Kondisi optimum pH dari natrium oksalat yaitu pada pH 5 sedangkan pada hidroksilamin hidroklorida yaitu pada pH 5,5. Aseton digunakan untuk melarutkan kompleks. Larutan kemudian ditambakan dengan aquaDM hingga tanda batas pada lau ukur 10mL.



Fe^{2+} yang direaksikan dengan 3 *o*-fenantrolin membentuk struktur oktahedral. Hasil penelitian yang dilakukan oleh Adhikamsetty, Gollapalli, dan Jonnalagadda (2008) menyatakan bahwa $[\text{Fe}(1,10\text{-fenantrolin})_3]^{2+}$ lebih stabil dibandingkan dengan $[\text{Fe}(1,10\text{-fenantrolin})_2]^{2+}$ dan $[\text{Fe}(1,10\text{-fenantrolin})]^{2+}$.

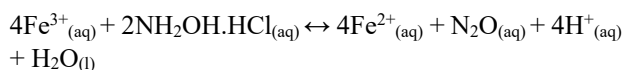
Berdasarkan Gambar 1. menunjukkan bahwa reduktor natrium oksalat mereduksi Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} dan menghasilkan panjang gelombang maksimum pada daerah sekitar 510nm dengan absorbansi sekitar 0,230. Untuk memperjelas hasil maka dilakukan pengulangan pengukuran panjang gelombang maksimum degan rentang panjang gelombang 490-520 nm dengan interval 1nm seperti pada Gambar 2. Panjang gelombang maksimum yang dihasilkan oleh Fe(II) fenantrolin dengan pereduksi yaitu pada panjang gelombang 511 nm dengan absorbansi 0,229. Reaksi yang terjadi pada Fe^{3+} dengan reduktor natrium oksalat yaitu:





Gambar 5. Kurva kalibrasi Fe(II) Fenantrolin dengan pereduksi Natrium Oksalat.

Berdasarkan Gambar 3. menunjukkan bahwa reduktor hidroksilamin hidroklorida mereduksi Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} dan menghasilkan panjang gelombang maksimum pada daerah sekitar 510nm dengan absorbansi sekitar 0,770. Untuk memperjelas hasil maka dilakukan pengulangan pengukuran panjang gelombang maksimum dengan rentang panjang gelombang 490-520 nm dengan interval 1nm seperti pada Gambar 4. Panjang gelombang maksimum yang dihasilkan oleh Fe(II) fenantrolin dengan pereduksi yaitu pada panjang gelombang 511 nm dengan absorbansi 0,773. Reaksi yang terjadi pada Fe^{3+} dengan reduktor hidroksilamin hidroklorida yaitu:



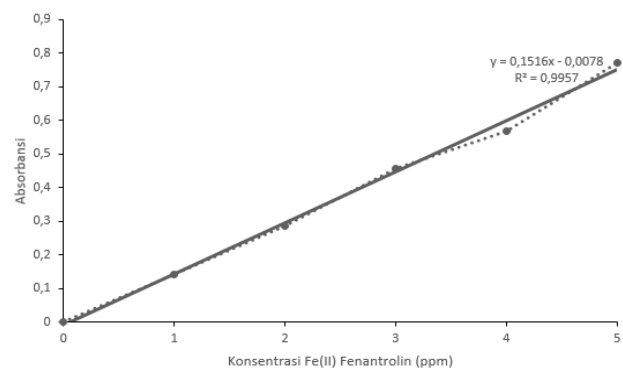
B. Kurva Kalibrasi Fe(II) Fenantrolin dengan Reduktor Natrium Oksalat

Kurva kalibrasi pada Fe(II) fenantrolin merupakan plot konsentrasi Fe yang diketahui terhadap absorbansi yang dihasilkan. Kurva kalibrasi didapatkan dengan sumbu x sebagai konsentrasi yang terukur dalam ppm dan sumbu y yaitu absorbansi. Konsentrasi yang diukur yaitu 1 ppm; 2 ppm; 3 ppm; 4 ppm dan 5 ppm. Pengukuran kurva absorbansi dengan membuat larutan Fe^{3+} ditambah dengan pereduksi, larutan buffer, aseton dan ditambahkan aquaDM hingga tanda batas pada labu ukur 10 mL. pembuatan kurva kalibrasi dilakukan tanpa penambahan ion Mn^{2+} .

Pada Gambar 5. kurva kalibrasi Fe(II) fenantrolin dengan pereduksi natrium oksalat didapatkan persamaan linieritas $y = 0,0448x + 0,004$ dengan nilai koefisien korelasi (r) = 0,9994 dan nilai koefisien determinasi (r^2) = 0,9989. Nilai r berkisar antara $-1 < r < 1$, apabila garis lurus kearah positif maka nilai r juga positif dan apabila nilai r negative maka garis lurus kearah negatif pula. Pada kurva kalibrasi garis lurus kearah kanan (positif), maka nilai r juga positif. Koefisien determinasi dapat dikatakan sangat baik apabila nilainya $> 0,9$.

Hasil kurva kalibrasi yang didapatkan kemudian dilakukan uji-t untuk mengukur kebenaran dari kurva kalibrasi. Nilai uji-t yang didapatkan yaitu $t = 57,7021$ dengan koefisien regresi = 6, maka pada derajat kebebasan 5 dengan selang kepercayaan 95%, t tabel didapatkan 2,57 seperti pada lampiran F. Maka, t hitung $>$ t tabel yang artinya adanya hubungan antara konsentrasi Fe(II) fenantrolin dengan absorbansinya.

Pada Gambar 6. kurva kalibrasi dari hubungan antara konsentrasi Fe(II) fenantrolin yang direduksi menggunakan



Gambar 6. Kurva kalibrasi Fe(II) Fenantrolin dengan pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida.

hidroksilamin hidroklorida dengan absorbansinya didapatkan persamaan garis yaitu $y = 0,1516x - 0,0078$. Nilai koefisien korelasi (r) = 0,9979 dan nilai koefisien determinasi (r^2) = 0,9957. Nilai koefisien determinasi $> 0,9$ berarti data yang dihasilkan sangat baik. Kemudian dilakukan juga uji-t, didapatkan nilai t sebesar 30,7946. Pada selang kepercayaan 95% maka, t hitung $>$ dari t tabel dikarenakan t tabel yaitu 2,57. Hal ini dapat disimpulkan bahwa terdapat hubungan antara konsentrasi Fe(II) fenantrolin dengan absorbansi yang dihasilkan.

C. Pengaruh Ion Mn^{2+} pada Analisa Fe(II) Fenantrolin

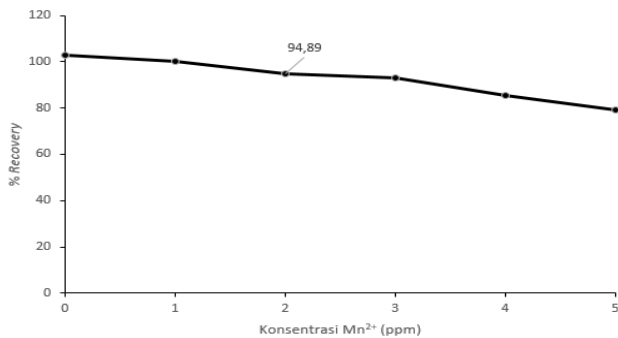
Analisa Fe(II) fenantrolin seringkali terdapat gangguan oleh ion-ion logam. Ion logam Mn^{2+} diduga dapat mengganggu analisa Fe(II) fenantrolin karena memiliki bilangan oksidasi yang sama. Sehingga memungkinkan terbentuknya kompleks Mn(II) fenantrolin. Berdasarkan konfigurasi elektronnya, maka kemungkinan hibridisasinya yaitu d^2sp^3 dengan bentuk geometri molekul oktahedral.

Bentuk geometri molekul yang dihasilkan oleh Fe(II) fenantrolin dengan Mn(II) fenantrolin sama. Karena itu diprediksikan bahwa ion Mn^{2+} dapat mengganggu analisa Fe(II) fenantrolin untuk mempelajari pengaruh ion Mn^{2+} dalam analisa Fe(II) fenantrolin ditambahkan dengan sengaja ion Mn^{2+} dengan variasi 1 ppm; 2 ppm; 3 ppm; 4 ppm dan 5 ppm. Hasil diperoleh sebagai absorbansi dan persen perolehan kembali (% *recovery*) seperti pada Tabel 1 untuk pereduksi natrium oksalat dan pada Tabel 2 untuk pereduksi hidroksilamin hidroklorida.

Ion Mn^{2+} dikatakan mulai mengganggu apabila % *recovery*nya $< 95\%$ hal ini dikarenakan batas penerimaan yang dapat diterima pada rentang 95-105% [12]. Pada Tabel 1 menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi penambahan ion Mn^{2+} maka semakin kecil absorbansinya dan semakin kecil % *recovery*nya. Selain itu intensitas dari warna kompleks yang dihasilkan juga menurun dari berwarna jingga menjadi kekuningan. Konsentrasi ion Mn^{2+} pada keadaan 1 ppm menunjukkan % *recovery* sebesar 86,01% yang berarti sudah jauh mengganggu. Oleh karena itu diperlukan penambahan variasi konsentrasi pada 0,2 ppm; 0,4 ppm; 0,6 ppm dan 0,8 ppm. Hasil yang didapatkan bahwa ion Mn^{2+} mulai mengganggu ketika konsentrasinya 0,4 ppm dengan % *recovery* sebesar 93,45%. Gambar 7. menunjukkan bahwa pada konsentrasi Mn^{2+} sebesar 2 ppm mengalami penurunan % *recovery* yang sangat drastis. Namun, Mn^{2+} tetap dikatakan mulai mengganggu analisa Fe(II) fenantrolin pada konsentrasi 0,4 ppm.

Tabel 1.
Pengaruh ion Mn^{2+} pada analisa Fe(II) Fenantrolin dengan pereduksi Kalium Oksalat

Mn^{2+} (ppm)	Absorbansi	Fe^{2+} yang terukur (ppm)	% Recovery (%)	RSD (ppt)	CV (%)
0	0,229	5,02	100,45	17,47	1,747
0,2	0,221	4,84	96,88	9,05	0,905
0,4	0,213	4,67	93,45	13,53	1,353
0,6	0,209	4,58	91,52	4,78	0,478
0,8	0,206	4,50	90,03	2,81	0,281
1	0,197	4,30	86,01	15,53	1,553
2	0,141	3,07	61,31	4,09	0,409
3	0,120	2,60	51,93	12,69	1,269
4	0,107	2,30	45,98	9,35	0,935
5	0,096	2,05	41,07	10,42	1,042



Gambar 7. Grafik hubungan antara konsentrasi ion Mn^{2+} dan % recovery dengan pereduksi Natrium Oksalat.

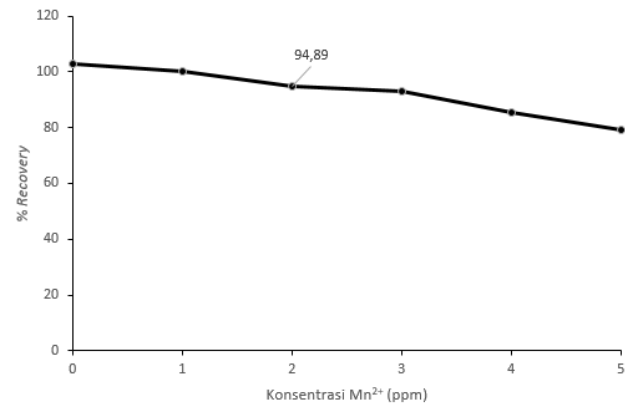
Pada reduktor hidroksilamin hidroklorida pengaruh ion Mn^{2+} dalam mengganggu analisa Fe(II) fenantrolin menurunkan absorbansi seiring dengan penambahan konsentrasi ion Mn^{2+} seperti pada Tabel 2 Ion Mn^{2+} dikatakan mulai mengganggu pada konsentrasi 2 ppm dengan % recovery sebesar 94,89%, maka tidak dilakukan penambahan variasi konsentrasi. Gambar 8. menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi ion Mn^{2+} maka semakin menurun % recoverynya.

Pengaruh penambahan ion Mn^{2+} pada Fe(II) fenantrolin dengan pereduksi hidroksilamin hidroklorida lebih rendah dibandingkan dengan pereduksi natrium oksalat. Hal ini dikarenakan pada pereduksi hidroksilamin hidroklorida membutuhkan konsentrasi Mn^{2+} yang lebih banyak yaitu 2 ppm dibandingkan dengan pereduksi natrium oksalat yang membutuhkan konsentrasi ion Mn^{2+} sebanyak 0,4 ppm. Pereduksi hidroksilamin hidroklorida juga menghasilkan intensitas warna kompleks yang lebih pekat dibandingkan dengan pereduksi natrium oksalat, sehingga absorbansi yang dihasilkan juga semakin besar dibandingkan pereduksi natrium oksalat. Waktu pendiaman dari pereduksi hidroksilamin hidroklorida juga lebih cepat.

Pada Tabel 1 dan Tabel 2 nilai *relative standard deviation* (RSD) dan *coefficient of variation* (CV) pada pengukuran absorbansi Fe(II) fenantrolin yang telah diganggu oleh ion Mn^{2+} dengan reduktor natrium oksalat maupun reduktor hidroksilamin hidroklorida memiliki nilai yang rendah. Menurut Miller (1993) suatu data dikatakan baik apabila memiliki nilai RSD dibawah 20 ppt dan nilai CV dibawah 2%. Pada data yang telah diambil seluruhnya memiliki nilai RSD <20 ppt dan CV <2%, maka data tersebut dapat dinyatakan baik dan dapat digunakan untuk penelitian selanjutnya.

Tabel 2.
Pengaruh ion Mn^{2+} pada analisa Fe(II) Fenantrolin dengan pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida

Mn^{2+} (ppm)	Absorbansi	Fe^{2+} yang terukur (ppm)	% Recovery (%)	RSD (ppt)	CV (%)
0	0,773	5,15	103,07	2,69	0,269
1	0,752	5,01	100,21	3,84	0,384
2	0,711	4,74	94,89	5,32	0,532
3	0,697	4,65	92,99	1,43	0,143
4	0,641	4,28	85,65	2,38	0,238
5	0,592	3,96	79,14	4,47	0,447



Gambar 8. Grafik hubungan antara konsentrasi ion Mn^{2+} dan % recovery dengan pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida.

IV. KESIMPULAN/RINGKASAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, didapatkan kesimpulan bahwa Ion Mn^{2+} dapat mengganggu analisa Fe(II) Fenantrolin pada konsentrasi 0,4 ppm dengan %recovery sebesar 93,45% dengan pereduksi Natrium Oksalat. Sedangkan dengan pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida Mn^{2+} mulai mengganggu pada konsentrasi 2 ppm dengan %recovery sebesar 94,89%. Pada keadaan optimum tiap pereduksi, maka pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida dinyatakan lebih stabil dibandingkan pereduksi Natrium Oksalat.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] D. Suhendar, "Meninjau bukti ilmiah kekuatan besi menurut cara pandang ilmu kimia dan sains yang berkaitan beserta beberapa konsekuensinya sebagaimana disebut dalam Al Quran Qs. Al Hadiid:25," *J. Istek*, vol. 5, no. 1-2, p. 17, 2011.
- [2] A. Rifki and D. Sugiarto, "Pengaruh penambahan Al^{3+} dalam penentuan analisa Fe^{2+} pada pH 4,5 dengan pengompleks 1,10-Fenantrolin spektrofotometri sinar tampak," *J. Sains dan Seni ITS*, vol. 2, no. 2, pp. 11-14, 2013, doi: 10.12962/j23373520.v2i2.3728.
- [3] K. Adhami, H. Asadollahzadeh, and M. Ghazizadeh, "Preconcentration and determination of nickel (II) and copper (II) ions, in vegetable oils by [TBP] [PO4] IL-based dispersive liquid-liquid microextraction technique, and flame atomic absorption spectrophotometry," *J. Food Compos. Anal.*, vol. 89, no. January, p. 103457, 2020, doi: 10.1016/j.jfca.2020.103457.
- [4] G. Luis *et al.*, "Dietary intake of metals from yogurts analyzed by inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES)," *J. Food Compos. Anal.*, vol. 39, pp. 48-54, 2015, doi: 10.1016/j.jfca.2014.11.013.
- [5] D. D. Pangastuti and R. D. S. K.S., "Perbandingan kondisi optimum pereduksi Natrium Tiosulfat ($Na_2S_2O_3$) dan Hidroksilamin Hidroklorida ($NH_2OH.HCl$) pada analisa kadar total besi secara spektrofotometri UV-Vis," *J. Sains dan Seni ITS*, vol. 6, no. 1, 2017, doi: 10.12962/j23373520.v6i1.22793.
- [6] B. P. Kafle, "Application of UV-VIS spectrophotometry for chemical analysis," *Chem. Anal. Mater. Charact. by Spectrophotometry*, pp. 79-145, Jan. 2020, doi: 10.1016/B978-0-12-814866-2.00005-1.

- [7] D. Ratnawati, Analisis Besi Melalui Optimasi Kemampuan Agen Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ dan $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ untuk Mereduksi Besi (III) Menjadi Besi (II). Surabaya: Departemen Kimia, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, 2018.
- [8] N. Sari, Studi Gangguan Mg (II) Dalam Analisa Besi (II) Dengan Pengompleks O- Fenantrolin Menggunakan Spektrofotometer UV-VIS. Surabaya: Departemen Kimia, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, 2015.
- [9] S. Dianawati and D. Sugiarto, "Studi gangguan Ag(I) dalam analisa besi dengan pengompleks 1,10-Fenantrolin pada pH 4,5 secara spektrofotometri UV-Vis," *J. Sains dan Seni ITS*, vol. 2, no. 2, 2013, doi: 10.12962/j23373520.v2i2.3734.
- [10] R. F. Wijaya and D. Sugiarto, "Analisis pengaruh ion Zn (II) pada penentuan Fe^{3+} dengan pengompleks 1,10-Fenantrolin pada pH optimum menggunakan spektrofotometer UV-VIS," *J. Sains dan Seni ITS*, vol. 4, no. 2, 2015, doi: 10.12962/j23373520.v4i2.9503.
- [11] R. F. Ardiansyah and D. Sugiarto, "Analisa pengaruh Cu^{2+} pada penentuan Fe dengan pereduksi Asam Askorbat menggunakan metode spektrofotometer UV-Vis," *J. Sains dan Seni ITS*, vol. 10, no. 2, pp. 1–6, 2021, doi: 10.12962/j23373520.v10i2.71807.
- [12] I. Nurhayati, A. Riyani, N. Kurnaeni, W. Wiryanti, and S. F. Rinaldi, "Validasi metode god-pap pada pemeriksaan glukosa darah dengan pemakaian setengah volume reagen dan sampel," *J. Ris. Kesehat. Poltekkes Depkes Bandung*, vol. 11, no. 1, pp. 322–336, 2019, doi: 10.34011/juriskesbdg.v11i1.792.