

Perbandingan Kondisi Optimum Pereduksi Natrium Tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) dan Hidroksilamin Hidroklorida ($\text{NH}_2\text{OH.HCl}$) Pada Analisis Kadar Total Besi Secara Spektrofotometri UV-Vis

Devita Dwining Pangastuti, R. Djarot Sugiarto K. S., dan Fredy Kurniawan
Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Alam, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)
Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111 Indonesia
e-mail: djarot@chem.its.ac.id

Abstrak—Pada penelitian ini dibandingkan aktivitas pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ yang meliputi pH optimum, waktu pembentukan kompleks dan konsentrasi optimum. Penentuan λ_{maks} diperoleh pada 512 nm. Selanjutnya optimasi pH buffer suasana asam diperoleh pH 4,5 untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan pH 5,5 untuk $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$. Kedua pereduksi masing-masing dapat mereduksi optimum pada pendiaman 15 menit. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ditemukan masih stabil di atas 15 menit, sedangkan $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ sudah rusak. Selain itu, dilakukan penentuan konsentrasi optimum pereduksi, dihasilkan 10 ppm pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan 11 ppm $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ untuk mereduksi 5 ppm larutan Fe^{3+} .

Kata Kunci— $\text{Fe(II)-o-fenantrolin}$; $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$; $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$; Spektrofotometer UV-Vis; 1,10-fenantrolin.

I. PENDAHULUAN

MENINGKATAN kualitas dan kuantitas sumber daya manusia tidak terlepas dari peranan gizi, yakni vitamin dan mineral. Mineral seperti besi terdapat dalam tubuh manusia berbentuk ion-ion besi yakni Fe^{2+} (ferro) dan Fe^{3+} (ferri). Kedua ion tersebut disebut juga zat besi. Kekurangan zat besi mengakibatkan seseorang mengalami anemia sedangkan kelebihan zat besi menjadi penyebab penyakit jantung koroner dan kanker. Penentuan kadar besi penting dilakukan sebagai studi kesehatan dan menjamin kesejahteraan masyarakat. Penentuan kadar besi juga penting untuk perlindungan lingkungan karena ion besi ditemukan di perairan sebagai kontrol mobilitas air. Penentuan kadar besi dalam bidang hidrogeologi dilakukan karena selain ditemukan di air tanah, besi juga terdapat pada batuan di kerak bumi dalam bentuk oksida FeO 3,52% dan Fe_2O_3 2,63%. Alasan lain pentingnya penentuan kadar besi karena adanya proses kimia seperti korosi besi yang sangat merugikan bagi manusia [1].

Penentuan kadar besi dapat dilakukan dengan berbagai metode analisis dengan tingkat keunggulan yang berbeda. Metode analisis yang pernah dilakukan pada penelitian sebelumnya adalah ICP-OES oleh Xiong (2006) dan spektrofotometri serapan atom oleh Citak (2009). Kedua metode tersebut memerlukan instrumentasi yang mahal dan kurang praktis, maka penelitian lain dilakukan agar diperoleh metode analisis

yang lebih sederhana dan terjangkau. Itodo (2012) yang menyatakan bahwa metode kolorimetri cukup terjangkau namun kurang sensitif dibandingkan spektrofotometri UV-Vis. Begitu pula Supartha (2016) yang menyatakan metode serimetri kurang akurat dibandingkan spektrofotometri UV-Vis. Berdasarkan alasan tersebut, pada penelitian ini digunakan metode spektrofotometri UV-Vis dengan keuntungan pengerjaannya cepat, sederhana, murah, sensitif, serta mudah dalam menginterpretasikan hasil yang diperoleh [2].

Salah satu syarat analisis dengan spektrofotometri UV-Vis adalah larutan uji harus berwarna sehingga besi harus dikomplekskan terlebih dahulu dengan pengompleks besi yang membentuk suatu warna spesifik. Pengompleks yang biasanya digunakan adalah molybdenum, tembaga dan ortofenatrolin. Metode dengan 1,10-fenantrolin bersifat langsung, selektif dan tidak diperlukan ekstraksi apabila penentuan dilakukan pada sampel [3]. Selain itu, menurut penelitian Ningsih (2013) waktu kestabilan pengompleks 1,10-fenantrolin lebih lama yakni 2 bulan dibandingkan dengan pengompleks tiosianat yang hanya 15 menit. Pada penelitian ini digunakan agen pengompleks 1,10-fenantrolin karena kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dapat membentuk kompleks dengan warna merah jingga yang stabil dan tidak merubah nilai absorbansi dalam waktu tertentu. Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ terbentuk secara kuantitatif dalam kisaran pH 2-9 dengan konsentrasi reagen yang sesuai [4].

Sebelum dilakukan pengompleksan, Fe^{3+} direduksi menjadi Fe^{2+} karena menurut Wang (2015), kompleks Fe^{2+} dengan 1,10-fenantrolin lebih stabil dengan nilai konstanta kestabilan 21,0 sedangkan Fe^{3+} dengan 1,10-fenantrolin bersifat tidak stabil, dibuktikan dari konstanta kestabilan yang bernilai 14,1. Pereduksi Natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) digunakan karena merupakan pereduksi yang kuat untuk besi dan pereduksi ini mudah didapat. Penggunaan pereduksi natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) dalam penelitian ini didasarkan pada hasil penelitian Puspaningtyas (2004) yang menemukan bahwa pada kondisi pH 4,5, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 11 ppm sudah mampu mereduksi larutan Fe^{3+} 5 ppm dengan prosen recovery sebesar 99,2438%. Hapsoro (2012) melakukan penelitian dengan menggunakan pereduksi natrium tiosulfat

($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) dan kalium oksalat ($\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$) untuk mereduksi Fe(III) menjadi Fe(II) dalam analisis kadar total besi. Pada penelitian ini diketahui bahwa natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) memiliki kemampuan yang lebih baik yakni dapat mereduksi besi sebesar 77,95% daripada $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$ yang mereduksi besi sebesar 72,77%. Fisiana (2012) melakukan penelitian dengan menggunakan pereduksi natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) dan timah (II) klorida (SnCl_2) untuk mereduksi Fe (III) menjadi Fe (II). Dari hasil yang diperoleh menunjukkan SnCl_2 lebih baik karena dapat mereduksi besi dengan baik sebesar 78,45% daripada $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ yang mereduksi besi sebesar 78,23%, namun tidak jauh berbeda karena keduanya sama-sama memiliki kemampuan yang kuat untuk mereduksi besi.

Berdasarkan ASTM, pereduksi besi yang digunakan adalah hidroksilamin hidroklorida ($\text{NH}_2\text{OH.HCl}$). Pemilihan hidroksilamin hidroklorida ini karena merupakan pereduksi yang kuat dan keberadaannya mudah didapat. Namun menurut Rahayu (2007) pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ memerlukan perlakuan khusus yakni setelah dibuat harus langsung digunakan saat itu juga, sehingga dibutuhkan alternatif pereduksi besi dengan kemampuan yang lebih baik.

Pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ belum pernah ditentukan aktivitas optimumnya baik pH, waktu, maupun konsentrasi, sehingga dalam penelitian ini dilakukan analisis untuk mengetahui aktivitas optimum pereduksi natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) dibandingkan dengan hidroksilamin hidroklorida ($\text{NH}_2\text{OH.HCl}$) untuk mengkonfirmasi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dapat dijadikan sebagai alternatif pereduksi menggantikan $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$.

II. URAIAN PENELITIAN

A. Pembuatan Larutan Standar Fe(III) 100 ppm

Senyawa besi (III) klorida ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) ditimbang sebanyak 0,0483 gram. Senyawa tersebut dilarutkan dengan aqua DM secukupnya, lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan hingga tanda batas.

B. Pembuatan Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm

Senyawa natrium tiosulfat pentahidrat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) ditimbang sebanyak 0,0157 gram. Senyawa tersebut dilarutkan dengan aqua DM secukupnya, lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan hingga tanda batas.

C. Pembuatan Larutan $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ 100 ppm

Senyawa hidroksilamin hidroklorida ($\text{NH}_2\text{OH.HCl}$) ditimbang sebanyak 0,0100 g, lalu dilarutkan dengan aqua DM sampai volume 100 mL sehingga didapatkan larutan kerja ($\text{NH}_2\text{OH.HCl}$) 100 ppm.

D. Pembuatan Larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm

Padatan 1,10-fenantrolin ($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2$) ditimbang sebanyak 0,1 gram lalu dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 mL dan ditambahkan 50 mL aqua DM. Campuran tersebut dipanaskan di atas *hotplate* dengan suhu 60°C sambil diaduk hingga padatan tersebut larut seluruhnya. Kemudian, larutan 1,10-fenantrolin didiamkan hingga dingin dan dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL. Setelah itu, larutan tersebut diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas.

E. Pembuatan Larutan Buffer Asetat pH 4,5

Larutan buffer asetat pH 4,5 dibuat dengan cara ditimbang padatan natrium asetat (CH_3COONa) sebanyak 3,8554 gram lalu padatan tersebut dimasukkan ke dalam gelas beker dan ditambahkan sedikit aqua DM hingga larut. Larutan buffer asetat pH 4,5 dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, ditambahkan 5 mL asam asetat dan diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas. Selanjutnya larutan buffer asetat divariasikan pH-nya yaitu : 3,0; 3,5; 4,0; 4,5; 5,0; 5,5; 6,0. pH larutan diukur menggunakan pH meter digital.

F. Pembuatan Larutan Blanko

Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ atau $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ 100 ppm diambil sebanyak 1,1 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, kemudian ditambahkan 1,5 mL 1,10-Fenantrolin 1000 ppm, 1,5 mL buffer asetat pH 4,5 dan 5 mL aseton. Selanjutnya ditambahkan aqua DM hingga tanda batas.

G. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Sebanyak 0,5 mL larutan standar Fe(III) 100 ppm dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, kemudian ditambahkan 1,1 mL larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ atau $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ 100 ppm. Selanjutnya ditambahkan 1,5 mL larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm dan 1,5 mL buffer asetat pH 4,5. Setelah itu, ke dalam campuran ditambahkan aseton sebanyak 5 mL dan diencerkan menggunakan aqua DM hingga tanda batas. Larutan tersebut dikocok dan didiamkan selama 15 menit, kemudian diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 450 – 600 nm interval 1 nm.

H. Penentuan pH Optimum Larutan Buffer Asetat

Larutan standar Fe(III) 100 ppm diambil sebanyak 0,5 mL kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, ditambah 1,1 mL larutan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ atau $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ 100ppm dan 1,5mL larutan buffer asetat dengan variasi pH 3,0; 3,5; 4,0; 4,5; 5,0; 5,5; dan 6,0. Ditambahkan 1,5 mL larutan fenantrolin 1000ppm, 5 mL aseton dan diencerkan menggunakan aqua DM hingga tanda batas. Campuran tersebut dikocok dan didiamkan selama 15 menit kemudian diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum sebanyak tiga kali.

I. Penentuan Waktu Optimum Pereduksi

Larutan standar Fe(III) 100 ppm diambil sebanyak 0,5 mL kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, ditambah 1,1 mL larutan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ atau $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ 100ppm, 1,5mL larutan buffer asetat dengan variasi pH 4,5. Ditambahkan 1,5 mL larutan fenantrolin 1000ppm, 5 mL aseton dan diencerkan menggunakan aqua DM hingga tanda batas. Campuran tersebut dikocok dan didiamkan selama 0; 15; 30; 45; 60 dan 75 menit dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum sebanyak tiga kali.

J. Penentuan Konsentrasi Optimum Pereduksi

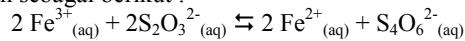
Larutan standard Fe(III) 100 ppm sebanyak 0,5 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, ditambahkan larutan kerja $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ atau $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ 100 ppm sebanyak 0,8; 0,9; 10; 11; dan 12 mL sebagai pereduksi, 1,5 mL larutan buffer asetat pH optimum, 1,5 mL larutan fenantrolin 1000 ppm dan 5 mL aseton, kemudian ditambah dengan aqua DM hingga volume mencapai 10 mL. Campuran tersebut dikocok dan didiamkan selama

15 menit, kemudian diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum sebanyak tiga kali.

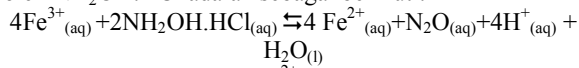
III. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Besi

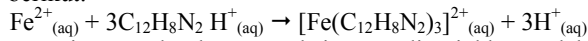
Penentuan panjang gelombang maksimum merupakan langkah penting yang harus dilakukan dalam analisis menggunakan spektrofotometri UV-Vis. Tujuannya karena pada panjang gelombang maksimum terjadi perubahan absorbansi yang paling besar untuk setiap satuan konsentrasi sehingga memiliki kepekaan maksimum, yang jika dilakukan pengukuran berulang dapat meminimalisir kesalahan akibat pengulangan pengukuran. Penentuan panjang gelombang maksimum dilakukan pada cuplikan yang mengandung 5 ppm Fe kemudian direduksi dengan 11ppm Na₂S₂O₃ atau NH₂OH.HCl ditambah dengan pelarut. Reaksi yang terjadi saat Fe(III) tereduksi menjadi Fe(II) oleh Na₂S₂O₃ adalah sebagai berikut :



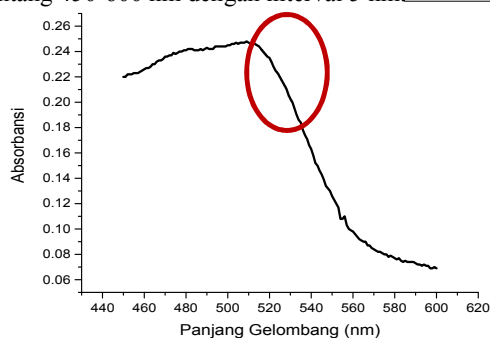
Reaksi yang terjadi saat Fe(III) tereduksi menjadi Fe(II) oleh NH₂OH.HCl adalah sebagai berikut :



Besi dalam bentuk Fe²⁺ bereaksi dengan o-fenantrolin (1,10-fenantrolin) membentuk kompleks [Fe(fenantrolin)₃]²⁺ berwarna merah jingga dalam larutan yang sedikit asam. Reaksi yang terbentuk sebagai berikut:



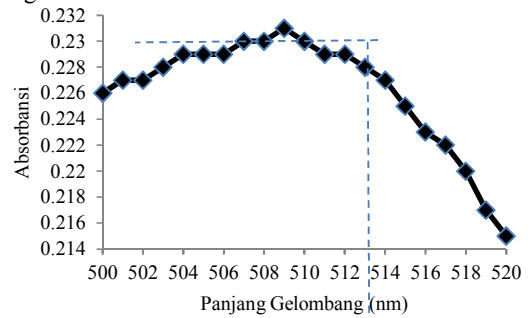
Panjang gelombang maksimum ditunjukkan oleh panjang gelombang dengan absorbansi paling tinggi. Panjang gelombang maksimum dari kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi Na₂S₂O₃ ditentukan menggunakan spektrofotometer UV-Vis GENESYS tipe 10S. Pengukuran dilakukan pada rentang panjang gelombang Ultraungu-Tampak, yaitu 380-760 nm. Kompleks Fe(II)-Fenantrolin membentuk warna merah jingga, maka pada daerah UV-Vis warna komplementer merah jingga terbaca pada rentang panjang gelombang 500-600 nm. Gambar 1 adalah kurva hasil penentuan panjang gelombang maksimum kompleks [Fe(fenantrolin)₃]²⁺ dengan pereduksi Na₂S₂O₃ pada rentang 450-600 nm dengan interval 5 nm.



Gambar 1. Kurva Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks [Fe(fenantrolin)₃]²⁺ dengan Pereduksi Na₂S₂O₃ pada Rentang 450-600 nm dengan Interval 5 nm.

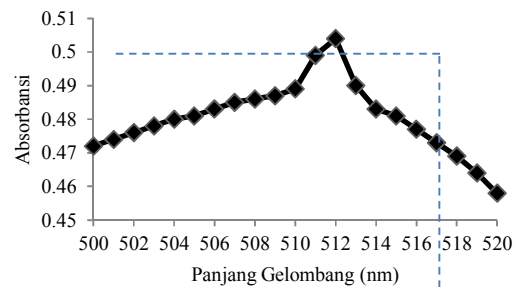
Pada Gambar 1 absorbansi maksimum berada pada rentang 500-520 nm, namun belum begitu terlihat puncaknya. Sehingga dilakukan pengukuran pada panjang gelombang yang lebih sempit, pada rentang 500-520 nm dengan interval 1 nm agar data panjang

gelombang maksimum yang diperoleh lebih terlihat. Gambar 2 adalah kurva hasil penentuan panjang gelombang maksimum kompleks [Fe(fenantrolin)₃]²⁺ dengan pereduksi Na₂S₂O₃ pada rentang 500-520 nm dengan interval 1 nm. Gambar 3 Panjang gelombang maksimum kompleks [Fe(fenantrolin)₃]²⁺ juga dilakukan dengan pereduksi NH₂OH.HCl pada rentang 500-520 nm dengan interval 1 nm.



Gambar 2 Kurva Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks [Fe(fenantrolin)₃]²⁺ dengan Pereduksi Na₂S₂O₃ pada Rentang 500-520 nm dengan Interval 1 nm.

Pada Gambar 2 ditunjukkan bahwa absorbansi maksimum terdapat pada panjang gelombang 509 nm dengan absorbansi 0,231, sedangkan pada Gambar 3 ditunjukkan bahwa absorbansi maksimum terdapat pada panjang gelombang 512 nm dengan absorbansi 0,504. Kedua panjang gelombang ini dianggap sama dan tidak memiliki pengaruh signifikan pada pengukuran karena perbedaan yang sangat kecil. Pengukuran selanjutnya dilakukan pada panjang gelombang 512 nm.

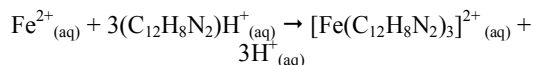


Gambar 3. Kurva Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks [Fe(fenantrolin)₃]²⁺ dengan pereduksi NH₂OH.HCl pada Rentang 500-520 nm dengan interval 1 nm.

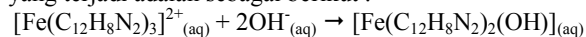
B. Penentuan pH Optimum Buffer Asetat

Warna merah jingga larutan kompleks [Fe(fenantrolin)₃]²⁺ stabil dalam kondisi asam maupun basa yakni pada rentang pH 2-9. Namun untuk penelitian ini dikerjakan dalam keadaan asam dengan menggunakan larutan buffer asetat sebagai buffer asam untuk menjaga kestabilan yang terbentuk. Buffer asam dipilih dengan alasan karena buffer basa terdapat ion OH⁻. Ion OH⁻ termasuk salah satu ligan yang dapat berkompetisi dengan ligan 1,10-Fenantrolin dalam pembentukan kompleks [Fe(C₁₂H₈N₂)₃]²⁺. Ligan 1,10-Fenantrolin sifatnya lebih kuat dibandingkan dengan ligan OH⁻ namun ligan OH⁻ dapat mendesak dan menggantikan satu molekul ligan 1,10-Fenantrolin dan membentuk senyawa kompleks [(Fe(C₁₂H₈N₂)₂(OH)₂] yang menunjukkan warna larutan kuning kecoklatan.

Ligan 1,10-fenantrolin merupakan basa lemah yang bereaksi untuk membentuk ion phen H⁺ dalam suasana asam. Reaksi yang terbentuk sebagai berikut:



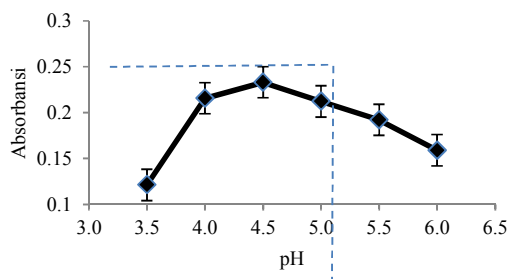
Sedangkan dalam kondisi basa yang berlebih, reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut :



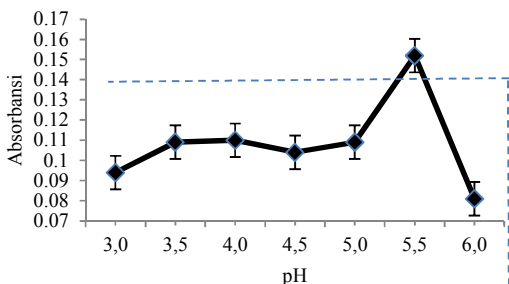
Penentuan pH optimum dilakukan untuk mendapatkan pH yang paling baik dalam menjaga kestabilan kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$. Variasi buffer asetat dilakukan mulai dari 3,5; 4,0; 4,5; 5,0; 5,5; dan 6,0 untuk mengetahui pengaruhnya terhadap absorbansi dari larutan kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ yang diukur pada λ maksimum 512 nm. Gambar 4.4 merupakan kurva hasil pengukuran pH optimum $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ suasana asam dan Gambar 4.5 merupakan kurva hasil pengukuran pH optimum $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ suasana asam.

Terlihat pada Gambar 4.4 dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ pH optimum dicapai saat pH 4,5 dengan absorbansi 0,233 dan nilai $\text{SD} = 2,517 \times 10^{-3}$, sedangkan pada Gambar 4.5 dengan pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ pH optimum dicapai saat pH 5,5 dengan absorbansi 0,152 dan nilai $\text{SD} = 2,0 \times 10^{-3}$. Dibawah pH tersebut, absorbansi kurang optimum karena adanya pengaruh H^+ dalam larutan buffer sehingga kompleks yang terbentuk tidak stabil, dengan kata lain belum semua Fe^{2+} bereaksi dengan ligan 1,10-Fenantrolin dimana yang terbentuk adalah ion $3\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2\text{H}^+$. Sedangkan diatas pH optimum terjadi penurunan absorbansi akibat berkurangnya ion H^+ sehingga kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ yang terbentuk hanya sedikit kompleks ditandai dengan warna merah jingga larutan kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ yang terbentuk sedikit pudar.

Nilai RSD dan CV untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ berturut-turut 17,867 dan 1,787 %. Sedangkan nilai RSD dan CV untuk pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ berturut-turut 13,158 dan 1,316%.



Gambar 4. Kurva pH optimum $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ suasana asam

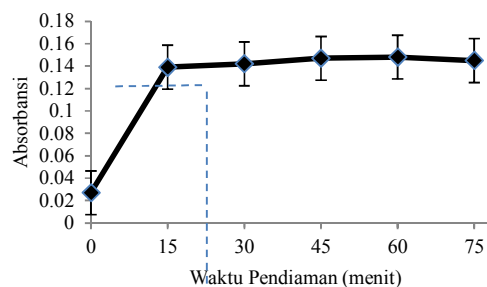


Gambar 5. Kurva pH optimum $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ suasana asam

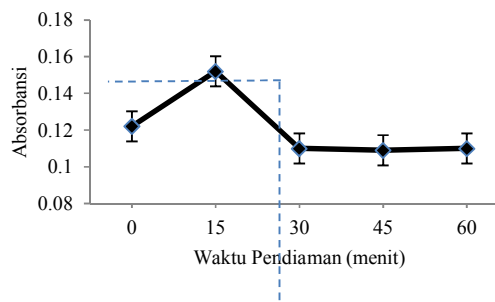
C. Penentuan Waktu Optimum Pembentukan Kompleks

Salah satu faktor yang mempengaruhi reaksi pembentukan kompleks yang stabil adalah waktu pendiaman. Larutan induk besi(III) direduksi menggunakan agen pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ atau $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$

kemudian dikomplekkan dengan 1,10-fenantrolin sehingga membentuk larutan berwarna yang stabil. Pembentukan kompleks yang sempurna memerlukan waktu pendiaman agar semua ion Fe^{2+} dapat berikatan dengan ligan 1,10-fenantrolin. Untuk mengetahui tingkat kesempurnaan kompleks Fe^{2+} dengan 1,10-fenantrolin, maka perlu dicari waktu idealnya. Pengaruh lama waktu pendiaman larutan ditentukan dengan melakukan variasi waktu dari 0 menit hingga 60 menit dengan rentang 15 menit. Penentuan waktu optimum untuk kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dilakukan pada keadaan pH optimum 4,5, sedangkan $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ pada pH optimum 5,5. Pengukuran dilakukan pada λ maksimum 512 nm. Data yang diperoleh berupa nilai absorbansi kemudian di plot terhadap waktu (menit) membentuk kurva pada Gambar 4.6 merupakan kurva waktu optimum pembentukan senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, sedangkan Gambar 4.7 merupakan kurva waktu optimum pembentukan senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$.



Gambar 6. Kurva waktu optimum pembentukan senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$



Gambar 7. Kurva waktu optimum pembentukan senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$

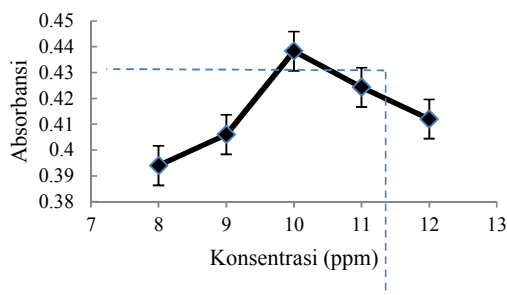
Pada Gambar 4.6 dan Gambar 4.7 terlihat bahwa pengukuran secara langsung tidak efektif karena menghasilkan absorbansi yang cukup rendah. Pendiaman larutan selama 15 menit merupakan keadaan yang optimum ditandai dengan menghasilkan puncak tertinggi pada kurva untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dengan absorbansi 0,148 dan nilai $\text{SD} = 1,732 \times 10^{-3}$, sedangkan $\text{H}_2\text{OH.HCl}$ dengan absorbansi 0,152 dan nilai $\text{SD} = 2,646 \times 10^{-3}$. Pendiaman larutan dengan waktu di atas 15 menit untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ tidak mengubah hasil absorbansi yang cukup signifikan sedangkan untuk pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ akan menurunkan absorbansi karena kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ telah rusak dan tidak stabil lagi. Selain itu, secara kualitatif dapat dilihat warna larutan kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ yang semula berwarna merah jingga pekat semakin memudar setelah jangka waktu tertentu.

Pendiaman larutan untuk membentuk kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ yang stabil selama 15 menit menghasilkan tingkat kepresisian yang baik dimana nilai RSD lebih kecil dari 20 ppt yakni berturut-turut 9,885 dan 17,406 serta nilai CV lebih kecil dari 2% yakni berturut-turut 0,988 % dan 1,741 %.

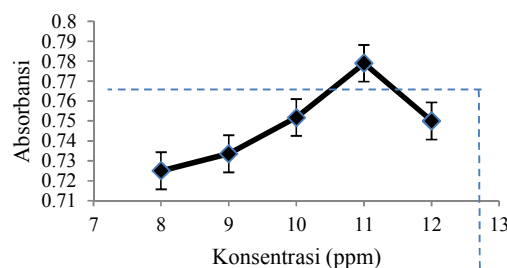
D. Penentuan Konsentrasi Optimum Pereduksi

Penentuan konsentrasi optimum pereduksi bertujuan untuk mengetahui pada konsentrasi berapa pereduksi tersebut memiliki kemampuan terbaik dalam mereduksi ion Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} . Penentuan konsentrasi optimum dari pereduksi ini berpengaruh pada banyaknya ion Fe^{2+} yang tereduksi dalam pembentukan kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ yang stabil. Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ digunakan dengan beberapa variasi konsentrasi yakni 8, 9, 10, 11, 12 ppm.

Larutan induk Fe^{3+} ditambahkan dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ atau $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ dengan beberapa variasi kemudian diukur pada kondisi optimum yang telah ditentukan. Data yang diperoleh dibuat kurva hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi seperti pada Gambar 4.8 merupakan kurva konsentrasi optimum pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan Gambar 4.9 merupakan kurva konsentrasi optimum pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$.



Gambar 8. Kurva konsentrasi optimum pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$



Gambar 9. Kurva konsentrasi optimum pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$

Pada Gambar 4.8, konsentrasi optimum dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ adalah 10 ppm dengan absorbansi 0,4348 dan nilai SD = $2,532 \times 10^{-3}$, sedangkan pada Gambar 4.9 dengan pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ konsentrasi optimum sebesar 11 ppm dengan absorbansi 0,779 dan nilai SD = $4,749 \times 10^{-3}$. Di bawah konsentrasi tersebut, absorbansi kurang optimum akibat kurangnya konsentrasi pereduksi yang digunakan untuk mereduksi Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} sehingga dalam larutan yang terukur masih terdapat ion Fe^{3+} yang belum tereduksi sehingga senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ yang terbentuk hanya sedikit. Di atas konsentrasi optimum terjadi penurunan absorbansi akibat pereduksi yang digunakan berlebih sehingga dapat berkompetisi dengan pengompleks 1,10-fenantrolin yang dapat

mempengaruhi pembentukan kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$. Kompetisi inilah yang menyebabkan serapan tidak optimum atau mengalami penurunan ditandai dengan warna merah jingga larutan kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ yang terbentuk sedikit pudar [7].

Diperoleh nilai RSD dan CV masing-masing untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ adalah 5,778 dan 0,578% sedangkan untuk pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ adalah 6,096 dan 0,609 %.

IV. KESIMPULAN

Metode analisis kadar besi secara spektrofotometri UV-Vis dapat ditentukan dengan terlebih dahulu mengetahui kondisi optimum dalam analisisnya. Dari percobaan yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dapat dijadikan sebagai alternatif pereduksi selain $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$, karena kedua pereduksi tersebut memiliki aktifitas yang mirip. Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ optimum pada pH 4,5, sedangkan $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ optimum pada pH 5,5. Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ memiliki aktivitas yang lebih baik dibuktikan dengan konsentrasi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ yang dibutuhkan lebih sedikit dibandingkan dengan $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$, yakni $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 10 ppm, sedangkan $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ 11 ppm untuk mereduksi 5 ppm $\text{Fe}(\text{III})$. Kedua pereduksi memiliki waktu optimum pembentukan kompleks pada menit ke-15. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ditemukan masih stabil diatas 15 menit, sedangkan $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ sudah rusak.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Garrow, J.S. dan James, W.P.T. (1993) *Human Nutrition and Dietetics, Ninth Edition*. Edinburgh: Churchill Livingstone. Page 174-180
- [2] Peng, Bo, Yingping S., Zhuantao G., Min Z., Yongjun M., Shengguo Z. (2015) Determination of total iron in water and foods by dispersive liquid-liquid microextraction coupled with microvolume UV-vis spectrophotometry. *Food Chemistry* 176, 288-293
- [3] Malik, A.K (2000) Direct Spectrophotometric Determination of Ferban (Iron (III) dimetyldithiocarbamate) in Commercial Sample and Wheat Grains using 4,7-Diphenyl-1,1-phenantroline. *Journal of agriculture and Food Chemistry*, Vol 48, No 12, pp5808-5811
- [4] Liyana, D. E. (2011) *Optimasi pH Buffer dan Konsentrasi Larutan Pereduksi Natrium Tiosulfat dan Timah(II)Klorida dalam Penentuan Kadar Besi secara Spektrofotometri UV-Vis*. Skripsi. Jurusan Kimia FMIPA ITS. Surabaya
- [5] Xiong, C., Jiang, Z., & Hu, B. (2006) Speciation of dissolved Fe(II) and Fe(III) in environmental water samples by micro-column packed with N-benzoyl Nphenylhydroxylamine loaded on microcrystalline naphthalene and determination by electrothermal vaporization inductively coupled plasmaoptical emission spectrometry. *Analytica Chimica Acta*, 559, 113-119
- [6] Citak, D., Tuzen, M., & Soyulak, M. (2009) Simultaneous coprecipitation of lead, cobalt, copper, cadmium, iron and nickel in food samples with zirconium(IV)hydroxide prior to their flame atomic absorption spectrometric determination. *Food and Chemical Toxicology*, 47, 2302-2307
- [7] Itodo, A. U., Abdullahi U., Saliha B. S., Happiness U. I. (2012) Color Matching Estimation of Iron Concentrations in Branded Iron Supplements Marketed in Nigeria. *Advances in Analytical Chemistry* 2 (1) : 16-23
- [8] Supartha, D. A. T. E. (2016) *Perbandingan Metode Analisis Kadar Besi antara Serimetri dan Spektrofotometer UV-Vis dengan Pengompleks o-phen*. Skripsi. Jurusan Kimia FMIPA ITS. Surabaya
- [9] Ningsih, I., H.L. Musa R., Maming (2013) *Optimasi Pengukuran Besi dengan Pereaksi Tiosianat dan 1, 10-fenantrolin serta Gangguan Beberapa Ion secara Aspek Spektrofotometri Sinar*

- Tampak*. Skripsi. Jurusan Kimia FMIPA Unhas Makassar, Sulawesi Selatan
- [10] Wang, S. (2015) *Studi Gangguan Cu^{2+} pada Analisis Besi(III) dengan Pengompleks 1,10-Fenantrolin pada pH 3,5 secara Spektrofotometri UV-Vis*. Skripsi. Jurusan Kimia FMIPA ITS. Surabaya
- [11] Puspaningtyas, A. (2004) *Optimasi pH Buffer Asetat dan Konsentrasi Larutan Pereduksi Natrium Tiosulfat dalam Penentuan Kadar Besi secara Spektrofotometri UV-Vis*. Skripsi. Jurusan Kimia FMIPA ITS. Surabaya
- [12] Hapsoro, R. A. (2012) *Perbandingan kemampuan pereduksi natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) dengan kalium oksalat ($\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$) pada analisis kadar total besi secara spektrofotometer UV-Vis*. Skripsi. Jurusan Kimia ITS Surabaya
- [13] Fisiana, A. (2012) *Perbandingan kemampuan pereduksi natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) dengan timah (II) klorida (SnCl_2) pada analisis kadar total besi secara spektrofotometer UV-Vis*. Skripsi. Jurusan Kimia ITS, Surabaya
- [14] Rahayu, W. S., Asmiyenti D. D., Fauziah (2007) *Validasi Penetapan Kadar Besi dalam Sediaan Tablet Multivitamin dengan Metode Spektrofotometri UV-Vis*. *Pharmacy*, Vol. 05 No.01