

Pengaruh Penambahan Al^{3+} dalam Penentuan Analisa Fe^{2+} pada pH 4,5 dengan Pengompleks 1,10-Fenantrolin secara Spektrofotometri Sinar Tampak

Andreana Rifki dan R.Djarot S.K.S

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)

Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111

e-mail: djarot@chem.its.ac.id

Abstrak—Penentuan analisa besi menggunakan instrument spektrofotometer sinar tampak, dimana besi dikomplekskan dengan menggunakan ligan 1,10-fenantrolin. Sebelum dikomplekskan, Fe^{3+} direduksi terlebih dahulu menjadi Fe^{2+} dengan pereduksi natrium tiosulfat akan membentuk kompleks Fe^{2+} dengan 1,10-fenantrolin yang memberikan serapan di daerah visible pada panjang gelombang 507 nm dengan penampakan warna merah orange. Analisa penentuan Fe^{2+} dengan pengompleks 1,10-fenantrolin ditambahkan ion Al^{3+} pada kondisi pH 4,5. Penambahan Al^{3+} mulai mengganggu analisa besi pada saat penambahan 0,122 ppm dengan persen recovery sebesar 90,74%.

Kata Kunci—1,10-Fenantrolin; Fe^{3+} ; Fe^{2+} ; Al^{3+} ; Natrium Tiosulfat; Spektrofotometer Sinar Tampak.

I. PENDAHULUAN

BESI berada pada urutan nomor empat kelimpahannya dalam kerak bumi setelah oksigen, silikon, dan aluminium [2]. Pada umumnya besi cenderung membentuk senyawa dalam bentuk Fe^{3+} dibandingkan dengan bentuk Fe^{2+} serta membentuk kompleks yang stabil dengan senyawa tertentu [13].

Analisa besi umumnya digunakan pengompleks seperti selenit, batofenantrolin, 1,10-fenantrolin, molybdenum dan difenil karbonat dimana warna kompleks yang dihasilkan dapat dideteksi menggunakan spektrofotometri sinar tampak [5].

Fenantrolin termasuk salah satu ligan tipe feroin yang mengandung dua cincin piridin yang mengapit cincin benzen. Untuk penentuan Fe^{2+} menggunakan pengompleks yang berbeda yaitu 1,10-fenantrolin, 4,7-difenil 1,10-fenantrolin dan 4,7-dimetil 1,10 fenantrolin akan memberikan puncak serapan yang berbeda di daerah sinar tampak ultra ungu. Kompleks besi dengan fenantrolin akan menghasilkan perubahan energi eksitasi. Dua derivat fenantrolin yang berbeda pada posisi 4 dan 7 (letak fenil untuk 4,7-difenil 1,10-fenantrolin dan dan letak metil untuk 4,7-dimetil 1,10 fenantrolin) memperjelas pengaruh substituent tertentu terhadap pengompleksan melalui gambaran spektra transisi elektronik kompleks maupun ligan terkomples [10].

Sebelum dikomplekskan dengan 1,10 fenantrolin, Fe^{3+} direduksi terlebih dahulu menjadi Fe^{2+} . Pereduksi yang umum digunakan adalah hidroksilamin hidroklorida.

Seperti penelitian yang dilakukan oleh Sri [11] pada tahun 2007 yang menggunakan hidroksilamin hidroklorida sebagai pereduksi besi yang terkandung dalam tablet multivitamin. Namun untuk penggunaan hidroksilamin hidroklorida memiliki beberapa kelemahan yaitu harus diberi perlakuan khusus yaitu harus dibuat fresh dan dibutuhkan pemanasan sebelum pengkompleksan. Selain itu dibutuhkan konsentrasi yang besar untuk mereduksi besi. Pada tahun 2004 Amelia meneliti kemampuan pereduksi $Na_2S_2O_3$ [3] dan didapatkan % recovery dari Fe^{2+} sebesar 99,243%. Dilakukan beberapa penelitian lanjutan untuk membandingkan kemampuan $Na_2S_2O_3$ dengan pereduksi lain. Seperti penelitian yang dilakukan oleh Ari (2011) yang membandingkan pereduksi $Na_2S_2O_3$ dan $K_2C_2O_4$ [1]. % Recovery untuk $Na_2S_2O_3$ adalah 77,93% dan untuk $K_2C_2O_4$ sebesar 72,77%. Berdasarkan penelitian-penelitian tersebut dan kemudahan dalam memperoleh $Na_2S_2O_3$ maka digunakan $Na_2S_2O_3$ sebagai pereduksi Fe^{3+} .

Ion pengganggu dapat mempengaruhi analisa besi menggunakan metode spektroskopi sinar tampak. Seperti penelitian yang dilakukan oleh Ayu pada tahun 2009 yang menggunakan ion pengganggu Ni^{2+} [4]. Dari hasil penelitian menunjukkan bahwa ion Ni^{2+} mulai mengganggu analisa besi pada konsentrasi 0,08 ppm pada pH 4,5 dengan % recovery sebesar 82,93%. Penelitian selanjutnya yang dilakukan oleh Pritasari pada tahun 2009 dimana ion pengganggu yang digunakan adalah Mn^{2+} [7]. Mn^{2+} mulai mengganggu pada penambahan 0,06 ppm untuk pH 4,5 dan 0,08 ppm pada pH 8,0. Dari penelitian-penelitian yang telah dilakukan, ion pengganggu yang dipilih adalah ion-ion yang berada pada golongan transisi. Pemilihan Al^{3+} sebagai ion pengganggu didasarkan pada beberapa alasan bahwa dalam bijih besi terkandung beberapa senyawa lain. Salah satunya adalah Al_2O_3 . Selain itu Fe^{3+} dan Al^{3+} memiliki beberapa kemiripan sifat. Besi membentuk senyawa yang paralel dengan tawas (alum), Fe dan Ti yang terkandung dalam oksida Al_2O_3 dalam jumlah sedikit dapat menghasilkan batu safir berwarna karakteristik dan menarik [12]. Berdasarkan hal tersebut, dalam penelitian ini dilakukan studi gangguan Al^{3+} dalam

analisa besi dengan pengompleks 1,10-fenantrolin secara spektrofotometri sinar tampak pada pH 4,5.

Standar metode dalam penelitian ini berdasarkan pada penelitian yang dilakukan oleh Risdiana pada tahun 2007 dan ASTM E439-10 tahun 2011 [6].

II. METODOLOGI PENELITIAN

A. Pembuatan Larutan Standar Fe^{3+} 100 ppm

Larutan Fe^{3+} 100 ppm diperoleh dengan cara menimbang 0,0483 gram $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ kemudian dilarutkan dengan sedikit air terdemineralisasi dalam beaker. Larutan yang telah dibuat dimasukkan dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan air terdemineralisasi sampai tanda batas [9].

B. Pembuatan Larutan Kerja $Na_2S_2O_3$ 100 ppm

Larutan kerja $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ diperoleh dengan menimbang kristal $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ sebanyak 0,0156 gram dan dilarutkan dengan sedikit air terdemineralisasi dalam beaker 100 mL. Larutan $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ tersebut dimasukkan dalam labu ukur 100 ml dan ditambahkan air terdemineralisasi sampai tanda batas [9].

C. Pembuatan Larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm

$C_{12}H_8N_2$ yang telah ditimbang sebanyak 0,100 gram dilarutkan dalam beaker 100 mL dengan sedikit air terdemineralisasi, kemudian dimasukkan dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan air terdemineralisasi sampai tanda batas [9].

D. Pembuatan Larutan Buffer Asetat pH 4,5

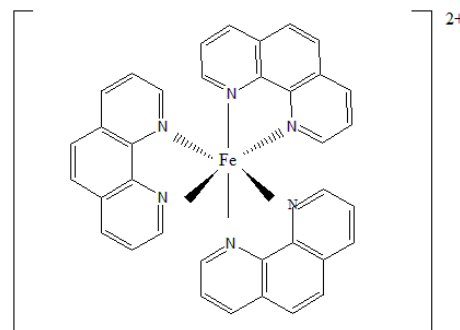
Larutan buffer asetat pH 4,5 dibuat dengan cara melarutkan CH_3COONa sebanyak 3,962 gram dalam beaker 100 mL dengan sedikit air terdemineralisasi dan 5 ml CH_3COOH p.a ($K_a = 1,75 \times 10^{-5}$). Kemudian dimasukkan dalam labu 50 mL dan ditambahkan air terdemineralisasi sampai tanda batas. Diuji pH-nya dengan menggunakan pH meter [9].

E. Pembuatan Larutan Al^{3+} 100 ppm

Serbuk $AlCl_3 \cdot 6H_2O$ ditimbang sebanyak 0,0905 gram dan dilarutkan dengan sedikit air terdemineralisasi dalam beaker 100mL. Larutan Al^{3+} dimasukkan dalam labu ukur 100mL dan ditambahkan air terdemineralisasi sampai tanda batas.

F. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum pada pH 4,5

Larutan standar Fe^{3+} 100 ppm sebanyak 0,5 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, kemudian ditambahkan 1,1 mL larutan $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ 100 ppm sebagai pereduksi; 1,5 mL larutan fenantrolin 1000 ppm; 1,5 mL larutan buffer asetat pH 4,5 dan 5 mL aseton, kemudian ditambah air terdemineralisasi hingga volumenya mencapai 10 mL. Campuran tersebut dikocok dan didiamkan selama 5 menit, dan absorbansinya diukur pada panjang gelombang 435-640 nm untuk variasi panjang gelombang dengan range 5 nm dan 460-520 nm untuk variasi 1 nm. Masing-masing prosedur diulang tiga kali. Panjang gelombang maksimum ditentukan berdasarkan absorbansi maksimum yang diperoleh.



Gambar 3.1 Struktur oktahedral dari kompleks Fe^{2+} dengan 1,10-fenantrolin

G. Pembuatan Kurva Kalibrasi pada pH 4,5

Pembuatan kurva kalibrasi dilakukan dengan memvariasikan konsentrasi Fe^{3+} 0 ppm sampai 5 ppm dengan pengukuran menggunakan spektrofotometer sinar tampak dengan panjang gelombang 507 nm.

H. Pengaruh Al^{3+} Pada Kondisi pH 4,5

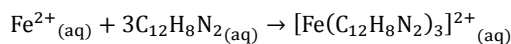
Larutan Al^{3+} divariasikan dari 0,00 ppm; 0,121 ppm ; 0,122 ppm; 0,123 ppm; 0,124 ppm dan 0,125 ppm. Larutan Al^{3+} dicampurkan dalam larutan uji sebelum penambahan 1,10-fenantrolin. Pengukuran dilakukan pada panjang gelombang 507 nm dengan pengulangan sebanyak 3 kali.

III. HASIL DAN DISKUSI

A. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Fe^{2+} - 1,10-fenantrolin pada pH 4,5

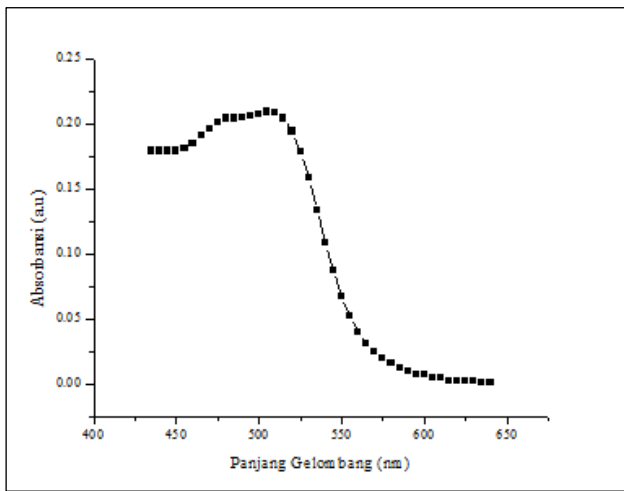
Analisa kandungan besi dalam sampel menggunakan instrument spektrofotometer sinar tampak dalam penelitian ini dilakukan dengan mengkomplekskan besi dengan agen pengkhelat 1,10-fenantrolin. Sebelum dikomplekskan dengan 1,10-fenantrolin, Fe^{3+} harus direduksi untuk mengubah Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} dengan menggunakan natrium tiosulfat ($Na_2S_2O_3$).

Setelah melalui proses reduksi, Fe^{2+} dikomplekskan dengan 1,10-fenantrolin. Berikut ini adalah persamaan reaksi pembentukan kompleks antara Fe^{2+} dengan 1,10-fenantrolin

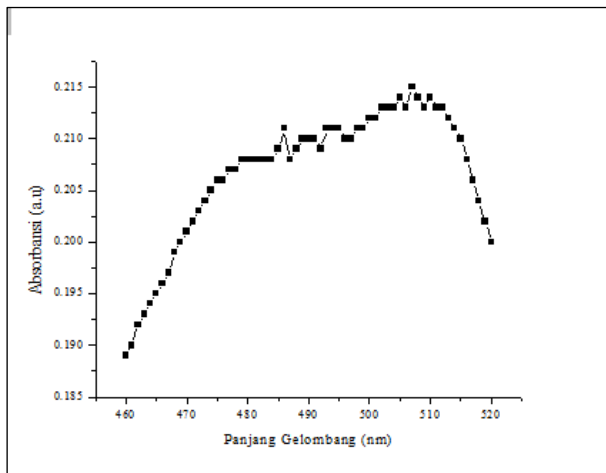


Bentuk kompleks yang terbentuk antara Fe^{2+} dengan 1,10-fenantrolin ditunjukkan pada Gambar 3.1.

Larutan Fe^{3+} akan mengalami reduksi menjadi Fe^{2+} akibat penambahan $Na_2S_2O_3$. Penambahan 1,10-fenantrolin sebagai ligan bidentat akan menghasilkan kompleks dengan Fe^{2+} yang berikatan secara kovalen koordinasi dan menghasilkan warna merah-orange. Larutan tersebut diuji menggunakan instrument spektrofotometer sinar tampak dengan pemilihan panjang gelombang dari 435-640 nm. Dari hasil pengukuran dengan menggunakan instrument sinar tampak, didapatkan nilai absorbansi tertinggi pada panjang gelombang 505 nm dengan nilai absorbansi sebesar 0,209. Gambar kurva absorbansi dengan rentang 5 nm ditunjukkan pada Gambar 3.2



Gambar 3.2 Kurva panjang gelombang versus absorbansi untuk rentang 5 nm



Gambar 3.3 Kurva panjang gelombang versus absorbansi untuk rentang 1 nm

Untuk mendapat ketepatan (validasi) dari pengukuran panjang gelombang maksimum, dilakukan pengukuran kedua dengan memilih rentang 1 nm untuk jangkauan panjang gelombang 460-520 nm. Gambar kurva hasil percobaan untuk variasi 1 nm ditunjukkan pada Gambar 3.3.

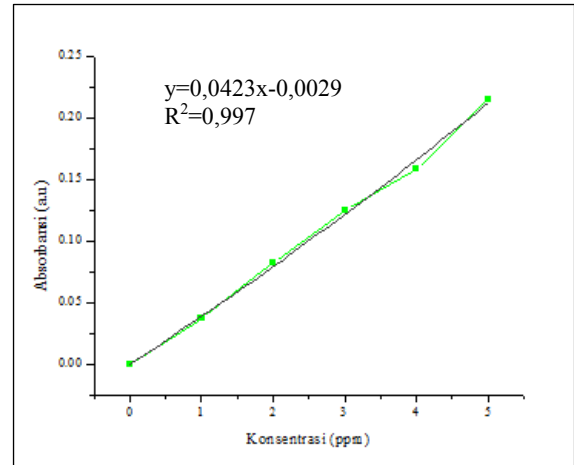
Dari kurva kedua, diperoleh nilai panjang gelombang maksimum pada 507 nm dengan absorbansi 0,215, hal ini menunjukkan kepekaan tertinggi dan kesalahan terkecil sehingga untuk pengukuran selanjutnya digunakan pengukuran dengan panjang gelombang 507 nm.

B. Pembuatan Kurva Kalibrasi pada pH 4,5

Larutan untuk membuat kurva kalibrasi dibuat dengan cara memvariasikan konsentrasi Fe³⁺. Pemilihan variasi untuk Fe³⁺ dari 0 ppm sampai 5 ppm. Pada penambahan besi dengan konsentrasi 1 ppm nampak warna kompleks dari Fe²⁺ dengan 1,10-fenantrolin berwarna orange pucat sampai bening. Seiring dengan peningkatan konsentrasi dari besi yang diberikan, warna kompleks besi semakin meningkat intensitasnya menjadi merah-orange pada kompleks Fe²⁺-1,10-fenantrolin untuk konsentrasi 5 ppm. Kompleks yang telah terbentuk tersebut diperiksa dengan spektrofotometer sinar

Tabel 3.1
Nilai absorbansi dari variasi konsentrasi Fe³⁺

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi (a.u)
0	0.000
1	0.037
2	0.082
3	0.125
4	0.159
5	0.215



Gambar 3.4 Kurva kalibrasi kompleks Fe²⁺ - 1,10- fenantrolin dengan variasi konsentrasi 0 ppm-5 ppm

tampak pada panjang gelombang 507 nm. Dari hasil pengukuran diperoleh data absorbansi pada Tabel 3.1

Nilai absorbansi dari hasil pengukuran menggunakan spektrofotometer sinar tampak dibuat kurva hubungan antara absorbansi dan konsentrasi, maka didapatkan kurva yang berbentuk linear dengan persamaan $y=0,0423x-0,0029$ dan $R^2=0,997$. Hal tersebut menunjukkan bahwa hukum Lambert-Beer telah terpenuhi. Kurva kalibrasi untuk variasi Fe³⁺ 0 ppm -5 ppm ditunjukkan pada Gambar 3.4

Kurva diatas dapat dikatakan memenuhi persyaratan linearitas karena konsentrasi dan absorbansi terletak pada 1 garis linear dengan gradient positif dan memiliki nilai $r^2=0,997$.

C. Pengaruh Penambahan Al³⁺ dalam Pembentukan Kompleks Fe²⁺ - 1,10-Fenantrolin

Pada penelitian ini dilakukan variasi Al³⁺ mulai dari 0,000 ppm, 0,121 ppm sampai 0,125 ppm. Untuk data hasil pengukuran dapat dilihat pada Tabel 3.2. Perhitungan % recovery, RSD, CV dapat dilihat pada Tabel 3.3. Gambar kurva untuk penambahan ion pengganggu Al³⁺ ditunjukkan pada Gambar 3.5.

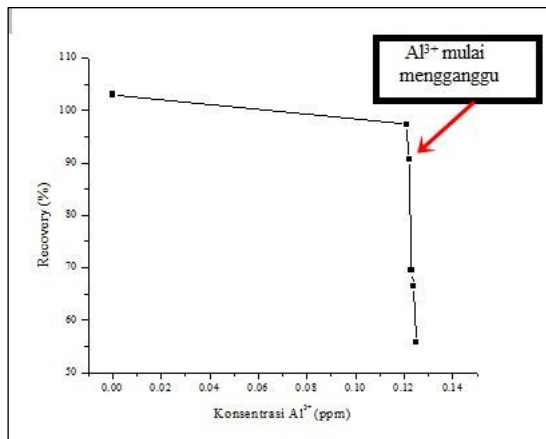
Mengacu pada persen recovery yang diijinkan untuk cuplikan biologis dan bahan makanan yaitu antara 95% sampai 105%, pada penambahan 0,122 ppm, Al³⁺ mulai mengganggu pembentukan kompleks antara Fe²⁺ dengan 1,10-fenantrolin dilihat dari % recovery yang diperoleh kurang dari 95% yaitu 90,74%. Diindikasikan bahwa pada penambahan 0,122 ppm tersebut Al³⁺ mulai berkompetisi dengan Fe²⁺. untuk berikatan secara kompleks koordinasi dengan 1,10-Fenantrolin.

Tabel 3.2
Data absorbansi kompleks Fe²⁺-1,10-fenantrolin setelah penambahan Al³⁺ konsentrasi 0,000 ppm, 0,121 ppm-0,125 ppm

C Al ³⁺ (ppm)	Absorbansi (a.u)			Absorbansi Rata-rata (a.u)
	1	2	3	
0,000	0,215	0,215	0,215	0,215
0,121	0,203	0,203	0,203	0,203
0,122	0,189	0,190	0,190	0,190
0,123	0,144	0,144	0,144	0,144
0,124	0,134	0,134	0,134	0,134
0,125	0,115	0,115	0,116	0,115

Tabel 3.3
Nilai konsentrasi besi terukur, perolehan kembali, RSD dan CV dari kompleks Fe²⁺ dengan 1,10-fenantrolin setelah penambahan Al³⁺ 0,000 ppm, 0,121 ppm-0,125 ppm

C Al ³⁺ (ppm)	C Fe ²⁺ Terukur (ppm)	Recovery (%)	SD (ppt)	CV (%)
0,000	5,151	103,03	0,000	0,000
0,121	4,868	97,36	0,000	0,000
0,122	4,537	90,74	3,722	0,372
0,123	3,473	69,46	0,000	0,000
0,124	3,326	66,52	0,000	0,000
0,125	2,787	55,74	6,148	0,615



Gambar 3.5 Kurva gangguan Al³⁺ dalam analisa besi

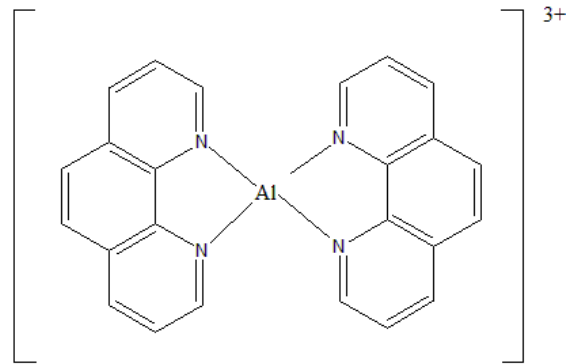
Perkiraan bentuk geometri kompleks Al³⁺ dengan 1,10-fenantrolin ditunjukkan pada gambar 3.6.

IV. KESIMPULAN

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan, dapat ditarik kesimpulan bahwa untuk analisa besi menggunakan pengompleks 1,10-fenantrolin muncul puncak maksimum pada panjang gelombang 507 nm dengan puncak serapan sebesar 0,215. Kompleks besi dengan 1,10-fenantrolin yang diberi penambahan Al³⁺ dengan variasi konsentrasi 0,121 ppm sampai 0,125 ppm menunjukkan penurunan absorbansi dan pada konsentrasi 0,122 ppm, % recovery yang diperoleh sebesar 90,74%.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Bapak Drs. Djarot S.K.S., MS selaku dosen pembimbing, dan kepada



Gambar 3.6 Perkiraan bentuk geometri [Al(C₁₂H₈N₂)₂]³⁺

Penurunan absorbansi seiring dengan penambahan konsentrasi Al³⁺ diikuti dengan penurunan intensitas warna dari larutan uji.

seluruh dosen pengajar Kimia F-MIPA ITS atas ilmu yang bermanfaat serta kepada semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu per satu.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Ari, Radityo H. 2011. Perbandingan Kemampuan Pereduksi Natrium Tiosulfat (Na₂S₂O₃) dan Kalium Oksalat (K₂C₂O₄) pada Analisa Kadar Total Besi Secara Spektrofotometri UV-Vis. Skripsi. Jurusan Kimia FMIPA ITS. Surabaya
- [2] Alaerts, G. dan Sumetri, S. 1987. Metode Penelitian Air. Usaha Nasional. Surabaya
- [3] Amelia. 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
- [4] Ayu, Desi Wulandari. 2009. Studi Gangguan Nikel pada Analisa Besi dengan Pengompleks 1,10-Fenantrolin pada pH 4,5 Secara Spektrofotometri UV-Vis. Skripsi. Jurusan Kimia FMIPA ITS. Surabaya
- [5] Eka, Desi Liyana. 2011. Optimasi pH Buffer dan Konsentrasi Larutan Pereduksi Natrium Tiosulfat (Na₂S₂O₃) dan Timah (II) Klorida (SnCl₂) dalam Penentuan Kadar Besi Secara Spektrofotometri UV - Vis. Skripsi. Jurusan Kimia FMIPA ITS. Surabaya
- [6] Mayer. V.A., dkk. 2011. Annual Book of ASTM Standards Section 3 Analytical Chemistry for Metal Ores and Related Material E-32-lastest. Eagan Mn. USA. Halaman:404-405
- [7] Pritasari, Ardyah Ayu. 2009. Studi Gangguan Mn pada Aanlisa Besi Menggunakan Pengompleks 1,10-Fenantrolin pada pH 4,5 dan pH 8,0 secara Spektrofotometri UV-Vis. Skripsi. Jurusan Kimia FMIPA ITS. Surabaya
- [8] Risdiana, Eriza. 2007. Pengaruh Penopeng Asam Tartarat dan EDTA pada Analisa Besi Menggunakan Pengompleks 1,10- Fenantrolin dengan Kehadiran ion Zn(II) pada pH 4,5 secara Spektrofotometri UV-Vis. Skripsi. Jurusan Kimia FMIPA ITS. Surabaya
- [9] Simamora, Adellina. 1999. Kompleks Besi(II) dengan 1,10-Fenantrolin, 4,7-Dimetil,1,10-fenantrolin dan 4,7-difenil 1,10-fenantrolin Karakterisasi secara Spektrofotometri Ultra Ungu Tampak. Tesis. Jurusan Kedokteran Universitas Kristen Krida Mandala. Jakarta
- [10] Sri, Wiranti Rahayu., dkk. 2007. Validasi Penetapan Kadar Besi dalam Sediaan Tablet Multivitamin dengan Metode Spektrofotometri UV-Vis. Skripsi. Farmasi Universitas Muhammadiyah. Purwokerto
- [11] Sugiyarto, KH., dkk. 2010. Kimia Anorganik Logam. Graha Ilmu. Yogyakarta
- [12] Vogel, A.I. 1990. Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro, edisi kelima. Kalman Media Pusaka. Jakarta