

PERBANDINGAN VALIDASI METODE ANALISIS ION BESI SECARA SPEKTROFOTOMETRI SINAR TAMPAK DENGAN PENGOMPLEKS KSCN DAN 1,10-ORTOFENANTROLIN

VALIDATION COMPARISON OF IRON ION ANALYSIS BY VISIBLE LIGHT SPECTROPHOTOMETRY WITH KSCN AND 1,10-ORTHOPHENANTHROLINE COMPLEXES

Oleh: Sari Rosiati Nur Khasanah & Sunarto, M.Si
Jurusan Pendidikan Kimia, FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta
E-mail: sarinurkhsnh@gmail.com & sunarto@uny.ac.id

Abstrak

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui dan menentukan validasi mana yang lebih baik dalam pengujian ion besi secara spektrofotometri sinar tampak menggunakan pengompleks 1,10-fenantrolin dan tiosianat. Garam Mohr sebagai pembuat larutan induk besi(II) metode fenantrolin, hidroksilamin sebagai pereduksi, buffer asetat pH 3,5 sebagai pemberi suasana asam dan 1,10-fenantrolin sebagai pengompleks. $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sebagai pembuat larutan induk besi(III) metode tiosianat, HCl 1:1 sebagai pemberi suasana asam dan KSCN sebagai pengompleks. Hasil penelitian menunjukkan persamaan garis regresi metode fenantrolin $Y = 0,20438X - 0,06987$ dan metode tiosianat $Y = 0,02647X - 0,03250$ dengan nilai (r) 0,99583 dan 0,99086. Berdasarkan perhitungan nilai F, kedua garis regresi tersebut linear. Batas deteksi metode fenantrolin dan metode tiosianat masing-masing 0,0061953 ppm dan 0,13241777 ppm, batas kuantitasi 0,0230651 ppm dan 0,4413926 ppm, nilai RSD 0,79317% dan 2,35718% serta %recovery 99,84% dan 93,44%. Dari hasil tersebut menunjukkan bahwa metode fenantrolin lebih baik terhadap penentuan kadar besi daripada metode tiosianat.

Kata kunci: validasi metode, analisis besi, fenantrolin, tiosianat

Abstract

This study aims to determine which validation is better in testing iron by visible light spectrophotometry using 1,10-phenantrolin and thiocyanate complexes. Mohr salts as the main iron(II) solution in phenantrolin method, hydroxylamine as reducing agent, acetate buffer pH 3.5 as giver acid atmosphere and 1,10-phenantoline as complex. $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ as a main iron(III) solution in thiocyanate method, HCl 1: 1 as acid atmosphere giver and KSCN as a complex. The results showed that the regression line of fenantrolin method is $Y = 0.20438X - 0.06987$ and thiocyanate method is $Y = 0.02647X - 0.03250$ with the r value of each is 0.99583 and 0.99086. Based on the calculation of the F value, the two regression lines are linear. The limits of detection of phenantrolin method and thiocyanate method were 0.0061953 ppm and 0.13241777 ppm respectively, limits of quantitation 0.0230651 ppm and 0.4413926 ppm respectively, Relative Standard Deviation (RSD) values are 0.79317% and 2.35718% and accuracy are 99.84% and 93.44% respectively. From these results indicate that the method of fenantrolin is better against determination of iron (Fe) than thiocyanate method.

Keywords: validation methods, iron analysis, phenanthroline, thiocyanate

PENDAHULUAN

Pencemaran air merupakan suatu peristiwa masuknya zat, unsur, energi, atau komponen lain ke dalam air sehingga berdampak pada kualitas air yang terganggu. Pencemaran air semakin berat seiring dengan masuknya limbah industri dari berbagai bahan kimia tanpa pengolahan yang

sesuai ke dalam lingkungan air, yang kadang sangat berbahaya dan beracun meskipun dalam konsentrasi yang masih rendah seperti bahan pencemar logam-logam berat. Berbagai senyawa logam berat seperti Cr, Fe, Hg dan lain-lain yang terkandung pada air limbah dapat membahayakan manusia, maka dari itu air limbah perlu

mengalami proses daur ulang agar dapat digunakan kembali atau dibuang ke lingkungan tanpa menyebabkan pencemaran[1].

Pencemaran di lingkungan pun turut meningkat karena penggunaan besi yang luas. Salah satu industri yang turut menyumbang naiknya kadar logam besi di dalam perairan adalah industri pelapisan logam. Berdasarkan Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi (2013), menyebutkan bahwa komposisi logam besi yang ada di dalam air buangan dari industri pelapisan logam di Cilodong, Depok pada tahun 2002 adalah sebesar 44,664 ppm[2]. Kadar maksimum dari logam besi (Fe) yang diijinkan menurut Keputusan Menteri Negara Lingkungan Hidup tahun 1995 tentang Baku Mutu Limbah Cair Bagi Kegiatan Industri adalah sebesar 1 ppm[3].

Kadar ion besi (Fe) pada air yang melebihi ambang batas normal dapat mengakibatkan air berbau seperti telur busuk, iritasi pada kulit dan mata, merusak dinding usus bahkan menyebabkan kematian dalam jangka panjang[4]. Maka dari itu, dibutuhkan suatu metode untuk analisis kadar ion besi baik dalam proses industri, kesehatan maupun lingkungan yang tepat agar menjamin mutu data yang diperoleh.

Kadar besi dapat dianalisis dengan menggunakan beberapa metode, diantaranya adalah gravimetri, volumetri, spektrofotometri serapan atom dan spektrofotometri sinar tampak[5]. Pengerjaannya yang sederhana, cepat, murah, praktis dan teliti dalam hasil yang diperoleh menyebabkan metode analisis kadar besi dengan spektrofotometri sinar tampak banyak digunakan. Ion besi adalah salah satu unsur yang banyak dianalisis secara

spektrofotometri melalui pembentukan kompleks dengan ligan tertentu, contohnya seperti 1,10-fenantrolin; tioglikolat; tiosianat (SCN⁻); dan 2,2-bipiridin[5].

Besi (Fe) memiliki dua tingkat oksidasi, yaitu ion besi(II) dan ion besi(III). Ion Fe³⁺ dapat direduksi menjadi ion Fe²⁺ dengan cara menambahkan beberapa reduktor, seperti Na₂S₂O₃ atau hidrosilamin hidroklorida (NH₂OH.HCl). Setelah direduksi, kemudian ion Fe²⁺ dapat membentuk kompleks dengan pengompleks 1,10-fenantrolin, absorbansinya dapat diukur dengan spektrofotometer UV-Vis. Sebaliknya, ion Fe²⁺ dapat dioksidasi menjadi ion Fe³⁺ dengan penambahan oksidator, salah satunya HNO₃. Larutan besi(III) dapat dikomplekskan dengan pengompleks tiosianat (CNS⁻) sebelum diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis[6].

Validasi merupakan suatu proses untuk membuktikan bahwa suatu metode uji layak atau absah untuk digunakan. Parameter yang ada dalam validasi metode analisis berupa batas deteksi, batas kuantitasi, linearitas, uji ketangguhan, uji ketegaran, presisi, akurasi, dan selektivitas metode. Oleh karena itu, perlu adanya validasi mengenai metode pengukuran besi, baik dengan metode 1,10-fenantrolin maupun metode tiosianat secara spektrofotometri.

Tujuan penelitian ini adalah untuk membandingkan manakah validasi metode analisis yang lebih baik dalam analisis besi secara spektrofotometri sinar tampak dengan pengompleks KSCN dan 1,10-Ortofenantrolin.

METODE PENELITIAN

Bahan Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah garam $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, garam $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 1,10-ortofenantrolin, kalium tisoanat (KCNS), hidroksilamin hidroklorida ($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$), natrium asetat trihidrat ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$), asam asetat (CH_3COOH), HCl 1:1, akuades, dan tissue roll.

Alat Penelitian

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian adalah gelas beaker, gelas ukur 100 mL, kaca arloji, spatula, pipet tetes, pipet ukur (1, 2, 5, 10, dan 20 mL), bola penghisap, erlenmeyer, corong kaca, spektrofotometer UV-Vis, botol semprot, timbangan analitik, dan labu takar.

Prosedur

Pembuatan Larutan Induk Besi(II) dan Besi(III) 1000 ppm

Dilartukan 0,7 gram $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (Garam Mohr) dalam labu ukur 100 mL dengan akuades untuk larutan induk besi(II), sedangkan larutan induk besi(III) diperoleh dari 0,484 gram $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

Pembuatan Larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm

Ditimbang sebanyak 0,1 gram padatan 1,10-fenantrolin ($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2$) dimasukkan dalam gelas beker 100 ml dan ditambahkan akuades secukupnya. Dipanaskan hingga padatan larut, kemudian dimasukkan dalam labu ukur 100 mL dan ditepatkan hingga tanda terra, dikocok hingga homogen.

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

Ditimbang 0,01 gram padatan $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ dalam gelas beker sambil dilarutkan dengan sedikit akuades. Dimasukkan dalam labu ukur

100 mL, ditambahkan akuades hingga tanda terra dan dikocok hingga homogen.

Pembuatan Larutan Buffer Asetat pH 3,5

Ditimbang 0,3972 gram $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ dalam gelas beker dan dilarutkan dengan sedikit akuades. Ditambahkan 5 mL asam asetat dan dimasukkan dalam labu ukur 50 mL. Diencerkan hingga pH 3,5 dengan akuades hingga tanda terra.

Pembuatan KSCN 0,1 M

Ditimbang 0,97 gram padatan KSCN dalam gelas beker dan dilarutkan dnegan sedikit akuades. Dimasukkan dalam labu ukur 100 mL dan ditepatkan hingga tanda terra dengan akuades sambil dikocok hingga homogen.

Pembuatan HCl 1:1

Diambil 50 mL HCl pekat 12 N dalam labu ukur 100 mL. Ditambahkan akuades hingga tanda terra dan dikocok hingga homogen.

Pembuatan Larutan Standar Besi(II) dan Besi(III) 100 ppm

Diambbil 10 mL masing-masing larutan induk besi(II) dan besi(III) dalam labu ukur 100 mL. Ditambahkan akuades hingga tanda terra dan dikocok hingga homogen.

Pengukuran dengan Pengompleks Fenantrolin Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Dipipet larutan standar Fe(II) 100 ppm sebanyak 3 mL dan dimasukkan dalam labu ukur 100 mL. Ditambahkan 1,1 mL $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$, 1,5 mL larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm dan 1 mL buffer asetat pH 3,5. Ditambahkan 5 mL aseton dan diencerkan dengan akuades hingga tanda terra, dikocok dan didiamkan 5 menit sebelum diukur absorbansinya pada panjang gelombang 400—600 nm.

Penentuan Waktu Kestabilan

Dipipet larutan standar Fe(II) 100 ppm sebanyak 3 mL dan dimasukkan dalam labu ukur 100 mL. Ditambahkan 1,1 mL $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$, 1,5 mL larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm dan 1 mL buffer asetat pH 3,5. Ditambahkan 5 mL aseton dan diencerkan dengan akuades hingga tanda terra. Diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum selama 60 menit.

Penentuan Kurva Kalibrasi

Dipipet larutan standar Fe(II) 100 ppm sebanyak 1; 1,5; 2; 2,5; 3; 3,5 dan 4 mL dan dimasukkan dalam labu ukur 100 mL. Ditambahkan 1,1 mL $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$, 1,5 mL larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm dan 1 mL buffer asetat pH 3,5. Ditambahkan 5 mL aseton dan diencerkan dengan akuades hingga tanda terra. Diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum dalam rentang waktu stabil.

Uji Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi

Diambil 25 mL akuades dan dimasukkan dalam botol sampel (sebanyak 9 botol). Ditambahkan 1,1 mL $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$, 1,5 mL larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm dan 1 mL buffer asetat pH 3,5. Ditambahkan 5 mL aseton dan dikocok hingga homogen. Diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum dalam rentang waktu stabil.

Uji Presisi

Diambil 1,5 mL larutan standar Fe(II) sebanyak 11 buah ke dalam setiap labu ukur 50 mL. Ditambahkan 0,55 mL $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$, 0,75

mL larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm dan 0,5 mL buffer asetat pH 3,5. Ditambahkan 2,5 mL aseton dan diencerkan dengan akuades hingga tanda terra. Diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum dalam rentang waktu stabil.

Uji Akurasi

Dibuat sampel uji, yaitu larutan Fe(II) 4 ppm (Larutan a) pada labu ukur 250 mL dan larutan standar Fe(II) 3 ppm (Larutan b) sebanyak 100 mL. Dimasukkan 25 mL sampel uji dan 25 mL standar masing-masing dalam labu ukur 50 mL. Dibuat larutan uji akurasi sebanyak 8 larutan uji dengan masing-masing larutan yaitu 24 mL larutan a dan 1 mL larutan b dalam labu ukur 50 mL. Ditambahkan 0,55 mL $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$, 0,75 mL larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm dan 0,5 mL buffer asetat pH 3,5. Ditambahkan 2,5 mL aseton dan diencerkan dengan akuades hingga tanda terra. Diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum dalam rentang waktu stabil.

Pengukuran dengan Pengompleks Tiosianat

Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Dipipet larutan standar Fe(III) 100 ppm sebanyak 3 mL dan dimasukkan dalam labu ukur 100 mL. Ditambahkan 2 mL larutan KSCN 0,1 M dan 1 mL larutan HCl 1:1 dan diencerkan dengan akuades hingga tanda terra, dikocok dan didiamkan 5 menit sebelum diukur absorbansinya pada panjang gelombang 400—600 nm.

Penentuan Waktu Kestabilan

Dipipet larutan standar Fe(III) 100 ppm sebanyak 3 mL dan dimasukkan dalam labu ukur 100 mL. Ditambahkan 2 mL larutan KSCN 0,1 M

dan 1 mL larutan HCl 1:1 dan diencerkan dengan akuades hingga tanda terra. Diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum selama 30 menit.

Penentuan Kurva Kalibrasi

Dipipet larutan standar Fe(III) 100 ppm sebanyak 3; 6; 9; 12; 18 dan 21 mL dan dimasukkan dalam labu ukur 100 mL. Ditambahkan 2 mL larutan KSCN 0,1 M dan 1 mL larutan HCl 1:1 dan diencerkan dengan akuades hingga tanda terra. Diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum dalam rentang waktu stabil.

Uji Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi

Diambil 25 mL akuades dan dimasukkan dalam botol sampel (sebanyak 9 botol). Ditambahkan 2 mL larutan KSCN 0,1 M dan 1 mL larutan HCl 1:1 dan dikocok hingga homogen. Diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum dalam rentang waktu stabil.

Uji Presisi

Diambil 1,5 mL larutan standar Fe(II) sebanyak 11 buah ke dalam setiap labu ukur 50 mL. Ditambahkan 1 mL larutan KSCN 0,1 M dan 0,5 mL larutan HCl 1:1 dan diencerkan dengan akuades hingga tanda terra. Diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum dalam rentang waktu stabil.

Uji Akurasi

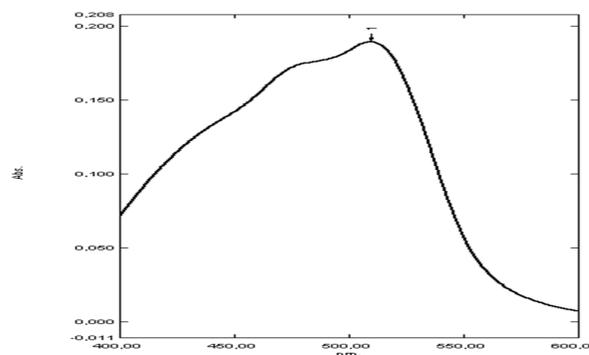
Dibuat sampel uji, yaitu larutan Fe(III) 18 ppm (Larutan a) pada labu ukur 250 mL dan larutan standar Fe(III) 12 ppm (Larutan b)

sebanyak 100 mL. Dimasukkan 25 mL sampel uji dan 25 mL standar masing-masing ke dalam labu ukur 50 mL. Dibuat larutan uji akurasi sebanyak 8 larutan uji dengan masing-masing larutan yaitu 24 mL larutan a dan 1 mL larutan b dalam labu ukur 50 mL. Ditambahkan 1 mL larutan KSCN 0,1 M dan 0,5 mL larutan HCl 1:1 dan diencerkan dengan akuades hingga tanda terra. Diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum dalam rentang waktu stabil.

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

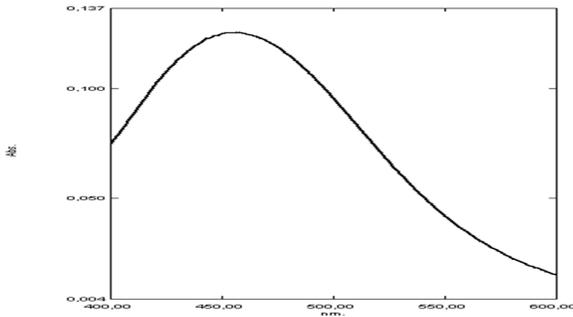
Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Panjang gelombang maksimum (λ_{maks}) larutan kompleks Fe(II)-fenantrolin diperoleh pada 509,6 nm dengan absorbansi maksimum yaitu sebesar 0,189. Pada λ_{maks} ini merupakan daerah serapan yang memiliki kepekaan tertinggi dan kesalahan terkecil.



Gambar 1. Kurva Absorbansi vs Konsentrasi Fe(II)-fenantrolin

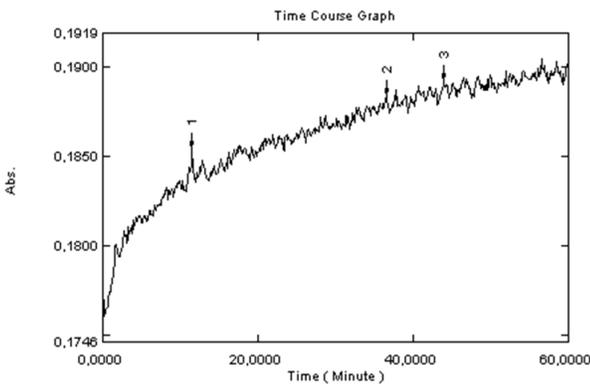
Panjang gelombang maksimum (λ_{maks}) larutan kompleks Fe(III)-tiosianat diperoleh pada 457,8 nm dengan absorbansi maksimum yaitu sebesar 0,125.



Gambar 2. Kurva Absorbansi vs Konsentrasi Fe(III)-tiosianat

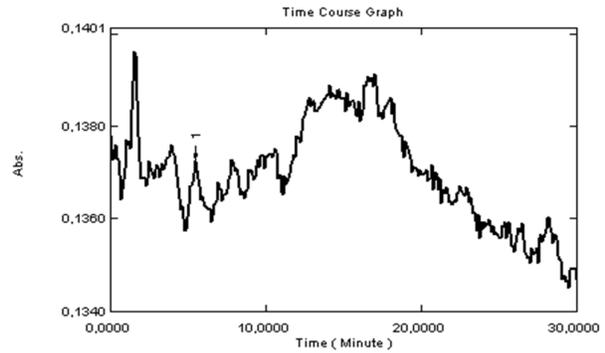
Penentuan Waktu Kestabilan Kompleks

Absorbansi kompleks Fe(II)-fenantrolin cenderung stabil pada menit ke 11,5 sampai menit ke 60. Oleh karena itu, waktu kestabilan kompleks Fe(II)-fenantrolin secara spektrofotometri UV-Vis adalah setelah 11,5 menit dari pencampuran hingga 60 menit, yang kemudian digunakan untuk analisis selanjutnya.



Gambar 3. Kurva Waktu Kestabilan Fe(II)-Fenantrolin

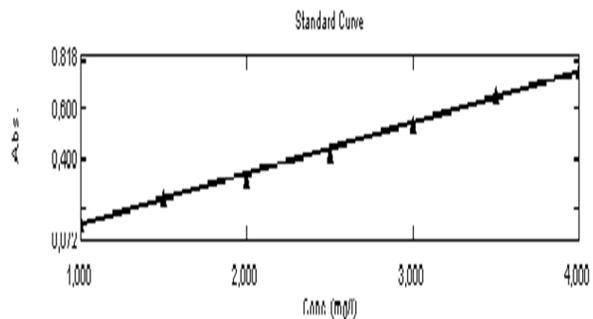
Absorbansi kompleks Fe(III)-tiosianat cenderung stabil pada menit ke 5,5 sampai menit ke 30. Oleh karena itu, waktu kestabilan kompleks Fe(III)-tiosianat secara spektrofotometri UV-Vis yang digunakan pada penelitian ini adalah setelah 5,5 menit dari pencampuran hingga 30 menit dan kemudian digunakan untuk analisis selanjutnya.



Gambar 4. Kurva Waktu Kestabilan Fe(III)-tiosianat

Penentuan Kurva Kalibrasi

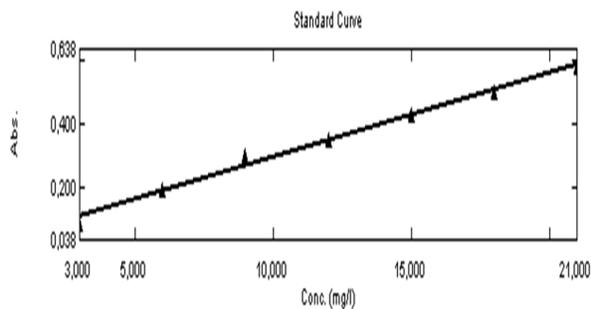
Berdasarkan hasil pengukuran, kurva kalibrasi kompleks Fe(II)-fenantrolin memiliki persamaan garis $Y = 0,20438X - 0,06987$ dengan nilai koefisien korelasi sebesar 0,99583. Linearitas persamaan garis ditentukan dengan menghitung $F_{regresi}$. Berdasarkan hasil perhitungan, diperoleh harga $F_{regresi}$ sebesar 1202,1 dengan harga F_{tabel} pada taraf signifikansi 1% dengan derajat kebebasan pembilang 1 dan penyebut 5 sebesar 16,26[7], maka $F_{regresi} > F_{tabel}$, dengan demikian persamaan regresi dari $Y = 0,20438X - 0,06987$ tersebut adalah linear dan kurva kalibrasi Fe(II)-fenantrolin tersebut memenuhi syarat untuk digunakan sebagai kurva standar.



Gambar 5. Kurva Kalibrasi Fe(II)-fenantrolin

Berdasarkan hasil pengukuran, kurva kalibrasi kompleks Fe(III)-tiosianat memiliki persamaan garis $Y = 0,02647X - 0,03250$ dengan nilai koefisien korelasi sebesar 0,99086. Hasil

perhitungan menunjukkan harga F_{regresi} sebesar 546,4 dengan harga F_{tabel} pada taraf signifikansi 1% dengan derajat kebebasan pembilang 1 dan penyebut 5 sebesar 16,26[7], maka $F_{\text{regresi}} > F_{\text{tabel}}$, dengan demikian persamaan regresi dari $Y = 0,02647X - 0,03250$ tersebut adalah linier dan kurva kalibrasi Fe(III)-tiosianat tersebut memenuhi syarat untuk digunakan sebagai kurva standar.



Gambar 6. Kurva Kalibrasi Fe(III)-tiosianat

Penentuan Daerah Kerja

Persamaan garis regresi Fe(II)-fenantrolin adalah $Y = 0,20438X - 0,06987$, sehingga daerah kerja analisis Fe(II)-fenantrolin secara spektrofotometri berdasarkan perhitungan adalah (1,32043 - 4,25614 ppm).

Persamaan garis regresi Fe(III)-tiosianat adalah $Y = 0,02647X - 0,03250$, sehingga daerah kerja analisis Fe(III)-tiosianat secara spektrofotometri berdasarkan perhitungan adalah (6,32792 - 28,99509 ppm).

Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi

Rumus perhitungan untuk batas deteksi dan batas kuantitasi:

$$LOD = \frac{3 S_y/x}{\text{slope } (a)}, \text{ sedangkan } LOQ = \frac{10 S_y/x}{\text{slope } (a)}$$

Dimana simpangan baku residual dapat dihitung dengan rumus:

$$S_y = \sqrt{\frac{\sum (y - \bar{y})^2}{n - 2}}$$

Berdasarkan perhitungan, diperoleh batas deteksi kompleks Fe(II)-fenantrolin sebesar 0,0061953 ppm. Hal ini menunjukkan bahwa nilai terkecil Fe(II)-fenantrolin yang masih dapat dideteksi dan memberi respon yaitu sebesar 0,0061953 ppm. Sedangkan batas kuantitasi diperoleh sebesar 0,0230651 ppm, hal ini menunjukkan bahwa kuantitas terkecil yang masih memenuhi kriteria keseksamaan dan kecermatan adalah sebesar 0,0230651 ppm.

Batas deteksi kompleks Fe(III)-tiosianat sebesar 0,13241777 ppm. Sedangkan batas kuantitasi berdasarkan perhitungan diperoleh sebesar 0,4413926 ppm.

Penentuan Presisi Kompleks

Deviasi Standar (SD) dapat dihitung menggunakan rumus:

$$SD = \sqrt{\frac{\sum (X - \bar{X})^2}{n - 1}}$$

Sedangkan Deviasi Standar Relatif (RSD) dapat dihitung menggunakan rumus:

$$RSD = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100\%$$

Nilai deviasi standar Fe(II)-fenantrolin dari perhitungan yakni sebesar 0,01224 ppm. Nilai deviasi standar relatif untuk larutan dengan konsentrasi 1,5 ppm adalah 11%[7], sedangkan berdasarkan perhitungan diperoleh nilai deviasi standar relatif sebesar 0,79317%. Hal tersebut menunjukkan bahwa metode fenantrolin baik untuk analisis besi(II) karena nilai deviasi standar relatifnya kurang dari 11%.

Nilai deviasi standar Fe(III)-tiosianat dari perhitungan yakni sebesar 0,148942 ppm. Nilai

deviasi standar relatif untuk larutan dengan konsentrasi 6 ppm adalah 11% [7], sedangkan berdasarkan perhitungan diperoleh nilai deviasi standar relatif sebesar 2,35718%. Hal tersebut menunjukkan bahwa metode tiosianat baik untuk analisis besi(III) karena nilai deviasi standar relatifnya kurang dari 11%.

Penentuan Akurasi Kompleks

Akurasi ditentukan dengan rumus:

$$Akurasi = \frac{\text{konsentrasi hasil pengukuran}}{\text{konsentrasi sebenarnya}} \times 100\%$$

Konsentrasi sampel kompleks Fe(II)-fenantrolin yang terukur pada metode ini sebesar 1,580 ppm dan konsentrasi standar terukur sebesar 1,513 ppm, sehingga konsentrasi terukur inilah yang digunakan untuk perhitungan uji akurasi. Berdasarkan perhitungan diperoleh akurasi sebesar 99,84%. Akurasi ini dapat dikatakan baik karena nilainya berada pada rentang akurasi yang baik, yaitu 90 – 107 % [8].

Konsentrasi sampel kompleks Fe(III)-tiosianat yang terukur sebesar 8,754 ppm dan konsentrasi standar terukur sebesar 5,764 ppm, sehingga konsentrasi terukur inilah yang digunakan untuk perhitungan uji akurasi. Berdasarkan diperoleh akurasi sebesar 93,44%. Akurasi ini dapat dikatakan baik karena nilainya berada pada rentang akurasi yang baik, yaitu 90 – 107 % [8].

Perbandingan Hasil Validasi

Hasil perhitungan untuk parameter validasi baik metode fenantrolin maupun metode tiosianat dapat dilihat pada Tabel 1 dibawah:

Tabel 1. Perbandingan Hasil Validasi

	Fe(II)- fenantrolin	Fe(III)- tiosianat	Kriteria Penerimaan
--	------------------------	-----------------------	------------------------

Linearitas (nilai r)	0,99583	0,99086	0,75 – 1
Batas Deteksi	0,0061953 ppm	0,132417 77 ppm	-
Batas Kuantitasi	0,0230651 ppm	0,441392 6 ppm	-
Presisi (%RSD)	0,79317%	2,35718 %	< 11%
Akurasi (%recovery)	99,84%	93,44%	90 – 107%

Hasil tersebut menunjukkan bahwa untuk linearitas diperoleh persamaan garis regresi metode fenantrolin dan metode tiosianat dapat dikatakan linear, dengan nilai koefisien korelasi (r) metode fenantrolin sebesar 0,99583 dan metode tiosianat sebesar 0,99086. Nilai koefisien korelasi (r) untuk metode fenantrolin lebih baik daripada metode tiosianat karena nilai tersebut mendekati nilai 1. Batas deteksi metode fenantrolin sebesar 0,0061953 ppm dan metode tiosianat sebesar 0,13241777 ppm. Nilai batas deteksi metode fenantrolin dikatakan lebih baik karena memiliki batas deteksi yang lebih kecil, menandakan bahwa metode fenantrolin lebih sensitif dalam pengukuran daripada metode tiosianat. Batas kuantitasi metode fenantrolin sebesar 0,0230651 ppm dan metode tiosianat sebesar 0,4413926 ppm. Nilai batas kuantitasi metode fenantrolin lebih baik pula karena nilai batas kuantitasi yang lebih kecil daripada metode tiosianat, menandakan bahwa dalam konsentrasi analit yang kecil metode fenantrolin masih memberikan tingkat presisi dan akurasi yang baik. Nilai RSD dari metode fenantrolin sebesar 0,79317% dan metode tiosianat sebesar 2,35718%, yang menunjukkan bahwa metode fenantrolin memiliki tingkat keseksamaan yang lebih baik. Nilai %recovery metode fenantrolin

sebesar 99,84% dan metode tiosianat sebesar 93,44%, yang menunjukkan bahwa metode fenantrolin memiliki persen perolehan kembali atau akurasi yang lebih baik.

Absorbansi cahaya UV-Vis dari senyawa kompleks Fe(II)-fenantrolin maupun Fe(III)-tiosianat berkaitan dengan panjang gelombang dari sumber atau radiasi yang memiliki energi yang sama dengan yang dibutuhkan untuk tereksitasinya elektron pada orbital keadaan dasar yang berenergi rendah ke orbital keadaan tereksitasi berenergi lebih tinggi[9]. Sistem yang menyebabkan absorpsi cahaya tersebut dikenal dengan kromofor[10].

Dari hasil tersebut, menunjukkan bahwa metode fenantrolin memiliki kelima nilai parameter validasi yang lebih baik. Hal ini disebabkan karena ligan 1,10-ortofenantrolin memiliki gugus kromofor yaitu C-N yang berikatan dengan ion logam Fe(II), dimana ikatan ini membentuk kompleks berwarna merah jingga[5]. Sedangkan ligan tiosianat memiliki gugus kromofor yaitu S-C yang berikatan dengan ion logam Fe(III), dimana ikatan ini membentuk kompleks berwarna merah pudar[11].

Gugus kromofor dalam satu molekul pada ligan 1,10-ortofenantrolin yang berikatan dengan ion Fe(II) lebih banyak daripada gugus kromofor pada ligan tiosianat yang berikatan dengan ion Fe(III), hal ini menyebabkan kompleks Fe(II)-fenantrolin lebih sensitif dalam mengabsorpsi cahaya dan lebih sensitif dalam pengukuran secara spektrofotometri UV-Vis. Oleh karena itu, metode fenantrolin dapat memiliki parameter validasi yang lebih baik dari metode tiosianat.

SIMPULAN DAN SARAN

Simpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa:

1. Parameter validasi metode, yaitu linearitas diperoleh bahwa persamaan garis regresi metode fenantrolin dan metode tiosianat dapat dikatakan linear, dengan nilai koefisien korelasi (r) metode fenantrolin sebesar 0,99583 dan metode tiosianat sebesar 0,99086. Batas deteksi metode fenantrolin sebesar 0,0061953 ppm dan metode tiosianat sebesar 0,13241777 ppm. Batas kuantitasi metode fenantrolin sebesar 0,0230651 ppm dan metode tiosianat sebesar 0,4413926 ppm. Nilai RSD dari metode fenantrolin sebesar 0,79317% dan metode tiosianat sebesar 2,35718%, serta %*recovery* metode fenantrolin sebesar 99,84% dan metode tiosianat sebesar 93,44%.
2. Dari hasil pengukuran parameter validasi yaitu linearitas, batas deteksi, batas kuantitasi, presisi dan akurasi dari metode fenantrolin dan metode tiosianat, dapat disimpulkan bahwa metode fenantrolin lebih baik terhadap penentuan kadar besi (Fe) daripada metode tiosianat.

Saran

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka peneliti memberikan saran untuk perlunya dilakukan:

1. Validasi metode analisis ion besi (Fe) dengan pengompleks fenantrolin dan tiosianat dengan parameter validasi yang lebih banyak agar mendapatkan hasil yang lebih baik.
2. Validasi metode analisis ion besi (Fe) dengan pengompleks lainnya dan dengan parameter

validasi yang lebih banyak agar mendapatkan gambaran mengenai hasil yang lebih baik.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Achmad, R. (2004). *Kimia Lingkungan*. Yogyakarta: ANDI.
- [2] BPPT. (2013). *Buku Petunjuk Teknis Limbah*. Diakses tanggal 29 Maret 2018 dari www.kelair.bppt.go.id.
- [3] Anonim. (1995). Keputusan Menteri Negara Lingkungan Hidup Nomor Kep-51/MENLH/10/1995 tentang Baku Mutu Limbah Cair bagi Kegiatan Industri.
- [4] Soemitrat S, J. (2009). *KesehatanLingkungan*. Yogyakarta: Gadjah Mada University Press.
- [5] Svehla, G. (1979). *Vogel I*. Jakarta: PT.Kalman Media Pustaka.
- [6] Pangastuti, D. D., S, R. D. S. K., & Kurniawan, F. (2017). *Perbandingan Kondisi Optimum Pereduksi Kadar Total Besi secara Spektrofotometri UV- Vis*. Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh November.
- [7] Farhan, Q. M. (2014). *Statistika Terapan*. Yogyakarta: ANDI.
- [8] Harmita. (2004). *Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya*. Yogyakarta: Majalah Ilmu Kefarmasian.
- [9] Atun, P. D. S. (2016). *Elusidasi Struktur Molekul Senyawa Organik*. Yogyakarta: UNY Press.
- [10] Dachriyanus. (2004). *Analisis Struktur Senyawa Organik Secara Spektroskopi*. Padang: Andalas University Press.
- [11] Azizah A, N. (2017). *Pengaruh Ion As^{3+} pada Analisa Besi(III) dengan Ligan 1,10-Fenantrolin dan Tiosianat Menggunakan Metode Spektrofotometri UV-Vis*. Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh November.