



***FLOW INJECTION* DENGAN DETEKSI  
SPEKTROFOTOMETRI CAHAYA TAMPAK UNTUK  
PENENTUAN  $Fe(II)$  TERKOMPLEKS FENANTROLIN**

**SKRIPSI**

Oleh

**Putri Melia Aprianty  
NIM 201810301077**

**KEMENTERIAN PENDIDIKAN TINGGI, SAINS, DAN TEKNOLOGI  
UNIVERSITAS JEMBER  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
KIMIA  
JEMBER  
2025**



***FLOW INJECTION* DENGAN DETEKSI  
SPEKTROFOTOMETRI CAHAYA TAMPAK UNTUK  
PENENTUAN  $Fe(II)$  TERKOMPLEKS FENANTROLIN**

*diajukan untuk memenuhi sebagian persyaratan memperoleh gelar Sarjana pada  
program studi kimia*

**SKRIPSI**

Oleh

**Putri Melia Aprianty  
NIM 201810301077**

**KEMENTERIAN PENDIDIKAN TINGGI, SAINS, DAN TEKNOLOGI  
UNIVERSITAS JEMBER  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
KIMIA  
JEMBER  
2025**

## **PERSEMBAHAN**

Skripsi ini saya persembahkan untuk:

1. Allah SWT yang telah memberikan berkah dan hidayah-Nya untuk melancarkan dan memudahkan selama pengerjaan tugas akhir ini.
2. Orang tua saya Ibu Zanuarti dan Bapak Djufri yang telah memberikan doa, dukungan, motivasi, dan kasih sayang sehingga saya dapat menyelesaikan masa pendidikan saya dengan baik.
3. Kakak-kakak saya Lisa Susanty, Reno Jayanty, dan Ferdi Kurniawan yang selalu memberikan doa dan semangat selama penyusunan skripsi ini.
4. Teman-teman Wolfram 2020 yang sudah menemani dan membantu saya selama masa perkuliahan.
5. Teman riset saya Feni yang telah kebersamai selama penyusunan tugas akhir skripsi, memberikan semangat, dan membantu selama penelitian.
6. Teman-teman kos kartini; Ana, Firda, Putria, Zihana, Rina, Fani, Nailul, dan Eka yang sudah menjadi sahabat sekaligus keluarga baru untuk saya selama tinggal di Jember.
7. Sahabat-sahabat saya yang ada di Jakarta; Khaulah, Shephia, Fitri, Regina, dan Aura yang selalu menghibur dan memberikan semangat.
8. Bapak dan Ibu guru di SDN Cakung Timur 10 Pagi, SMPN 234 Jakarta, SMAN 102 Jakarta, Bapak dan Ibu dosen serta teknisi di Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Jember yang telah memberikan ilmu, mendidik, dan membimbing dengan penuh kesabaran.
9. Almamater Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Jember.
10. Semua pihak yang telah membantu dan berkontribusi yang tidak dapat saya sebutkan satu-persatu.

## **MOTTO**

“Karena sesungguhnya sesudah kesulitan itu ada kemudahan, sesungguhnya  
sesudah kesulitan itu ada kemudahan”

(Terjemahan Surat Al-Insyirah ayat 5-6)

“Allah tidak membebani seseorang melainkan sesuai dengan kesanggupannya.”

(Terjemahan Surat Al-Baqarah ayat 286)

## PERNYATAAN ORISINALITAS

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Putri Melia Aprianty



NIM : 201810301077

Menyatakan dengan sesungguhnya bahwa skripsi yang berjudul: *Flow Injection dengan Deteksi Spektrofotometri Cahaya Tampak untuk Penentuan Fe(II) Terkompleks Fenantrolin* adalah benar-benar hasil karya sendiri, kecuali jika dalam pengutipan substansi disebutkan sumbernya, dan belum pernah diajukan pada institusi manapun, serta bukan karya jiplakan. Saya bertanggung jawab atas keabsahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya, tanpa adanya tekanan dan paksaan dari pihak manapun serta bersedia mendapat sanksi akademik jika ternyata di kemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, 17 Oktober 2025

Yang menyatakan,

(Me  )  


Putri Melia Aprianty

NIM 201810301077

## HALAMAN PERSETUJUAN

Skripsi berjudul *Flow Injection dengan Deteksi Spektrofotometri Cahaya Tampak untuk Penentuan Fe(II) Terkompleks Fenantrolin* telah diuji dan disetujui oleh Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember pada:

Hari : **SELASA**

Tanggal : **25 NOV 2025**

Tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas  
Jember

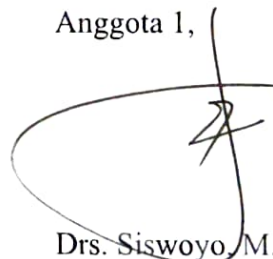
Pembimbing,

Ketua,



Yeni Maulidah Muflihah, S.Si., M.Si., Ph.D.  
NIP. 198008302006042002

Anggota 1,



Drs. Siswoyo, M.Sc., Ph.D.  
NIP. 196605291993031003

Penguji,

Anggota 2,



Asnawati, S.Si., M.Si.  
NIP. 196310121987021001

Anggota 3,



Tanti Haryati, S.Si., M.Si.  
NIP. 198010292005012002

## ABSTRACT

*Iron (Fe) is an essential micronutrient in marine ecosystems. Due to its low concentration in seawater, a sensitive and selective analytical method was required to analyze this ion. In this study, iron(II) was analyzed using the Flow Injection Analysis method and a Visible Spectrophotometer detector and phenanthroline as a reagent. The Flow Injection Analysis-Visible spectrophotometer detector, was used due to its high capacity, simplicity, and high precision for determining iron, making it widely used for various analyses. The complex of Fe(II)-phenanthroline has a maximum absorbance of 509.5 nm. Optimization of the mixing coil length and buffer pH was performed, resulting the optimum mixing coil length at 20 cm and pH 4. The optimum mixing coil length and buffer pH were then tested for their characteristics in iron(II) analysis using phenanthroline reagent using the flow injection analysis method and a Visible spectrophotometer detector. The measurement results showed good linearity in the concentration range of 0–0.3 ppm, with a regression value ( $R^2$ ) of 0.9964. The limit of detection was 0.00258 ppm and the limit of quantification was 0.00860 ppm, with a sensitivity of 0.919. The repeatability ( $K_v$ ) for each Fe(II) concentration was <5%. Recovery tests showed good results, namely 88% (low), 95% (moderate), and 94.5% (high). Interference studies indicated that  $Na^+$ ,  $Mg^{2+}$ , and  $Ca^{2+}$  ions can influence complex formation. The greatest interference occurred with  $Ca^{2+}$  ions at 41.85% at a concentration of 0.06 ppm, followed by  $Mg^{2+}$  (41.37%) at a concentration of 0.06 ppm and  $Na^+$  (33.47%) at a concentration of 0.06 ppm.*

**Keywords:** *Fe(II), FIA, visible spectrophotometry, phenanthroline, seawater, ion interference.*

## RINGKASAN

***Flow Injection* dengan Deteksi Spektrofotometri Cahaya Tampak untuk Penentuan Fe(II) Terkompleks Fenantrolin;** Putri Melia Aprianty; 201810301077; 28 halaman; Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Besi(II) merupakan unsur yang keberadaannya terbanyak keempat di kerak bumi dan berperan penting sebagai mikronutrien untuk pertumbuhan organisme laut. Kadar besi yang rendah dapat menghambat pertumbuhan fitoplankton, dapat menyebabkan anemia pada tubuh manusia, sedangkan zat besi yang berlebih dapat menyebabkan kerusakan hati dan ginjal. Besi tersedia dalam bentuk besi(II) dan besi(III). Besi(III) secara termodinamika lebih stabil, namun besi(II) lebih mudah larut dalam air dan tersedia banyak di alam. Kadar besi(II) dapat dianalisis dengan beberapa metode seperti *Flow Injection Analysis* (FIA), spektrofotometer UV-Visible, spektrofotometer serapan atom, dan lain-lain. Metode-metode tersebut memiliki kekurangan seperti membutuhkan waktu analisis yang lebih lama, dan biaya yang tinggi. Berdasarkan hal tersebut, penelitian ini menggunakan metode penggabungan FIA dengan detektor spektrofotometer cahaya tampak, dan reagen fenantrolin. Metode penggabungan ini merupakan yang sederhana dan akurat untuk menentukan besi dalam larutan. Pengukuran besi(II) menggunakan FIA ini dipengaruhi oleh panjang *mixing coil*, dan pH buffer. Pengukuran besi(II) dengan reagen fenantrolin juga dapat mengalami gangguan oleh beberapa ion logam seperti  $\text{Na}^+$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ , dan  $\text{Ca}^{2+}$ . Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kondisi optimum pH buffer dan panjang *mixing coil* dalam metode *Flow Injection Analysis* yang dikombinasikan dengan spektrofotometri cahaya tampak, mengetahui kinerja dari metode FIA-spektrofotometer cahaya tampak, serta mengetahui pengaruh ion pengganggu  $\text{Na}^+$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ , dan  $\text{Ca}^{2+}$  terhadap absorbansi kompleks Fe-Fenantrolin.

Penelitian ini diawali dengan penentuan panjang gelombang maksimum kompleks  $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ . Tahap selanjutnya yaitu optimasi panjang *mixing coil* dengan variasi 20, 40, 60, 80, dan 100 cm, kemudian optimasi pH buffer asetat

dengan variasi 3; 3,5; 4; 4,5; dan 5 menggunakan FIA-spektrofotometri cahaya tampak dengan panjang *mixing coil* optimum. Tahap selanjutnya yaitu dibuat larutan standar Fe(II) dari konsentrasi 0,1 ppm sampai 0,6 ppm untuk kurva kalibrasi. Analisis Fe(II) dalam air laut selanjutnya dilakukan untuk diketahui kadarnya. Kinerja metode FIA-spektrofotometri cahaya tampak diuji karakteristiknya dalam menganalisis Fe(II) mulai dari linieritas, limit deteksi, sensitivitas, keterulangan, dan % *recovery*. Tahap selanjutnya dilakukan uji ion pengganggu Na<sup>+</sup>, Mg<sup>2+</sup>, dan Ca<sup>2+</sup>, untuk mengetahui di konsentrasi berapa ion tersebut memberikan gangguan.

Hasil pengukuran panjang gelombang maksimum dari kompleks [Fe(C<sub>12</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>)<sub>3</sub>]<sup>2+</sup> yaitu pada 509,5 nm, dengan panjang *mixing coil* optimum pada 20 cm, dan pH buffer optimum pada pH 4. Uji karakteristik pengukuran Fe(II) dengan reagen fenantrolin menggunakan FIA-Spektrofotometer cahaya tampak menunjukkan linearitas pada rentang konsentrasi 0–0,3 ppm dan nilai regresi (R<sup>2</sup>) sebesar 0,9964. Nilai *Limit of Detection* (LOD) yang didapat sebesar 0,00258 ppm, sedangkan *Limit of Quantification* (LOQ) sebesar 0,00860 ppm. Sensitivitas metode dinyatakan dengan nilai slope sebesar 0,919. Ketelitian pengukuran berada pada kisaran 96,43% hingga 99,39%. Kadar Fe(II) dalam sampel air laut yang dianalisis diperoleh sebesar 0,039 ppm. Uji *recovery* menghasilkan nilai pemulihan sebesar 88% pada larutan *spike* konsentrasi rendah, 95% pada larutan *spike* konsentrasi sedang, dan 94,5% pada larutan *spike* konsentrasi tinggi. Hasil uji ion pengganggu Na<sup>+</sup>, Mg<sup>2+</sup>, dan Ca<sup>2+</sup> terhadap absorbansi kompleks Fe(II)-fenantrolin menunjukkan bahwa ion Na<sup>+</sup>, Mg<sup>2+</sup>, dan Ca<sup>2+</sup> dapat mengganggu pembentukan kompleks. Gangguan terbesar ditunjukkan oleh ion Ca<sup>2+</sup> pada konsentrasi 0,06 ppm dengan penurunan absorbansi sebesar 41,85%, diikuti oleh Mg<sup>2+</sup> sebesar 41,37% pada konsentrasi 0,06 ppm dan Na<sup>+</sup> sebesar 33,47% pada konsentrasi 0,06 ppm. Hal ini menunjukkan bahwa metode FIA-spektrofotometer cahaya tampak dapat memberikan hasil yang cukup akurat, dan dapat diandalkan untuk analisis kadar besi(II) dalam air laut.

## PRAKATA

Puji syukur kepada Allah SWT atas berkat, rahmat dan hidayah-Nya sehingga penulis mampu menyelesaikan skripsi yang berjudul “*Flow Injection* dengan Deteksi Spektrofotometri Cahaya Tampak untuk Penentuan Fe(II) Terkompleks Fenantrolin”. Penulis menyadari bahwa selama penyusunan skripsi ini penulis mendapat bimbingan dan bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis menyampaikan terima kasih kepada:

1. Bapak Prof. Drs. Dafik, M.Sc., Ph.D. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
2. Ibu Prof. Dr. Anak Agung Istri Ratnadewi S.Si., M.Si. selaku Ketua Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam;
3. Ibu Yeni Maulidah Muflihah, S.Si., M.Si., Ph.D. selaku Dosen Pembimbing Utama dan Bapak Drs. Siswoyo M.Sc., Ph.D. selaku Dosen Pembimbing Anggota;
4. Ibu Asnawati S.Si., M.Si. selaku Dosen Penguji Utama dan Ibu Tanti Haryati, S.Si., M.Si. selaku Dosen Penguji Anggota;
5. Bapak Drs. Achmad Sjaifullah, M.Sc., Ph.D., dan Ibu Ika Oktaviana, S.Si., M.Sc., sebagai Dosen Pembimbing Akademik yang telah memberikan bimbingan dan saran selama masa perkuliahan;
6. Seluruh dosen Jurusan Kimia FMIPA Universitas Jember yang telah memberikan ilmu selama masa perkuliahan dan penelitian saya;
7. Seluruh staf dan teknisi laboratorium Jurusan Kimia FMIPA Universitas Jember yang telah membantu selama penelitian berlangsung; dan
8. Semua pihak yang telah membantu dan berkontribusi selama proses penyusunan skripsi ini yang tidak dapat disebutkan satu persatu.

Penulis menyadari bahwa dalam penyusunan skripsi ini masih terdapat kekurangan. Penulis berharap skripsi ini dapat memberikan manfaat bagi pembacanya.

Jember, 17 Oktober 2025

Penulis

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	<b>i</b>
<b>PERSEMBAHAN</b> .....	<b>ii</b>
<b>MOTTO</b> .....	<b>iii</b>
<b>PERNYATAAN ORISINALITAS</b> .....	<b>iv</b>
<b>HALAMAN PERSETUJUAN</b> .....	<b>v</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>vi</b>
<b>RINGKASAN</b> .....	<b>vii</b>
<b>PRAKATA</b> .....	<b>ix</b>
<b>DAFTAR ISI</b> .....	<b>x</b>
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	<b>xiii</b>
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	<b>xiv</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	<b>xv</b>
<b>BAB 1. PENDAHULUAN</b> .....	<b>1</b>
<b>1.1 Latar Belakang</b> .....	<b>1</b>
<b>1.2 Rumusan Masalah</b> .....	<b>3</b>
<b>1.3 Batasan Masalah</b> .....	<b>4</b>
<b>1.4 Tujuan Penelitian</b> .....	<b>4</b>
<b>1.5 Manfaat Penelitian</b> .....	<b>4</b>
<b>BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	<b>5</b>
<b>2.1 Besi</b> .....	<b>5</b>
<b>2.2 <i>Flow Injection Analysis (FIA)</i></b> .....	<b>6</b>
<b>2.3 Spektrofotometer Cahaya Tampak</b> .....	<b>8</b>
<b>2.4 Fenantrolin</b> .....	<b>10</b>
<b>2.5 Ion Pengganggu</b> .....	<b>11</b>
<b>BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN</b> .....	<b>13</b>
<b>3.1 Waktu dan Tempat Penelitian</b> .....	<b>13</b>
<b>3.2 Alat dan Bahan Penelitian</b> .....	<b>13</b>
3.2.1 Alat Penelitian .....	13
3.2.2 Bahan Penelitian .....	13

<b>3.3 Rancangan Penelitian .....</b>	<b>14</b>
3.3.1 Diagram Alir Penelitian .....	14
<b>3.4 Prosedur Penelitian .....</b>	<b>15</b>
3.4.1 Pembuatan Larutan-larutan .....	15
3.4.2 Skema Alat .....	15
3.4.3 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum .....	15
3.4.4 Optimasi Panjang <i>Mixing Coil</i> .....	15
3.4.5 Optimasi pH Buffer .....	15
3.4.6 Pembuatan Kurva Kalibrasi .....	16
3.4.7 Karakteristik Data .....	16
3.4.8 Preparasi Sampel Air Laut .....	16
3.4.9 Pengukuran Kadar Fe(II) dalam Sampel Air Laut .....	16
3.4.10 Uji Ion Pengganggu Mg(II), Ca(II), Na(I) .....	16
3.4.11 Uji <i>Recovery</i> .....	16
<b>BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>17</b>
<b>4.1 Kondisi Optimum FIA-Spektrofotometer Cahaya Tampak untuk Penentuan Fe(II) .....</b>	<b>17</b>
4.1.1 Panjang Gelombang Maksimum Senyawa Kompleks Fe(II)-fenantrolin .....	17
4.1.2 Panjang <i>Mixing Coil</i> Optimum untuk Penentuan Fe(II)-fenantrolin Menggunakan FIA-Spektrofotometer Cahaya Tampak .....	18
4.1.3 pH Buffer Optimum Fe <sup>2+</sup> untuk Penentuan Fe(II)-fenantrolin .....	19
<b>4.2 Kinerja FIA-Spektrofotometer Cahaya Tampak untuk Menganalisis Kadar Fe(II) .....</b>	<b>21</b>
4.2.1 Rangkaian FIA-Spektrofotometer Cahaya Tampak untuk Penentuan Fe(II)-fenantrolin .....	21
4.2.2 Linearitas .....	21
4.2.3 Limit Deteksi .....	22
4.2.4 Sensitivitas .....	23
4.2.5 Keterulangan .....	23
4.2.6 Kandungan Fe(II) dalam Sampel Air Laut .....	24

4.2.7 Uji <i>Recovery</i> .....	24
<b>4.3 Pengaruh Ion Pengganggu terhadap Pengukuran Fe(II)</b>	
<b>dengan Fenantrolin .....</b>	<b>25</b>
<b>BAB 5. PENUTUP .....</b>	<b>28</b>
<b>5.1 Kesimpulan .....</b>	<b>28</b>
<b>5.2 Saran .....</b>	<b>28</b>
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>29</b>
<b>LAMPIRAN-LAMPIRAN .....</b>	<b>32</b>

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Spektrum Sinar Tampak dan Warna Komplementernya .....	10
Tabel 2.2 Batas Toleransi Ion Asing pada Penentuan Ion Fe Total .....	12
Tabel 2.3 Ion-ion Major dan Minor dalam Air Laut pada Salinitas 35% .....	12
Tabel 4.1 Hasil Uji <i>Recovery</i> .....	25

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Prinsip Kerja <i>Flow Injection Analysis</i> .....	6
Gambar 2.2 Prinsip Kerja Spektrofotometer UV-Cahaya Tampak .....	9
Gambar 2.3 Pembentukan Kompleks Besi(II)-fenantrolin .....	11
Gambar 3.1 Skema Analisis Fe(II) dengan Metode <i>Flow Injection Analysis</i> Menggunakan Spektrofotometri Cahaya Tampak .....	15
Gambar 4.1 <i>Scanning</i> Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Fe(II)-fenantrolin.....	17
Gambar 4.2 Diagram Tingkat Energi Fe(II)-fenantrolin dari Energi Tertinggi (HOMO) ke Energi Terendah (LUMO).....	18
Gambar 4.3 Kurva Hubungan Panjang <i>Mixing Coil</i> dengan Absorbansi .....	19
Gambar 4.4 Kurva Hubungan pH Buffer dengan Absorbansi .....	20
Gambar 4.5 Rangkaian Alat <i>Flow Injection Analysis</i> dengan Detektor Spektrofotometer Cahaya Tampak.....	21
Gambar 4.6 Kurva Kalibrasi Larutan Standar Besi(II) .....	22
Gambar 4.7 Nilai Keterulangan Setiap Konsentrasi Larutan Standar Fe(II) ..	23
Gambar 4.8 Kurva Pengaruh Penambahan Ion (a.) Na(I), (b.) Mg(II), dan (c.) Ca(II) dalam Pengukuran Fe(II)-fenantrolin .....	26

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Prosedur Penelitian .....	32
Lampiran 2 Pembuatan Larutan Buffer Asetat .....	36
Lampiran 3 Perhitungan .....	40
Lampiran 4 Data Penentuan Panjang Gelombang Maksimum [Fe(C <sub>12</sub> H <sub>8</sub> N <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> ] <sup>2+</sup> .....	42
Lampiran 5 Data Absorbansi Pengukuran Optimasi Variasi Panjang <i>Mixing Coil</i> .....	46
Lampiran 6 Data Absorbansi Pengukuran Optimasi Variasi pH Buffer Asetat.....	47
Lampiran 7 Kinerja FIA-spektrofotometer Cahaya Tampak untuk Menganalisis Kadar Fe(II) .....	48
Lampiran 8 Uji Ion Pengganggu Mg(II), Ca(II), Na(I) .....	52
Lampiran 9 Analisis Sampel .....	61

## BAB 1. PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Besi (Fe) merupakan unsur terbanyak keempat di kerak bumi dan sangat penting sebagai mikronutrien untuk pertumbuhan organisme laut. Besi berperan penting dalam proses metabolisme fitoplankton. Kadar besi yang rendah dapat menghambat pertumbuhan fitoplankton, terutama di perairan yang memiliki kandungan nitrat tinggi dan kadar klorofil yang rendah, yang dikenal sebagai kondisi HNLC (*High Nutrient, Low Chlorophyll*) (Huang *et al.* 2020). Besi juga memiliki peran penting pada tubuh manusia. Kadar zat besi yang berlebih dapat menyebabkan kerusakan hati dan ginjal (*hemochromatosis*), namun kekurangan zat besi juga dapat menyebabkan anemia (Ali *et al.* 2019). Kadar zat besi sendiri di perairan alami berjumlah sekitar 0,05-0,2 mg/L. Kadar besi di air tanah yang memiliki kadar oksigen yang sedikit berjumlah sekitar 10-100 mg/L, di air hujan berjumlah 0,05 mg/L, sedangkan di air laut berjumlah 0,01 mg/L (Ika *et al.* 2012).

Kadar besi, baik besi(II) maupun besi(III) dapat dianalisis dengan beberapa metode seperti seperti *flow injection analysis* (Farhood dan Taha, 2022), spektrofotometri UV-cahaya tampak (Anjarsari dan Djarot, 2019), spektrofotometri serapan atom (SSA) (Bahril *et al.* 2019), *flow injection potentiometry* (Bralić dan Radić, 1999), dan *differential pulse voltammetry* (DPV) (Irdhawati *et al.* 2021). FIA adalah teknik yang sederhana, cepat dan serbaguna dengan berbagai aplikasi. Komponen utama sistem FIA meliputi pompa, katup injeksi, detektor, dan manifold pipa (Chen *et al.* 2023). Detektor yang digunakan dalam FIA umumnya yaitu spektrofotometer cahaya tampak. Hal ini dikarenakan metode penggabungan FIA dengan spektrofotometer cahaya tampak ini merupakan pendekatan kapasitas tinggi, sederhana, dan presisi tinggi untuk menentukan besi dalam larutan berair (Farhood dan Taha, 2022).

Pengukuran sampel menggunakan FIA dapat dipengaruhi beberapa faktor antara lain panjang *mixing coil*, diameter pipa, volume injeksi, dan laju alir (Trojanowicz, 2008; Cerdà *et al.* 2014). Panjang *mixing coil* dapat mempengaruhi reaksi antara sampel dengan reagen dan puncak yang akan dihasilkan nantinya.

Penelitian yang dilakukan oleh Rehman *et al.* (2008) yang mengoptimasi panjang *mixing coil* dengan variasi 10-80 cm, menghasilkan *mixing coil* optimum pada 20 cm. pH buffer juga merupakan salah satu hal yang bisa mempengaruhi hasil pengukuran FIA. pH buffer dapat mempengaruhi bentuk profil puncak yang dihasilkan (Trojanowicz, 2008). Kondisi pH yang sangat asam ataupun basa dapat menyebabkan pembentukan kompleks Fe(II)-fenantrolin kurang optimal. Penelitian Ningsih *et al.* (2014) mengoptimasi pH buffer dengan variasi pH 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 dan menghasilkan pH buffer optimum pada pH 4.

Fe di lautan terdapat dalam bentuk Fe(II) dan Fe(III). Fe(III) lebih stabil secara termodinamika, sedangkan Fe(II) jauh lebih larut dalam air dan tersedia secara hayati. Transformasi kedua spesies ini diatur oleh banyak faktor, seperti pH, cahaya, dan oksigen terlarut Huang *et al.* (2020). Farhood dan Taha, (2022) telah melakukan penelitian menggunakan detektor spektrofotometer UV-cahaya tampak dengan mereaksikan besi(II) dengan reagen 4,7-Difenil-1,10-fenantrolin (Bathofenantrolin) dan membentuk kompleks merah yang menyerap pada 533 nm. Penelitian lainnya dilakukan oleh Rehman *et al.* (2008) menggunakan metode FIA dengan detektor spektrofotometer UV-cahaya tampak untuk penentuan jumlah besi dalam air tawar menggunakan reagen 1,10-fenantrolin menghasilkan kompleks yang berwarna oranye kemerahan yang diukur pada panjang gelombang 510 nm.

Reagen fenantrolin digunakan dalam analisis besi(II) karena kompleks besi(II)-fenantrolin dapat terbentuk dalam waktu yang singkat. Adanya ion  $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$  menghasilkan warna komplementer merah dalam lingkungan asam. Warna merah oranye tersebut stabil dalam waktu yang cukup lama untuk rentang pH 2-9. Hal tersebut berarti pada suasana asam ataupun basa, pengukuran dapat dilakukan. Pengukuran pun dapat terbaca dalam rentang panjang gelombang 480 nm–560 nm, yang membuat pengujian dapat dilakukan menggunakan metode spektrofotometer cahaya tampak (Anjarsari dan Djarot, 2019).

Pengukuran besi(II) dengan reagen 1,10-fenantrolin dapat mengalami gangguan oleh beberapa ion logam seperti mangan, tembaga, nikel, kobalt, dan ion lainnya. Ion-ion tersebut melakukan gangguan terhadap pengukuran ion besi dengan menurunkan absorbansi (Sari dan Djarot, 2015). Penelitian yang dilakukan

oleh Akmeşe dan Asan, (2017) yang meneliti Fe total dalam air sungai dan air laut menggunakan reagen 1-nitroso-2-naftol-3,6 sulfonat (Nitroso R-salt) ditemukan beberapa gangguan pada ambang batas  $\leq 50.000 \mu\text{g/L}$  seperti ion Cr(III), Al(III), Cd(II), Mn(II), K(I), Na(I), Mg(II), Ca(II), dan ion lainnya. Penelitian lain yang dilakukan Rehman *et al.* (2008), yang meneliti Fe(II) dalam air tawar menggunakan reagen fenantrolin ditemukan beberapa gangguan, diantaranya Ca(II), Mg(II), Pb(II), Zn(II), dan ion pengganggu lainnya.

Berdasarkan penelitian dengan reagen yang disebutkan diatas, penentuan besi(II) akan dilakukan dengan metode FIA dengan detektor spektrofotometer cahaya tampak menggunakan reagen 1,10-fenantrolin. Penelitian ini juga akan melakukan optimasi pH buffer variasi pH 3; 3,5; 4; 4,5; dan 5, serta optimasi panjang *mixing coil* dengan variasi 20, 40, 60, 80, dan 100 cm. Variasi pH tersebut dipilih karena penelitian yang telah dilakukan, pH optimum dihasilkan pada pH 4, dan reagen 1,10-fenantrolin spesifik dalam suasana asam. Variasi panjang *mixing coil* tersebut dipilih karena penelitian yang telah dilakukan, panjang *mixing coil* dihasilkan pada panjang 20 cm. Metode ini telah dilakukan secara luas pada penentuan besi(II) di beberapa tempat matriks sampel dan menunjukkan hasil analisis yang cepat dan efisien. Penelitian ini juga akan mempelajari gangguan dari ion Mg(II), Ca(II), dan Na(I). Ion-ion tersebut dipilih karena merupakan ion-ion yang banyak berada di laut, selain itu, ion-ion tersebut memiliki muatan yang sama dengan Fe(II).

## 1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dalam penelitian ini yaitu:

1. Bagaimana kondisi optimum FIA-Spektrofotometer cahaya tampak untuk analisis Fe(II) dengan parameter pH buffer dan panjang *mixing coil*?
2. Bagaimana kinerja FIA-Spektrofotometer cahaya tampak untuk analisis kadar Fe(II) ditinjau dari linearitas, sensitivitas, *repeatability*, limit deteksi, dan uji *recovery*?
3. Bagaimana pengaruh gangguan dari ion Mg(II), Ca(II) dan Na(I) terhadap pengukuran Fe(II) dengan fenantrolin?

### 1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah yang dipakai dalam penelitian ini yaitu:

1. Laju alir dan volume injeksi yang digunakan tetap yaitu 2 mL/menit, dan 0,2 mL.
2. FIA yang digunakan merupakan FIA dengan satu aliran.

### 1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan pada penelitian ini adalah:

1. Mengetahui kondisi optimum FIA-spektrofotometer cahaya tampak untuk analisis Fe(II) dengan parameter pH buffer dan Panjang *mixing coil*
2. Mengetahui kinerja FIA-spektrofotometer cahaya tampak untuk analisis kadar Fe(II) ditinjau dari linearitas, sensitivitas, *repeatability*, limit deteksi, dan uji *recovery*
3. Mengetahui pengaruh gangguan dari ion Mg(II), Ca(II) dan Na(I) terhadap pengukuran Fe(II) dengan fenantrolin.

### 1.5 Manfaat

Hasil penelitian ini diharapkan mampu memberikan informasi tentang penggunaan *flow injection analysis* untuk penentuan Fe(II) menggunakan detektor spektrofotometer cahaya tampak dengan reagen 1,10-fenantrolin, dan dalam analisis ini dapat diketahui kondisi optimum Fe(II)-fenantrolin berdasarkan parameter pH buffer dan panjang *mixing coil*, serta dapat mengetahui pengaruh ion pengganggu yang ada dalam kompleks Fe(II)-fenantrolin.

## BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Besi

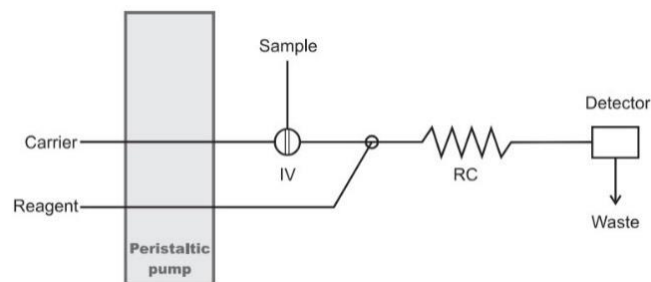
Besi (Fe) adalah unsur terbanyak keempat di kerak bumi dan sangat penting sebagai mikronutrien untuk pertumbuhan organisme laut. Besi berperan penting dalam proses metabolisme fitoplankton, namun, besi juga dapat menghambat pertumbuhan fitoplankton, terutama di perairan yang memiliki kandungan nitrat tinggi dan kadar klorofil yang rendah, yang dikenal sebagai kondisi HNLC (*High Nutrient, Low Chlorophyll*). Kemampuan lautan untuk menyerap karbon dioksida ( $\text{CO}_2$ ) melalui proses yang disebut pompa karbon biologis akan menurun ketika pertumbuhan fitoplankton terhambat, juga menurun. Fe di lautan terdapat dalam bentuk Fe(II) dan Fe(III). Fe(III) lebih stabil secara termodinamika, sedangkan Fe(II) jauh lebih larut dalam air dan tersedia secara hayati. Transformasi kedua spesies ini diatur oleh banyak faktor, seperti pH, cahaya, dan oksigen terlarut (Huang *et al.* 2020). Kadar zat besi sendiri di perairan alami berjumlah sekitar 0,05-0,2 mg/L. Kadar besi di air tanah yang memiliki kadar oksigen yang sedikit berjumlah sekitar 10-100 mg/L, di air hujan berjumlah 0,05 mg/L, sedangkan di air laut berjumlah 0,01 mg/L (Ika *et al.* 2012). Besi juga memiliki peran penting pada tubuh manusia. Kadar zat besi yang berlebih dapat menyebabkan kerusakan hati dan ginjal (*hemochromatosis*), namun kekurangan zat besi juga dapat menyebabkan anemia (Ali *et al.* 2019).

Kadar besi dapat dianalisis dengan berbagai teknik, seperti spektrofotometri serapan atom, fluorometri, *flow injection*, juga spektrofotometri UV-cahaya tampak. Teknik tersebut banyak dipakai karena dinilai akurat, cepat, dan praktis. Kadar besi ditentukan melalui pembentukan senyawa kompleks. Sebanyak lebih dari lima puluh reagen pengompleks telah dilaporkan dalam dua dekade terakhir, di antaranya 1,10-fenantrolin, bathofenantrolin sulfonat, ferrozine, azid tetrahidrofuran, tiosianat-benziltriethylammonium, dan 2,4,6-tri(2'-piridil)-1,3,5-triazin (Anjarsari dan Djarot, 2019).

## 2.2 Flow Injection Analysis (FIA)

Sejak diperkenalkan pada tahun 1975, *Flow Injection Analysis* (FIA) telah banyak digunakan dalam analisis otomatis karena efisiensinya yang tinggi. *Flow Injection Analysis* (FIA) adalah teknik yang sederhana, cepat dan serbaguna dengan berbagai aplikasi. Komponen utama sistem FIA meliputi pompa, katup injeksi, detektor, dan manifold pipa. Kelebihan dari FIA ini yaitu memiliki batas deteksi yang rendah dan sensitivitas yang sangat baik (Chen *et al.* 2023).

Prinsip kerja *flow injection analysis* (FIA) yaitu dengan menyuntikkan sejumlah volume sampel ke dalam aliran *carrier*. Aliran *carrier* ini selanjutnya menuju ke loop dan berfungsi sebagai pendorong agar terjadi reaksi kimia antara sampel dan reagen. Larutan buffer akan ditambahkan menggunakan pompa peristaltik jika diperlukan. Sampel maupun reagen dialirkan dengan bantuan pompa, lalu keduanya bergerak bersama menuju detektor, membentuk suatu zona reaksi, dan akhirnya dialirkan ke pembuangan (Kennedy, 1990).



Gambar 2.1. Prinsip Kerja *Flow Injection Analysis*  
(Sumber: Cerdà *et al.* 2014)

Beberapa faktor yang mempengaruhi pengukuran dengan FIA diantaranya yaitu.

### a. Panjang *Mixing Coil*

Panjang *mixing coil* mempengaruhi reaksi antara sampel dan reagen. Semakin panjang reaktor yang digunakan maka jarak tempuh semakin jauh dan waktu reaksi semakin lama, sehingga dispersi sampel meningkat dan puncak yang dihasilkan cenderung lebih pendek dan lebih lebar (Trojanowicz, 2008). Penelitian

yang dilakukan oleh Rehman *et al.* (2008) mengoptimasi panjang *mixing coil* dengan variasi 10-80 cm dan menghasilkan *mixing coil* optimum pada 20 cm.

b. Diameter Pipa

Diameter pipa dapat berpengaruh pada ketinggian dan lebar puncak yang terbentuk. Peningkatan lebar puncak terjadi seiring meningkatnya diameter pipa dan ketinggian puncak berkurang seiring berkurangnya diameter pipa. Peningkatan diameter pipa menyebabkan sampel terdispersi lebih luas, sehingga puncak yang dihasilkan lebih lebar dan lebih rendah. Hal ini mengakibatkan detektor membutuhkan waktu lebih lama untuk mendeteksi analit dan meningkatkan waktu TR, sedangkan jika semakin kecil diameter pipa, maka proses dispersi sampel berkurang, sehingga puncak yang dihasilkan lebih sempit dan lebih tinggi. Fenomena ini bisa terjadi karena diameter pipa yang semakin kecil, mengakibatkan waktu TR berkurang, sehingga dapat menyebabkan penurunan dispersi (Trojanowicz, 2008).

c. Volume Injeksi

Volume injeksi yang disuntikkan berpengaruh pada ketinggian puncak, yaitu volume injeksi yang besar menyebabkan puncak yang terbentuk semakin tinggi. Hal ini karena semakin banyak yang bereaksi antara sampel dan reagen sehingga zona sampel semakin besar. Volume injeksi yang lebih kecil akan menghasilkan puncak yang lebih pendek dan dikhawatirkan sinyal tidak terbaca oleh detektor karena zona sampel hasil reaksi kecil (Cerdà *et al.* 2014).

d. Laju Alir

Laju aliran juga mempengaruhi proses dispersi dan puncak yang dihasilkan. Semakin cepat laju alir maka dispersi sampel semakin berkurang. Laju aliran yang lebih lambat akan menghasilkan puncak yang pendek dan lebar karena waktu yang dibutuhkan untuk bereaksi dan tiba di detektor juga lebih lama sehingga waktu TR lebih besar. Hal ini juga mempengaruhi nilai absorbansi yang diperoleh, di mana nilai absorbansi sebanding dengan konsentrasi senyawa yang menyerap cahaya, dengan semakin tingginya puncak yang dihasilkan maka nilai absorbansi lebih besar karena laju aliran optimal akan memberikan zona reaksi optimal untuk terdeteksi pada detektor (Cerdà *et al.* 2014).

e. pH Buffer

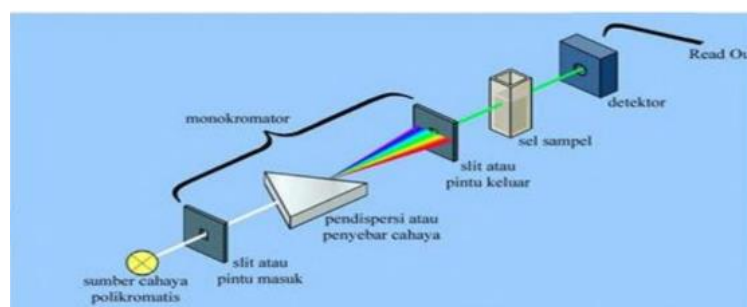
Menurut Trojanowicz, (2008) pH buffer merupakan salah satu hal yang bisa mempengaruhi hasil pengukuran FIA. pH buffer dapat mempengaruhi bentuk profil puncak yang dihasilkan. Kondisi pH yang sangat asam dapat menyebabkan pembentukan kompleks Fe(II)-fenantrolin kurang optimal karena ion  $H^+$  dapat memprotonasi fenantrolin dan bersaing dengan  $Fe^{2+}$  untuk berikatan dengan fenantrolin (Skoog *et al.* 2013). Sebaliknya, pada kondisi pH yang lebih basa, nilai absorbansi kompleks menurun akibat terjadinya oksidasi  $Fe^{2+}$  menjadi  $Fe^{3+}$ , dan pembentukan endapan hidroksida (Muliawati *et al.* 2021).

### 2.3 Spektrofotometer Cahaya Tampak

Detektor yang akan dipakai pada penelitian ini yaitu spektrofotometer cahaya tampak. Spektrofotometer UV-cahaya tampak adalah alat yang menggunakan sinar dengan panjang gelombang 180-380 nm pada daerah UV dan 380-780 nm pada daerah cahaya tampak. Zat diukur dalam bentuk larutan pada spektrofotometer cahaya tampak. Zat yang bisa diukur menggunakan spektrofotometer cahaya tampak adalah zat yang memiliki warna atau dapat diubah menjadi berwarna. Zat yang memiliki warna adalah analit yang secara alami mampu menyerap cahaya. Zat yang tidak berwarna yaitu analit yang harus bereaksi dengan zat tertentu agar menjadi senyawa yang dapat menyerap sinar pada suatu panjang gelombang. Analit yang awalnya tidak memiliki warna bisa dibuat berwarna melalui pembentukan kompleks ataupun proses oksidasi yang dapat menjadikan analit memiliki warna (Warono & Syamsudin, 2013).

Spektrofotometri cahaya tampak merujuk pada hukum Lambert-Beer, yang menyatakan bahwa apabila suatu media (larutan) dilewati cahaya monokromatik, maka sebagian cahaya tersebut akan diserap, sebagian dipantulkan dan sebagian lagi akan dipancarkan. Cahaya yang berasal dari lampu deuterium maupun wolfram yang memiliki sifat polikromatis diteruskan melalui lensa menuju ke monokromator pada spektrofotometer dan filter cahaya pada fotometer. Monokromator kemudian akan mengubah cahaya dengan panjang gelombang tertentu, lalu cahaya tersebut melewati sampel yang mengandung zat pada suatu konsentrasi. Proses ini menyebabkan sebagian cahaya terserap oleh sampel dan

sebagian lain melewati sampel. Cahaya yang melewati sampel akan diterima oleh detektor. Detektor selanjutnya mengukur jumlah cahaya yang diterima dan mengukur berapa banyak cahaya yang terserap. Jumlah cahaya yang terserap berbanding lurus dengan konsentrasi zat yang ada pada sampel. Hal ini memungkinkan konsentrasi zat tersebut dapat diukur secara kuantitatif. Prinsip kerja spektrofotometri UV-Cahaya tampak dapat digambarkan pada gambar 2.2.



Gambar 2.2. Prinsip Kerja Spektrofotometer UV-Cahaya Tampak  
(Sumber: (Farida dan Hartanti, 2021))

Lambert (1760) dan Beer(1852) juga menyatakan bahwa “banyaknya sinar yang diserap oleh suatu molekul berbanding lurus dengan panjang lintasan sinar dan konsentrasi zat yang disinari”. Berdasarkan pernyataan tersebut secara matematika dapat diformulasikan sebagai berikut:

$$A = \epsilon \cdot b \cdot c \text{ atau } A = a \cdot b \cdot c \quad (2.1)$$

Hubungan antara  $a$  dan  $\epsilon$  adalah:

$$\epsilon = a \cdot M_r \quad (2.2)$$

Keterangan:

A = absorbansi

$\epsilon$  = absorptivitas molar ( $L \cdot cm^{-1} \cdot mol^{-1}$ )

$a$  = absorptivitas ( $L \cdot cm^{-1} \cdot g^{-1}$ )

$b$  = panjang lintasan (cm)

$c$  = konsentrasi ( $mol \cdot L^{-1}$ )

$M_r$  = massa molekul relatif ( $g \cdot mol^{-1}$ )

(Khaldun, 2018).

Pada spektrum cahaya dikenal adanya warna asli juga warna komplementer. Warna asli adalah warna yang diserap oleh media, sementara warna komplementer adalah warna yang dipantulkan atau warna yang dapat dilihat oleh mata manusia

(tampak). Sampel yang akan dianalisis harus memiliki sifat tembus cahaya dan memiliki warna. Warna yang tampak pada sampel merupakan warna komplementer dari larutan, dan spektrum serapan ini yang merupakan karakteristik dari sampel tersebut. Spektrum sinar tampak dan warna komplementernya dapat terlihat pada tabel 2.1.

Tabel 2.1 Spektrum Sinar Tampak dan Warna Komplementernya

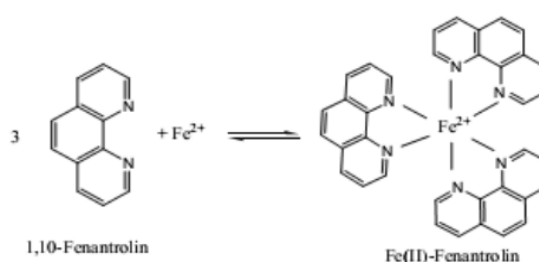
Panjang gelombang (nm)	Warna yang diserap	Warna komplementer
400-435	Violet (ungu)	Hijau kekuningan
435-480	Biru	Kuning
480-490	Biru kehijauan	Jingga
490-500	Hijau kebiruan	Merah
500-560	Hijau	Ungu kemerahan
560-580	Hijau kekuningan	Ungu
580-595	Jingga	Biru kehijauan
595-610	Merah	Hijau kebiruan
610-750	Ungu kemerahan	Hijau

(Sumber: (Farida dan Hartanti, 2021).

## 2.4 Fenantrolin

Ortofenantrolin atau 1,10-fenantrolin adalah senyawa organik yang berfungsi sebagai pengkhelet, yang mampu membentuk kompleks berwarna dan stabil dengan ion besi. Fenantrolin sering dimanfaatkan dalam analisis penentuan logam pada larutan berair. Senyawa dengan rumus molekul  $C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$  ini memiliki bentuk padatan kristal putih, dengan titik leleh 93–94 °C, titik didih 117 °C, serta massa molekul 180,2 g/mol. Senyawa ini terdiri atas unsur C sebesar 79,98%, H sebesar 4,48%, dan N sebesar 15,55%. Fenantrolin dapat larut dalam berbagai pelarut, seperti alkohol, aseton, benzena, maupun air. 1,10-fenantrolin adalah turunan fenantrena yang memiliki dua gugus CH yang digantikan oleh dua atom nitrogen. Pasangan elektron bebas (PEB) pada atom nitrogen berinteraksi dengan kerapatan siklik dalam cincin aromatik, sehingga menjadikan 1,10-fenantrolin efektif sebagai ligan untuk membentuk kompleks dengan ion logam. Ligan ini apabila digunakan sebagai ligan substitusi, mampu berikatan dengan ion besi(II) maupun besi(III), dan berperan sebagai indikator dalam reaksi redoks (Salamat *et al.* 2023).

Fenantrolin merupakan ligan bidentat yang dapat mengisi ruang kosong di orbital d pada ion besi. Hal ini yang menyebabkan larutan berubah warna menjadi merah-oranye. Struktur dari kompleks Fe(II)-fenantrolin dapat diprediksi berdasarkan hasil reaksi dan jenis hibridisasinya, di mana Fe(II) berperan sebagai atom pusat yang dikoordinasi oleh tiga molekul 1,10-fenantrolin sebagai ligan (Anjarsari dan Djarot, 2019). Pembentukan kompleks Fe(II)-Fenantrolin dapat terlihat pada gambar berikut.



Gambar 2.3. Pembentukan Kompleks Besi(II)-fenantrolin  
(Sumber: (Anjarsari dan Djarot, 2019))

## 2.5 Ion Pengganggu

Ion pengganggu adalah ion yang dapat mempengaruhi hasil pengukuran sehingga menurunkan tingkat akurasi analisis. Konsentrasi ion asing yang menyebabkan kesalahan kurang dari  $\pm 3,0\%$  selama analisis dianggap sebagai batas toleransi ion pengganggu. Pada penentuan kadar besi dalam perairan alami, gangguan yang paling signifikan umumnya berasal dari ion  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ , dan  $\text{SO}_4^{2-}$  karena konsentrasinya yang relatif tinggi (Amin dan Gouda, 2008).

Ion-ion logam seperti ion mangan, tembaga, nikel, dan kobalt dalam analisis besi menggunakan pengompleks o-fenantrolin dapat menimbulkan gangguan. Ion Mn(II), Ni(II), dan Co(II) diketahui menurunkan absorbansi sehingga mempengaruhi hasil pengukuran. O-fenantrolin sendiri dapat membentuk kompleks yang sangat stabil dengan berbagai logam, terutama logam bivalen, seperti Cu, Hg, Fe, Cr, Mn, dan Co (Sari dan Djarot, 2015).

Penelitian yang dilakukan oleh Akmeşe dan Asan, (2017), yang meneliti Fe total dalam air sungai dan air laut menggunakan reagen 1-nitroso-2-naftol-3,6 sulfonat (Nitroso R-salt) ditemukan beberapa ion pengganggu, diantaranya dapat dilihat pada tabel 2.2 berikut.

Tabel 2.2 Batas Toleransi Ion Asing pada Penentuan Ion Fe Total

Batas toleransi ( $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ )	Ion asing
$\leq 50000$	Cr(III), Al(III), Cd(II), Mn(II), K(I), Na(I), Ag(I), Ca(II), Mg(II), Ba(II), Co(II), Cu(II), Hg(II), $\text{CN}^-$ , $\text{NO}_3^-$ , $\text{NO}_2^-$ , $\text{SO}_4^{2-}$ , $\text{CO}_3^{2-}$ , $\text{Cl}^-$ , $\text{Br}^-$ , $\text{PO}_4^{3-}$ , $\text{NH}_4^+$ , $\text{SCN}^-$
$\leq 300$	Fe(II)

(Sumber: Akmeşe dan Asan, 2017).

Berdasarkan tabel diatas maka, penelitian ini akan mempelajari gangguan dari ion Mg(II), Ca(II), dan Na(I). Ion tersebut dipilih karena merupakan ion-ion yang banyak berada di laut, selain itu, ion-ion tersebut memiliki muatan yang sama dengan Fe(II). Ambang batas konsentrasi beberapa ion-ion mayor dan minor yang terdapat dalam air laut pada salinitas 35% disajikan pada tabel 2.3.

Tabel 2.3 Ion-Ion Mayor dan Minor dalam Air Laut pada Salinitas 35%

Unsur	Simbol	Konsentrasi (mg/L atau ppm)	Peluang Terlarut	Jumlah (ton)
Klorin	Cl	$1.96 \times 10^4$	$\text{Cl}^-$	$2.57 \times 10^{16}$
Natrium	Na	$1.077 \times 10^4$	$\text{Na}^+$	$1.42 \times 10^{16}$
Magnesium	Mg	$1.290 \times 10^3$	$\text{Mg}^{2+}$	$1.71 \times 10^{15}$
Sulfur	S	$9.05 \times 10^2$	$\text{SO}_4^{2-}$	$1.2 \times 10^{15}$
Kalsium	Ca	$4.12 \times 10^2$	$\text{Ca}^{2+}$	$5.45 \times 10^{14}$
Kalium	K	$3.80 \times 10^2$	K-	$5.02 \times 10^{14}$
Bromin	Br	67	Br-	$8.86 \times 10^{13}$
Karbon	C	28	$\text{HCO}_3^-$ , $\text{CO}_3^{2-}$ , $\text{CO}^2$	$3.7 \times 10^{13}$

(Sumber: Burhanuddin, 2024).

## BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN

### 3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember. Pelaksanaan penelitian berlangsung mulai bulan Agustus 2024 hingga bulan Juli 2025.

### 3.2 Alat dan Bahan Penelitian

#### 3.2.1 Alat Penelitian

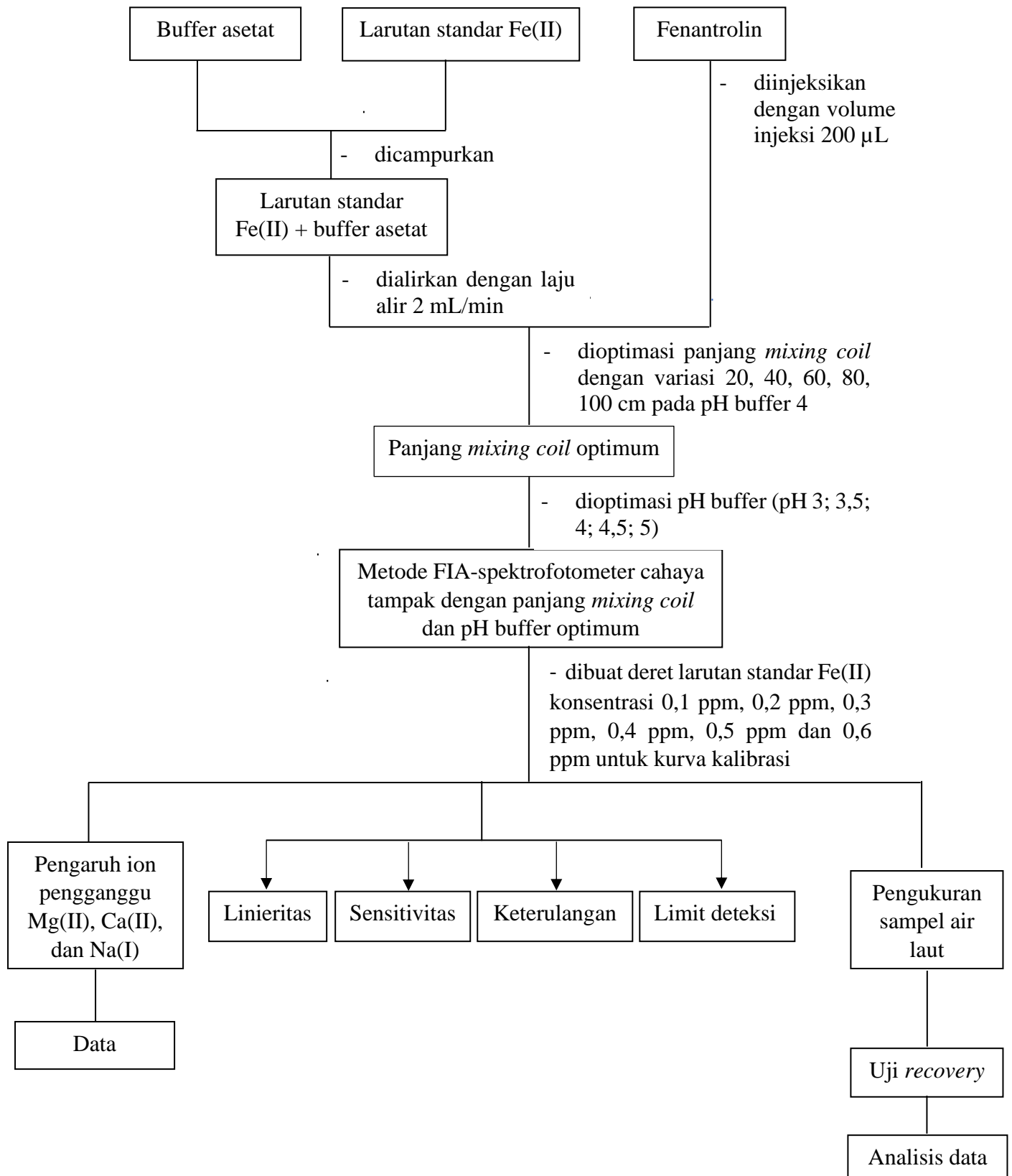
Alat-alat yang digunakan adalah set alat *flow injection analysis* (FIA) yang terdiri dari pompa peristaltik, *sample injector*, *sample loop* (pipa kapiler PTFE 0.8 mm I.D), *mixing coil* (pipa kapiler PTFE 0.8 mm I.D), spektrofotometer cahaya tampak (Vernier), gelas beaker (100 mL dan 250 mL), batang pengaduk, *magnetic stirrer* beserta dengan anak *stirrer*, pH meter (PHS-25), labu ukur (100 mL), pipet tetes, mikropipet, botol semprot, neraca analitik (PA213), gelas ukur (10 mL, 50 mL, dan 100 mL), corong, pipet mohr (1 mL, 5 mL, 10 mL), dan *ball* pipet.

#### 3.2.2 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan adalah  $\text{CH}_3\text{COONa}$  (Merck),  $\text{CH}_3\text{COOH}$  100% (Merck),  $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  (Merck),  $\text{H}_2\text{SO}_4$  p.a 98% (Merck), 1,10-fenantrolin (Merck),  $\text{HCl}$  37% (Merck),  $\text{HNO}_3$  65% (Merck),  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  (Merck),  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  (Merck),  $\text{NaCl}$  (Merck), air laut, kertas saring Millipore HA ukuran pori 0,45  $\mu\text{m}$ , aquades, dan aqua DM.

### 3.3 Rancangan Penelitian

#### 3.3.1 Diagram Alir Penelitian

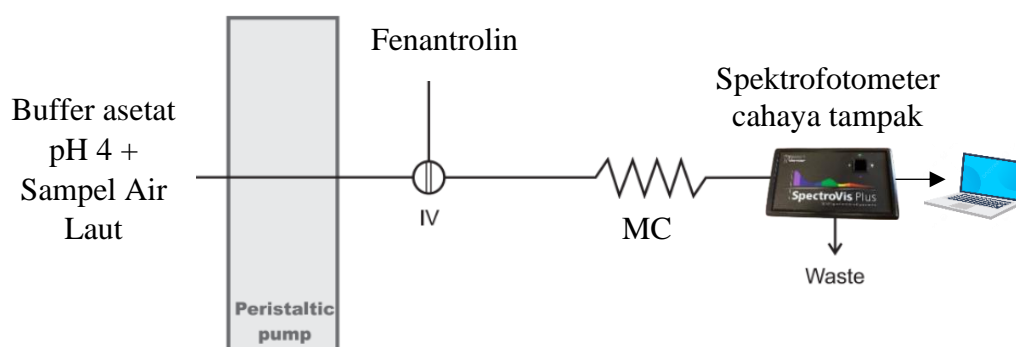


### 3.4 Prosedur Penelitian

#### 3.4.1 Pembuatan Larutan-larutan

Pembuatan larutan baku Fe(II), larutan 1.10-Fenantrolin, larutan standar Fe(II), larutan baku Mg(II), larutan baku Ca(II), dan larutan baku Na(I) dapat dilihat pada lampiran 1.

#### 3.4.2 Skema Alat



Gambar 3.1. Skema Analisis Fe(II) dengan Metode *Flow Injection Analysis* Menggunakan Spektrofotometri Cahaya Tampak

Keterangan:

IV : *Injection Valve* (Katup Injeksi)

MC : *Mixing Coil* (Koil Pencampur)

#### 3.4.3 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Pengukuran panjang gelombang maksimum dapat dilihat pada lampiran 1.

#### 3.4.4 Optimasi Panjang *Mixing Coil*

*Mixing coil* yang digunakan terbuat dari selang PTFE. Optimasi dilakukan dengan memvariasikan panjang koil dengan lima ukuran yang berbeda yaitu 20, 40, 60, 80, dan 100 cm. Optimasi panjang *mixing coil* dilakukan memakai larutan standar besi(II) 0,3 ppm dan pH buffer 4 dengan volume injeksi 200  $\mu$ L dan laju alir 2 mL/menit. Panjang *mixing coil* optimum ditentukan dari nilai absorbansi kompleks Fe(II)-fenantrolin yang tertinggi sehingga dipakai sebagai parameter uji pada percobaan berikutnya.

#### 3.4.5 Optimasi pH Buffer

Larutan buffer asetat pH 3; 3,5; 4; 4,5; dan 5 yang telah dibuat seperti pada lampiran 2, digunakan untuk pengujian pada sistem aliran. Laju alir yang digunakan adalah 2 mL/min, dan volume injeksi yang digunakan 200  $\mu$ L. Sampel yang digunakan merupakan larutan standar besi(II) 0,3 ppm. pH buffer yang optimum ditentukan dari nilai absorbansi kompleks Fe(II)-fenantrolin yang tertinggi sehingga dipakai sebagai parameter uji pada percobaan berikutnya.

#### 3.4.6 Pembuatan Kurva Kalibrasi

Pembuatan kurva kalibrasi dapat dilihat pada lampiran 1.

#### 3.4.7 Karakteristik Data

Karakteristik data meliputi linearitas, limit deteksi, sensitivitas, dan repeatabilitas dapat dilihat pada lampiran 1.

#### 3.4.8 Preparasi Sampel Air Laut

Preparasi sampel air laut dapat dilihat pada lampiran 1.

#### 3.4.9 Pengukuran Kadar Fe(II) dalam Sampel Air Laut

Penentuan besi(II) dalam air laut dilakukan dengan menyiapkan 25 mL sampel air laut, lalu dialirkan dan diinjeksi reagen dengan menggunakan volume injeksi 200  $\mu$ L. Larutan tersebut akan tercampur dan terjadi reaksi yang kemudian menuju ke spektrofotometer dengan panjang gelombang maksimum serta menghasilkan suatu data yang akan dibaca oleh komputer. Konsentrasi dari larutan sampel yang dihasilkan dari metode tersebut merupakan konsentrasi sampel sebenarnya.

#### 3.4.10 Uji Ion Pengganggu Mg(II), Ca(II), Na(I)

Uji ion pengganggu yang dilakukan pada ion Mg(II), Ca(II), Na(I) dapat dilihat pada lampiran 1.

#### 3.4.11 Uji Recovery

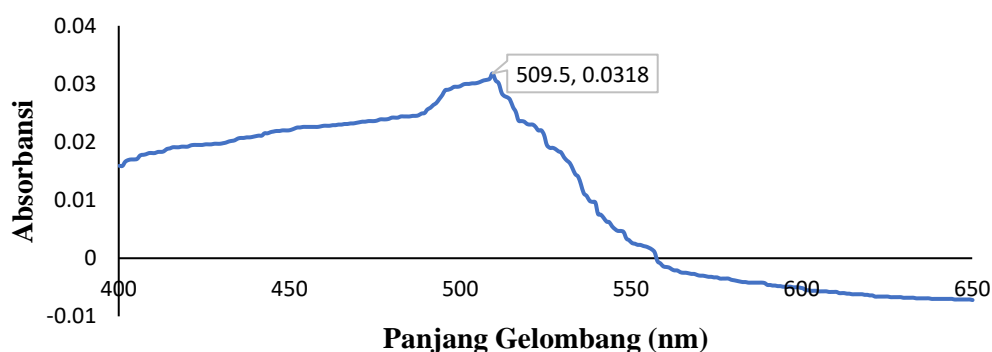
Uji *recovery* yang dilakukan dapat dilihat pada lampiran 1.

## BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN

### 4.1 Kondisi Optimum FIA-Spektrofotometer Cahaya Tampak untuk Penentuan Fe(II)

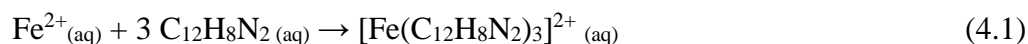
#### 4.1.1 Panjang Gelombang Maksimum Senyawa Kompleks Fe(II)-fenantrolin

Panjang gelombang maksimum ( $\lambda_{\max}$ ) kompleks Fe(II)-fenantrolin yang diperoleh dari *scanning* menghasilkan puncak tertinggi pada panjang gelombang 509,5 nm dengan absorbansi 0.0318. Hasil *scanning* ini akan digunakan untuk tahap penelitian selanjutnya. Hasil *scanning* tersebut dapat dilihat pada gambar 4.1.



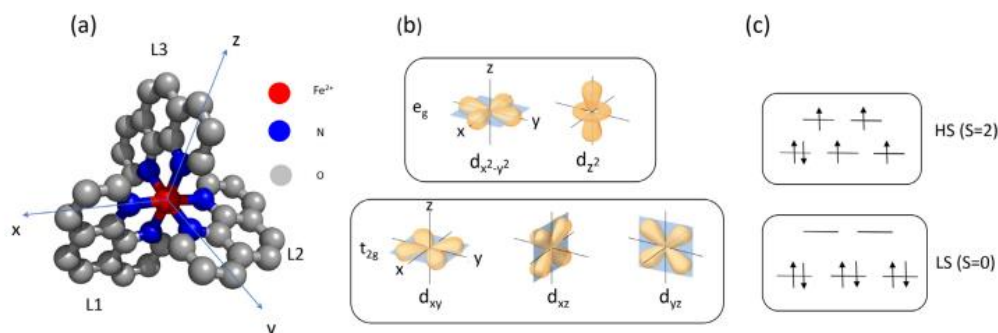
Gambar 4.1 *Scanning* Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Fe(II)-fenantrolin

Kompleks Fe(II)-fenantrolin terbentuk melalui interaksi ion  $\text{Fe}^{2+}$  dengan ligan 1,10-fenantrolin (phen). Ion  $\text{Fe}^{2+}$ , yang memiliki konfigurasi elektron  $[\text{Ar}] 3d^6$ , berkoordinasi dengan tiga molekul fenantrolin melalui pasangan elektron bebas atom nitrogen pada cincin piridin. Pasangan elektron bebas pada atom nitrogen tersebut akan disumbangkan untuk membentuk ikatan koordinasi dengan orbital kosong  $\text{Fe}^{2+}$ . Dalam kompleks  $[\text{Fe}(\text{phen})_3]^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$  mengalami hibridisasi  $d^2sp^3$  untuk mencapai geometri oktahedral yang stabil (Sari dan Djarot, 2015). Reaksi yang terjadi pada besi(II) dengan reagen fenantrolin yaitu



Molekul fenantrolin dikenal sebagai ligan penerima  $\pi$  dan koordinasinya dengan  $\text{Fe}^{2+}$  menghasilkan warna spesifik di wilayah cahaya tampak (warna oranye-merah), untuk transfer muatan dari logam ke ligan (MLCT) transisi  $\text{Fe}(d) \rightarrow \text{phen}(\pi^*)$ . Dalam kompleks  $[\text{Fe}(\text{phen})_3]^{2+}$ , orbital d logam akan menghasilkan orbital molekul tertinggi yang terisi (HOMO), sementara orbital p dari karbon dan

nitrogen dalam fenantrolin, akan menghasilkan orbital molekul terendah yang tidak terisi (LUMO). Pita absorpsi yang diidentifikasi pada panjang gelombang 475 dan 510 nm, dapat dikaitkan dengan transfer muatan logam ke ligan (MLCT) transisi  $\text{Fe}(d) \rightarrow \text{phen}(\pi^*)$ . Absorbansi maksimum untuk transisi MLCT ditemukan sekitar 510 nm dan intensitasnya secara langsung berbanding lurus dengan konsentrasi kompleks  $[\text{Fe}(\text{phen})_3]^{2+}$  dalam larutan (Germescheidt *et al.* 2023). Spektrum hasil pengukuran pada gambar 4.1 menunjukkan kesesuaian dengan penelitian Germescheidt *et al.* (2023), di mana pita serapan MLCT kompleks  $[\text{Fe}(\text{phen})_3]^{2+}$  muncul pada daerah 475 dan 510 nm. Absorbansi maksimum pada 509,5 nm mengindikasikan transisi  $\text{Fe}^{2+}(d) \rightarrow \text{phen}(\pi^*)$  yang menghasilkan warna merah oranye khas kompleks  $[\text{Fe}(\text{phen})_3]^{2+}$ . Transisi elektron ini dapat dilihat pada gambar 4.2.

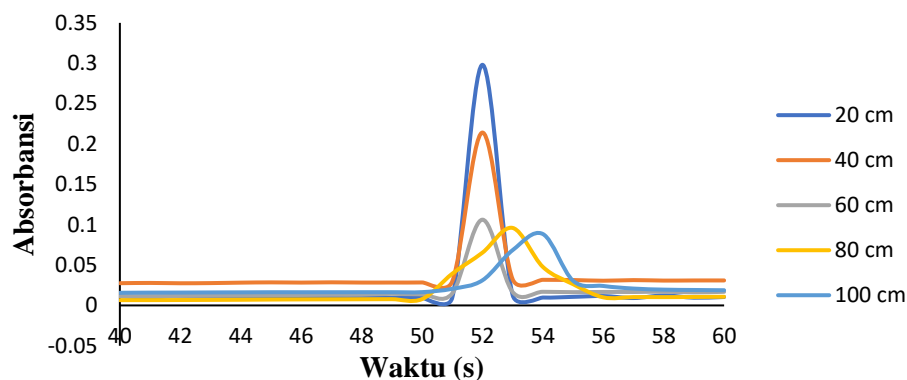


Gambar 4.2 (a) Struktur  $\text{Fe}^{2+}(\text{phen})_3$  dengan  $\text{Fe}^{2+}$  berwarna merah, N berwarna biru, dan C berwarna abu-abu (b) Dalam medan ligan oktahedral, lima fungsi gelombang 3d dasar terbagi menjadi tingkat energi  $t_{2g}$  dan  $e_g$ . (c) Konfigurasi LS dan HS untuk enam elektron 3d dalam  $\text{Fe}^{2+}$

(sumber: Kabanova *et al.* 2024)

#### 4.1.2 Panjang *Mixing Coil* Optimum untuk Penentuan $\text{Fe}(\text{II})$ -fenantrolin Menggunakan FIA-Spektrofotometer Cahaya Tampak

Optimasi panjang *mixing coil* bertujuan untuk mengetahui kondisi optimum dari *mixing coil* yang digunakan untuk mencampurkan larutan standar  $\text{Fe}(\text{II})$  dan buffer asetat dengan reagen fenantrolin. Variasi *mixing coil* yang digunakan untuk optimasi ini yaitu 20 cm, 40 cm, 60 cm, 80 cm, dan 100 cm. Hasil dari optimasi panjang *mixing coil* dapat dilihat pada gambar 4.3.



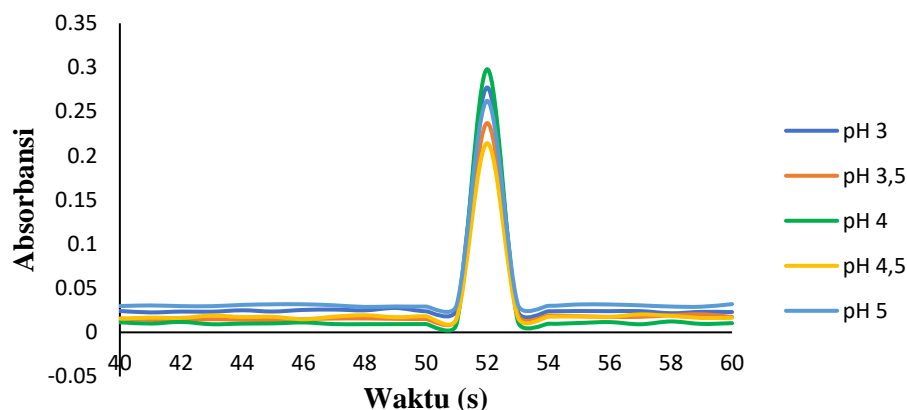
Gambar 4.3 Kurva Hubungan Panjang *Mixing Coil* dengan Absorbansi

Berdasarkan gambar 4.3 diketahui bahwa panjang *mixing coil* dapat mempengaruhi nilai absorbansi yang dihasilkan. Hasil optimum yang didapatkan dari optimasi panjang *mixing coil* untuk menganalisis kompleks Fe(II)-fenantrolin yaitu pada panjang 20 cm. Hasil ini terlihat dengan puncak yang paling tinggi dengan absorbansi sebesar 0,2980. Puncak yang tertinggi tersebut menandakan bahwa pada panjang *mixing coil* 20 cm proses dispersi terjadi secara singkat, sehingga pada saat tiba di detektor larutan standar Fe(II) dengan reagen fenantrolin tiba di waktu yang hampir bersamaan yang mengakibatkan puncak yang dihasilkan cenderung tinggi dan sempit. Pada panjang *mixing coil* 80 dan 100 cm, puncak yang dihasilkan sedikit lebih rendah dan lebar. Hal ini dikarenakan semakin panjang reaktor yang digunakan, maka dispersi sampel meningkat dan puncak yang diperoleh cenderung lebih pendek dan lebih lebar akibat dari waktu reaksi yang semakin lama (Trojanowicz, 2008). Hasil pada penelitian ini pun sesuai dengan penelitian yang dilakukan sebelumnya oleh Rehman *et al.* (2008), yang meneliti Fe(II) dalam air tawar menggunakan reagen fenantrolin, yang mengoptimasi panjang *mixing coil* dengan variasi 10-80 cm dan menghasilkan *mixing coil* optimum pada 20 cm.

#### 4.1.3 pH Buffer Optimum Fe<sup>2+</sup> untuk Penentuan Fe(II)-fenantrolin

Optimasi pH buffer asetat dilakukan untuk menentukan pH optimum yang mampu menjaga larutan analit tetap pada suasana asam selama proses analisis. Kompleks besi(II)-fenantrolin dapat menghasilkan warna komplementer merah-oranye dalam suasana asam lemah. Variasi pH buffer asetat yang digunakan yaitu

pH 3; 3,5; 4; 4,5; dan 5. Hasil dari optimasi pH buffer asetat dapat dilihat pada gambar 4.4.



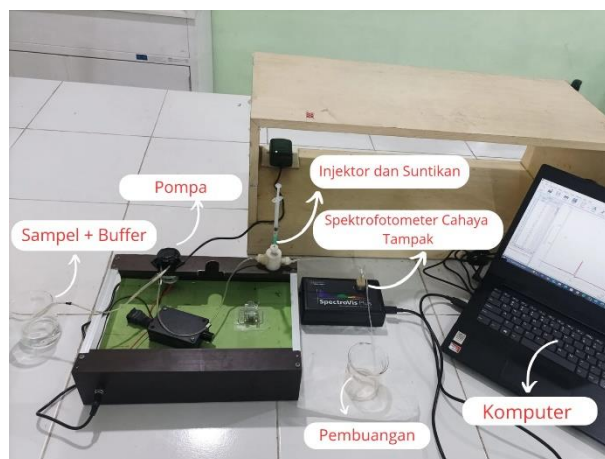
Gambar 4.4 Kurva Hubungan pH Buffer dengan Absorbansi

Berdasarkan gambar 4.4 diketahui bahwa kompleks besi(II)-fenantrolin dalam menghasilkan sinyal absorbansi bergantung pada pH buffer asetat yang digunakan. Keberadaan ion  $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$  ini menghasilkan warna komplementer merah dalam suasana asam lemah. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa kompleks besi(II)-fenantrolin dapat menghasilkan absorbansi tertinggi pada pH 4. Hasil ini menunjukkan bahwa pada pH 4 suasana lingkungan cukup asam untuk menjaga  $\text{Fe}^{2+}$  tetap stabil dan fenantrolin dapat mengkomplekskan ion logam secara maksimal. Ion  $\text{H}^+$  pada buffer mempengaruhi kestabilan kompleks besi(II)-fenantrolin. Dalam suasana terlalu asam seperti pada pH 3 dan 3,5, pembentukan kompleks Fe(II)-fenantrolin menjadi kurang optimal karena ion  $\text{H}^+$  dapat memprotonasi fenantrolin dan bersaing dengan  $\text{Fe}^{2+}$  untuk berikatan dengan fenantrolin (Skoog *et al.* 2013). Sebaliknya, pada pH 4 dan 4,5, absorbansi kompleks menurun akibat terjadinya oksidasi  $\text{Fe}^{2+}$  menjadi  $\text{Fe}^{3+}$ , dan pembentukan endapan hidroksida (Muliawati *et al.* 2021). Hasil pada penelitian ini pun sesuai dengan penelitian yang dilakukan sebelumnya oleh Ningsih *et al.* (2014), yang mengoptimasi pH buffer dengan variasi pH 1, 2, 3, 4, 5, 6, dan 7 yang menghasilkan pH buffer optimum pada pH 4.

## 4.2 Kinerja FIA-Spektrofotometer Cahaya Tampak untuk Menganalisis Kadar Fe(II)

### 4.2.1 Rangkaian FIA-spektrofotometer Cahaya Tampak untuk Penentuan Fe(II)-fenantrolin

Analisis Fe(II) dengan reagen fenantrolin menggunakan metode *flow injection analysis* dengan spektrofotometri. Metode spektrofotometri ini menggunakan spektrofotometer cahaya tampak. *Sample loop* dan *mixing coil* yang digunakan dalam rangkaian FIA ini yaitu terbuat dari pipa kapiler PTFE dengan ukuran diameter 0.8 mm. Rangkaian FIA-spektrofotometer yang digunakan dapat dilihat pada gambar 4.5.



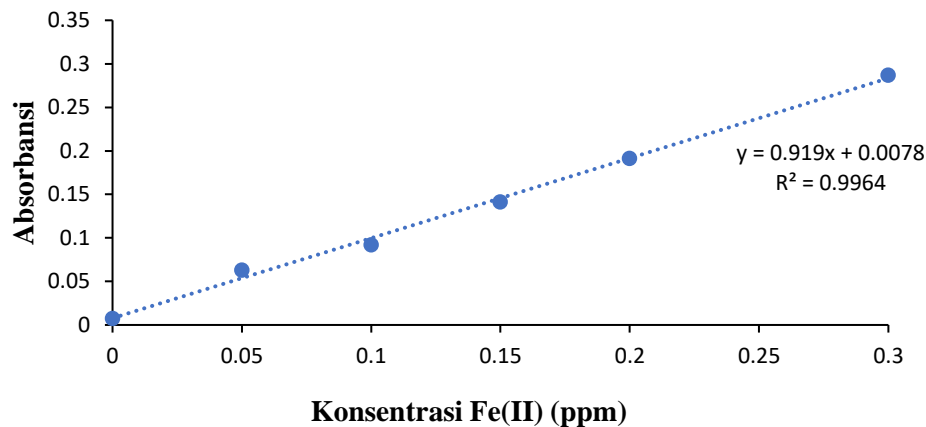
Gambar 4.5 Rangkaian Alat *Flow Injection Analysis* dengan Detektor Spektrofotometer Cahaya Tampak

Larutan Fe(II) dan buffer yang sudah dicampurkan diluar FIA akan dialirkan dengan pompa peristaltik secara terus-menerus. Reagen fenantrolin kemudian akan diinjeksikan melalui injektor dan akan bereaksi didalam *mixing coil* membentuk kompleks  $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$  yang berwarna merah-oranye. Kompleks ini akan dideteksi oleh spektrofotometer cahaya tampak pada panjang gelombang 509,5 nm dan absorbansi yang dihasilkan akan direkam oleh komputer melalui aplikasi *Logger Lite*, yang mana hasilnya akan diplotkan dalam bentuk kurva.

### 4.2.2 Linearitas

Berdasarkan kurva kalibrasi yang diperoleh dari pengukuran larutan standar Fe(II) pada konsentrasi 0 ppm - 0,6 ppm, dapat diketahui linearitasnya. Linearitas diketahui melalui nilai koefisien korelasi ( $R^2$ ). Besarnya koefisien korelasi

menunjukkan hubungan antar variabel yaitu konsentrasi dan absorbansi. Kurva yang dihasilkan dapat dilihat pada gambar 4.6.



Gambar 4.6 Kurva Kalibrasi Larutan Standar Besi(II)

Berdasarkan kurva di atas diketahui bahwa daerah linier dalam mendeteksi besi(II) adalah 0 ppm – 0,3 ppm. Persamaan yang diperoleh dari kurva adalah  $y = 0.919x + 0.0078$  yang akan digunakan dalam menentukan konsentrasi besi(II) dalam sampel air laut. Nilai koefisien korelasi ( $R^2$ ) didapatkan sebesar 0,9964 yang berarti 99,64% perubahan absorbansi dipengaruhi oleh konsentrasi, sedangkan 0,36% dipengaruhi oleh faktor lain. Penelitian yang dilakukan oleh Farhood dan Taha, (2022), yang mendapatkan linearitas dari rentang konsentrasi Fe(II) 0,07 ppm - 4 ppm menghasilkan nilai koefisien korelasi ( $R^2$ ) sebesar 0,9968. Hal ini menunjukkan bahwa hasil yang diperoleh pada penelitian ini cukup baik dan hubungan antara konsentrasi larutan Fe(II) dengan absorbansi sangat erat karena nilai koefisien korelasi ( $R^2$ ) yang didapatkan mendekati 1.

#### 4.2.3 Limit Deteksi

Limit deteksi didapatkan dari pengukuran blanko sebanyak 10 kali, dan dihitung simpangan bakunya. Hasil perhitungan tersebut didapatkan limit deteksi sebesar 0,00258 ppm dan limit kuantisasi sebesar 0,00860 ppm. Penelitian yang dilakukan oleh Farhood dan Taha, (2022), yang menghitung limit deteksi dan limit kuantisasi dari rentang konsentrasi Fe(II) 0,07 ppm - 4 ppm menghasilkan nilai limit deteksi sebesar 0,02 ppm dan nilai limit kuantisasi sebesar 0,06 ppm. Hal ini menunjukkan bahwa konsentrasi terkecil yang dapat dianalisis pada penelitian

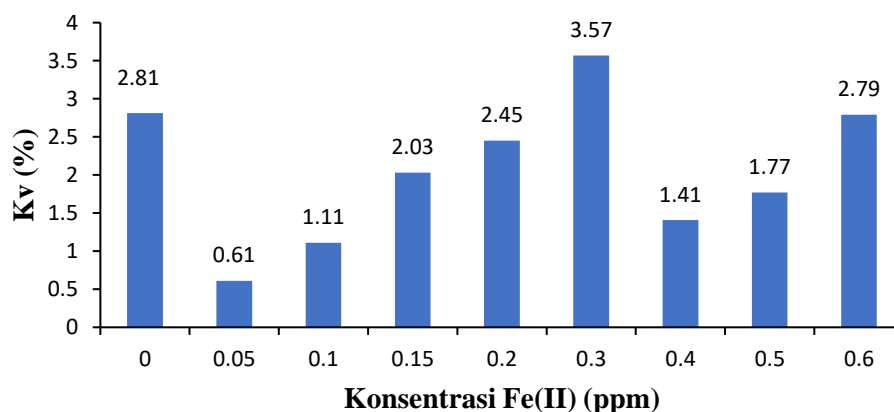
Farhood dan Taha, (2022) ini yaitu sebesar 0,02 ppm untuk limit deteksinya, dan 0,06 ppm untuk limit kuantisasinya. Berdasarkan hasil tersebut diketahui bahwa kinerja metode FIA dengan detektor spektrofotometer cahaya tampak yang digunakan pada penelitian ini lebih baik untuk menganalisis Fe(II), karena memiliki batas limit deteksi dan kuantisasi yang lebih kecil dari penelitian yang telah dilakukan sebelumnya. Konsentrasi analit yang lebih kecil dari batas konsentrasi yang dihasilkan mengakibatkan spektrofotometer cahaya tampak tidak dapat menghasilkan respon yang signifikan.

#### 4.2.4 Sensitivitas

Nilai sensitivitas dihasilkan dari nilai slope pada kurva kalibrasi. Nilai sensitivitas yang diperoleh yaitu 0,919. Nilai tersebut menunjukkan bahwa setiap perubahan konsentrasi besi(II) akan menyebabkan perubahan absorbansi sebesar 0,919. Penelitian yang dilakukan oleh Farhood dan Taha, (2022), yang mendapatkan nilai sensitivitas melalui perhitungan sensitivitas Sandell dari rentang konsentrasi Fe(II) 0,07 ppm - 4 ppm menghasilkan nilai sensitivitas sebesar  $25 \times 10^{-5} \mu\text{g}/\text{cm}^2$ . Berdasarkan nilai sensitivitas tersebut, dapat disimpulkan bahwa metode yang digunakan cukup sensitif untuk menganalisis Fe(II).

#### 4.2.5 Keterulangan

Keterulangan dinyatakan sebagai koefisien variasi (Kv) yang dapat menunjukkan tingkat kesalahan pengukuran akibat pengulangan pengukuran. Keterulangan dapat dikatakan baik apabila nilai Kv bernilai  $<5\%$ . Nilai Kv yang diperoleh dapat ditunjukkan pada gambar 4.7.



Gambar 4.7 Nilai Keterulangan Setiap Konsentrasi Larutan Standar Fe(II)

Gambar 4.7 menunjukkan bahwa nilai Kv untuk setiap konsentrasi bernilai <5%. Nilai Kv paling rendah bernilai 3,57% pada konsentrasi 0,3 ppm, sedangkan nilai Kv paling baik ditunjukkan pada konsentrasi 0,05 ppm sebesar 0,61%. Nilai ketelitian ditentukan dengan rumus  $100\% - \%RSD$  atau Kv (Riyanto, 2016). Ketelitian dari masing-masing variasi konsentrasi Fe(II) pada tiga kali pengulangan secara berurutan yaitu 97,19%; 99,39%; 98,89%; 97,97%; 97,55%; 96,43%; 98,59%; 98,23%; dan 97,21%. Berdasarkan nilai-nilai tersebut diketahui bahwa nilai ketelitian paling rendah sebesar 96,43% pada konsentrasi 0,3 ppm, sementara nilai ketelitian tertinggi tercapai pada konsentrasi 0,05 ppm sebesar 99,39%. Penelitian yang dilakukan oleh Farhood dan Taha, (2022), yang mendapatkan nilai keterulangan melalui perhitungan pada konsentrasi Fe(II) 0,2 ppm, 1 ppm dan 3 ppm sebanyak 7 kali menghasilkan nilai RSD sebesar 2,922%, 0,593%, dan 0.264%. Hal ini menunjukkan bahwa data absorbansi yang diperoleh pada penelitian ini bersifat konsisten, serta instrumen yang digunakan dalam penelitian ini mempunyai kinerja yang baik, dibuktikan dengan nilai koefisien variasi (Kv) yang kurang dari 5% di setiap variasi.

#### 4.2.6 Kandungan Fe(II) dalam Sampel Air Laut

Analisis kandungan besi(II) dalam sampel air laut diperoleh kadar besi(II) sebesar 0,039 ppm. Pengulangan yang dilakukan memiliki nilai Kv sebesar 2,27%, sehingga nilai ketelitian yang diperoleh sebesar 97,73%. Hasil ini menunjukkan bahwa perbedaan antar pengukuran cukup kecil, sehingga hasil ini memenuhi batas  $Kv \leq 5\%$ . Hasil ini menunjukkan bahwa kadar Fe(II) di wilayah Pantai Pancer Puger melebihi nilai ambang batas Fe di air laut yaitu 0,01 mg/L. Penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Ika *et al.* (2012), yang menganalisis logam Fe di Wilayah Pesisir Pelabuhan Ferry Taipa dengan spektrofotometri serapan atom mendapatkan hasil kadar Fe berkisar 0.324 mg/L – 0.546 mg/L.

#### 4.2.7 Uji *recovery*

Uji *recovery* dilakukan dengan melakukan *spiking* larutan standar besi(II) dengan sampel air laut dengan perbandingan 1:1 pada konsentrasi terendah 0,05

ppm, tengah 0,3 ppm, dan tertinggi 0,6 ppm. Hasil uji recovery dapat dilihat pada tabel 4.1.

Tabel 4.1 Hasil uji *recovery*

Konsentrasi Fe(II) dalam sampel	Konsentrasi Larutan Standar Fe(II)	Sampel + Larutan Standar	<i>Recovery</i> (%)
0,039 ppm	0,05 ppm	0,083 ppm	88%
	0,3 ppm	0,324 ppm	95%
	0,6 ppm	0,606 ppm	94,5%

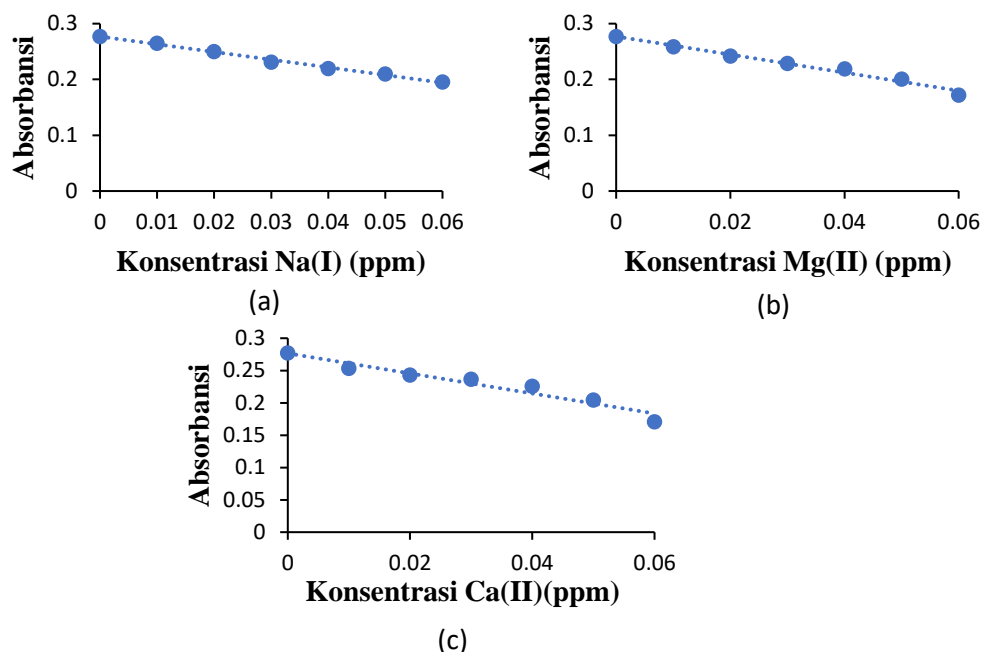
Tabel 4.1 menunjukkan nilai *recovery* yang didapatkan pada larutan konsentrasi terendah yaitu 88%, pada larutan konsentrasi tengah yaitu 95%, dan pada larutan konsentrasi tertinggi yaitu 94,5%. Hasil ini menunjukkan bahwa % *recovery* berada pada batas yang dapat diterima menurut AOAC International (2016), yaitu konsentrasi analit  $\leq 1$  ppm memiliki batas sekitar 80%-110%. Berdasarkan hal tersebut, dapat dikatakan bahwa metode yang digunakan sudah cukup baik dan akurat untuk menganalisis Fe(II) dalam sampel air laut.

Perbedaan hasil konsentrasi yang didapatkan antara sampel air laut asli dengan sampel yang telah dilakukan penambahan larutan standar Fe(II) terjadi karena pengaruh matriks air laut. Air laut mengandung berbagai ion utama seperti  $\text{Na}^+$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Cl}^-$ , dan  $\text{SO}_4^{2-}$  (Burhanuddin, 2024). Ion-ion tersebut dapat bersaing dalam proses kompleksasi atau mengubah sifat pelarut, misalnya melalui perubahan kekuatan ionik dan hidrasi ion, sehingga efisiensi pembentukan kompleks menurun. Akibatnya, konsentrasi Fe(II) yang didapatkan dari sampel yang telah dilakukan penambahan larutan standar Fe(II) menjadi lebih kecil dari nilai sampel yang tidak ditambahkan larutan standar Fe(II) (Jangher *et al.* 2018).

### 4.3 Pengaruh Ion Pengganggu terhadap Pengukuran Fe(II) dengan Fenantrolin

Pengaruh ion pengganggu terhadap absorbansi kompleks besi(II)-fenantrolin ditinjau dengan parameter persen penurunan absorbansi. Nilai tersebut didapatkan melalui perhitungan perbandingan antara absorbansi setelah ditambahkan ion pengganggu dengan absorbansi sebelum ditambahkan ion pengganggu pada masing-masing ion dengan setiap konsentrasi. Larutan Fe(II)

yang digunakan pada penelitian ini yaitu larutan Fe(II) 0,3 ppm. Nilai persen penurunan setiap variasi ion pengganggu dapat dilihat pada gambar 4.8.



Gambar 4.8 Kurva Pengaruh Penambahan Ion (a.) Na(I), (b.) Mg(II), dan (c.) Ca(II) dalam Pengukuran Fe(II)-fenantrolin

Berdasarkan kurva-kurva diatas diketahui bahwa konsentrasi dari larutan pengganggu dapat mempengaruhi nilai absorbansi yang dihasilkan. Kurva diatas juga menunjukkan bahwa nilai absorbansi pada setiap ion pengganggu mengalami penurunan seiring dengan meningkatnya konsentrasi ion  $\text{Na}^+$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ , dan  $\text{Ca}^{2+}$ . Hal ini menunjukkan bahwa ion  $\text{Na}^+$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ , dan  $\text{Ca}^{2+}$  bertindak sebagai ion pengganggu dengan menghambat terbentuknya kompleks Fe(II)-fenantrolin. Berdasarkan gambar 4.8 juga diketahui bahwa ion  $\text{Na}^+$  memberikan gangguan terbesar pada konsentrasi 0,06 ppm dengan penurunan absorbansi sebesar 33,47%. Ion  $\text{Mg}^{2+}$  memberikan gangguan terbesar pada konsentrasi 0,06 ppm dengan penurunan absorbansi sebesar 41,37%. Ion  $\text{Ca}^{2+}$  memberikan gangguan terbesar pada konsentrasi 0,06 ppm dengan penurunan absorbansi sebesar 41,85%.

Nilai absorbansi sebelum penambahan ion pengganggu dengan nilai absorbansi sesudah penambahan ion pengganggu memiliki hasil yang berbeda. Adanya ion  $\text{Na}^+$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ , dan  $\text{Ca}^{2+}$  pada analisis Fe(II) kemungkinan menyebabkan

kation-kation tersebut bersaing dengan  $\text{Fe}^{2+}$  untuk berikatan dengan fenantrolin membentuk kompleks. Ion  $\text{Na(I)}$ ,  $\text{Mg(II)}$ , dan  $\text{Ca(II)}$ , dapat memberikan gangguan dalam analisis besi menggunakan reagen o-fenantrolin karena adanya kompetisi antara ion-ion tersebut dengan  $\text{Fe}^{2+}$  dalam proses pembentukan kompleks (Nosita dan Sugiarto, 2014; Sari dan Djarot, 2015). Setiap kation memiliki selektivitas dan kecenderungan adsorpsi yang berbeda terhadap permukaan bermuatan, yang bergantung pada muatan ion, jari-jari terhidrasi, dan stabilitas selubung hidrasi yang mengelilinginya. Ion divalen seperti  $\text{Mg}^{2+}$  dan  $\text{Ca}^{2+}$  memiliki kecenderungan pertukaran ion yang lebih besar dibanding ion monovalen seperti  $\text{Na}^+$ , karena gaya tarik elektrostatiknya lebih kuat terhadap permukaan bermuatan negatif. Akibatnya, jumlah kompleks  $[\text{Fe}(\text{phen})_3]^{2+}$  yang ditambahkan dengan ion pengganggu  $\text{Ca}^{2+}$  memiliki persentase penurunan paling besar dibandingkan dengan  $\text{Mg}^{2+}$  dan  $\text{Na}^+$ , sehingga absorbansi yang dihasilkan menjadi lebih rendah (Jangher *et al.* 2018).

## BAB 5. PENUTUP

### 5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan maka diperoleh beberapa kesimpulan sebagai berikut:

1. Panjang *mixing coil* dan pH buffer asetat yang digunakan mempengaruhi nilai absorbansi dan puncak yang dihasilkan. Panjang *mixing coil* yang optimum dari hasil penelitian yaitu 20 cm, dan pH buffer asetat yang optimum yaitu pH 4. Hasil tersebut menunjukkan nilai rata-rata absorbansi tertinggi untuk analisis besi(II) dengan nilai 0,2937.
2. Analisis data penentuan besi(II) menghasilkan linearitas dari persamaan  $y = 0,919x + 0,0078$  dengan koefisien korelasi ( $R^2$ ) sebesar 0,9964 pada konsentrasi 0-0,3 ppm, nilai LoD sebesar 0,00258 ppm dan LoQ sebesar 0,00860 ppm, sensitivitas 0,919, keterulangan yang diperoleh dari nilai ketelitian terendah sebesar 96,43%, sementara nilai ketelitian tertinggi sebesar 99,39%, dan % *recovery* yang diperoleh pada larutan konsentrasi terendah yaitu 88%, pada larutan konsentrasi tengah yaitu 95%, dan pada larutan konsentrasi tertinggi yaitu 94,5%.
3. Pengaruh gangguan dari ion  $\text{Na}^+$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ , dan  $\text{Mg}^{2+}$  yaitu menurunkan absorbansi seiring bertambahnya konsentrasi ion pengganggu. Persentase penurunan absorbansi terbesar yang dihasilkan yaitu 33,47% pada ion  $\text{Na}^+$ , 41,37% pada ion  $\text{Mg}^{2+}$ , dan 41,85 % pada ion  $\text{Ca}^{2+}$ .

### 5.2 Saran

Dalam optimasi panjang *mixing coil* dapat dilakukan dengan variasi yang berbeda yang mendekati pada panjang *mixing coil* optimum pada penelitian ini, yaitu 20 cm. Penelitian selanjutnya dapat mempelajari faktor-faktor yang mempengaruhi pengukuran dengan FIA lainnya seperti diameter *mixing coil*, volume injeksi dan laju alir.

## DAFTAR PUSTAKA

- Akmeşe, B., & Asan, A. (2017). Development of a Flow-Injection with Spectrophotometric Method for Total Iron in Water Samples. *Hacettepe Journal of Biology and Chemistry*, 4(45), 515–522.
- Ali, T. A., Mohamed, G. G., Eldessouky, H., & Adeeb, A. El. (2019). Ion Selective Electrodes Based on Methyl 6-(Hydroxymethyl) Picolinate Ionophore for Electrochemical Determination Of Fe(III) In Petroleum Water Samples. *Egyptian Journal of Petroleum*, 28(2), 233–239.
- Amin, A. S., & Gouda, A. A. (2008). Utility of Solid-Phase Spectrophotometry for Determination of Dissolved Iron(II) and Iron(III) Using 2,3-Dichloro-6-(3 Carboxy-2-Hydroxy-1-Naphthylazo)Quinoxaline. *Talanta*, 76(5), 1241–1245.
- Anjarsari, N., & Djarot, R. (2019). Analisa Gangguan Ion Merkuri(II) terhadap Kompleks Besi(II)-Fenantrolin Menggunakan Metode Spektrofotometri UV-Vis. *Jurnal Sains Dan Seni Its*, 4(2), 5–8.
- AOAC International. (2016). *Appendix F: Guidelines for Standard Method Performance Requirements*. Association of Official Analytical Chemists, Inc.
- Attiq-Ur-Rehman, Waseem, A., Yaqoob, M., & Nabi, A. (2008). Flow Injection Spectrophotometry Determination of Total Iron in Fresh Waters Using 1,10 Phenanthroline Reagent. *Journal of the Chemical Society of Pakistan*, 30(6), 836–839.
- Bahril, B., Armid, A., Jabir, J., Takwir, A., & Rahim, A. (2019). Distribusi Spasial Logam Berat Besi (Fe) di Perairan Teluk Staring, Sulawesi Tenggara. *Alchemy*, 7(2), 30.
- Bralić, M., & Radić, N. (1999). Flow Injection Potentiometric Determination of Fe(III) Using a Fluoride- Selective Electrode as Detector. *Analisis*, 27(1), 57–60.
- Cerdà, V., Ferrer, L., Avivar, J., & Cerdà, A. (2014). *Evolution and Description of the Principal Flow Techniques In Flow Analysis*. Elsevier.
- Chen, J., Ran, X., Ding, X., & Zhang, D. (2023). Dual Electrochemical Quantitative Analysis of Dopamine Based on Flow Injection Amperometry with Double Glassy Carbon Electrodes. *Electrochemistry Communications*, 151, 107511.
- Farhood, A. S., & Taha, D. N. (2022). A New Merging-Zone Flow Injection System for the Quantification of Ferrous and Ferric Ions in Aqueous Solution and Sludge of Wastewater. *Analytical Science and Technology*, 35(5), 218–227.

- Farida, N., & Dyah Ayu Sri Hartanti, M. S. (2021). *Teknik Analisis Limbah Cair*. Lembaga Penelitian dan Pengabdian kepada Masyarakat Universitas KH. A. Wahab Hasbullah.
- Germescheidt, R. L., Morais, C. C., Francischini, D. S., Arruda, M. A. Z., & Bonacin, J. A. (2023). Photochemical Pre-Treatment to Quantify Iron in Thin Films. *Journal of the Brazilian Chemical Society*, *34*(7), 958–966.
- Huang, Y., Xu, J., Chen, L., Yuan, D., Feng, S., & Cai, Y. (2020). Flow Injection Analysis Method with On-Line Resin Separation for Determining Trace Fe(II) and Fe(II+III) Using Catalytic Spectrophotometry. *Microchemical Journal*, *162*, 105840.
- Ika, Tahril dan, & Irwan Said. (2012). Analisis Logam Timbal (Pb) dan Besi (Fe) dalam Air Laut di Wilayah Pesisir Pelabuhan Ferry Taipa Kecamatan Palu Utara. *Jurnal Akademika Kimia*, *1*(4), 181–186.
- Irdhawati, I., Dewi, N. P. A., & Widihati, I. A. G. (2021). Teknik Differential Pulse Voltammetry Menggunakan Elektroda Pasta Karbon Termodifikasi Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> untuk Penentuan Kadar Fe(III) dalam Air Laut di Pelabuhan Benoa Bali. *ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia*, *17*(1), 54.
- Jangher, A. A., Almasoude, F. N., Aban, M. M., & Mahabbis, M. T. (2018). Influence of Ionic Strength, pH and Cation Exchange Capacity for Different Types Clay Minerals from Libya; Regions Gharyan, Murzuq and Taourgha. *Academic Journal of Chemistry ISSN*, *3*(3), 29–34
- Kabanova, V., Sander, M., Levantino, M., Kong, Q., Canton, S., Retegan, M., Cammarata, M., Lenzen, P., Max, L., Lawson, D., Wulff, M., Kabanova, V., Sander, M., Levantino, M., & Cammarata, M. (2024). *Structure and Spin of the Low- and High-Spin States of Fe<sup>2+</sup>(Phen)<sub>3</sub> Studied by X-Ray Scattering and Emission Spectroscopy*. *Structural Dynamics*, *11*(5), 054901.
- Kennedy, J. H. (1990). *Analytical Chemistry: Principles*. Saunders College Pub.
- Khaldun, I., & Press, S. K. U. (2018). *Kimia Analisa Instrumen : Buku untuk Mahasiswa*. Syiah Kuala University Press.
- Muliawati, N. T., Siswanta, D., & Aprilita, N. H. (2021). Development of a Simple Fe(II) Ion Colorimetric Sensor from the Immobilization of 1,10-Phenanthroline in Alginate/Pectin Film. *Indonesian Journal of Chemistry*, *21*(2), 411–420.
- Ningsih, I., Ramang, M., & Maming. (2014). Optimasi Pengukuran Besi dengan Pereaksi Tiosianat dan 1,10- Fenantrolin serta Gangguan Beberapa Ion Secara

Spektrofotometri Sinar Tampak. *Jurnal Sainteka*, 1(2), 1–10.

Nosita, S. V., & Sugiarto, R. D. (2014). Analisis Gangguan Kalsium pada Besi dengan Kondisi pH 4,5 Menggunakan Pengompleks 1,10- Fenantrolin Secara Spektrofotometer UV-Vis. *Jurnal Sains dan Seni POMITS*, 1(1), 1–5.

Prof. Andi Iqbal Burhanuddin, M. F. S. P. D. (2024). *Biologi Kelautan*. Penerbit Andi.

Riyanto. (2016). *Validasi & Verifikasi Metode Uji Sesuai dengan ISO/IEC 17025*. 1–23.

Salamat, F. (2023). S Studi Komputasi Kompleks 1,10-Fenantrolin dengan Logam Fe, Cu, Co, Ni dan Zn Menggunakan Metode Density Functional Theory (DFT). *SAINTIFIK@: Jurnal Pendidikan MIPA*, 8(1), 24–29.

Sari, N., & Djarot, R. (2015). Studi Gangguan Mg(II) dalam Analisa Besi(II). *Jurnal Sains Dan Seni ITS*, 1(1), 2–6.

Shrivastava, A., & Gupta, V. (2011). Methods for the Determination of Limit of Detection and Limit of Quantitation of the Analytical Methods. *Chronicles of Young Scientists*, 2(1), 21-25.

Skoog, D. A., West, D. M., Holler, F. J., & Crouch, S. R. (2013). *Fundamentals of Analytical Chemistry*. Cengage Learning.

Trojanowicz, M. (2008). *Advances in Flow Analysis*. Wiley.

Warono, D., & Syamsudin. (2013). Unjuk Kerja Spektrofotometer Analisa Zat Aktif Ketoprofen. *Konversi*, 2(2), 57–65.

## LAMPIRAN-LAMPIRAN

- Lampiran 1. [Prosedur Penelitian](#)
- Lampiran 2. [Pembuatan Larutan Buffer Asetat](#)
- Lampiran 3. [Perhitungan](#)
- Lampiran 4. [Data Penentuan Panjang Gelombang Maksimum  \$\[\text{Fe}\(\text{C}\_{12}\text{H}\_8\text{N}\_2\)\_3\]^{2+}\$](#)
- Lampiran 5. [Data Absorbansi Pengukuran Optimasi Variasi Panjang \*Mixing Coil\*](#)
- Lampiran 6. [Data Absorbansi Pengukuran Optimasi Variasi pH \*Buffer Asetat\*](#)
- Lampiran 7. [Kinerja FIA-Spektrofotometer Cahaya Tampak untuk Menganalisis Kadar Fe\(II\)](#)
- Lampiran 8. [Uji Ion Pengganggu Mg\(II\), Ca\(II\), Na\(I\)](#)
- Lampiran 9. [Analisis Sampel](#)

