



**EKSTRAKSI ION FE(III) DENGAN EKSTRAKTAN
AMMONIUM PIROLIDIN DITHIOKARBAMAT (APDC)
DALAM PELARUT METIL ISO BUTIL KETON (MIBK)**

TUGAS AKHIR II

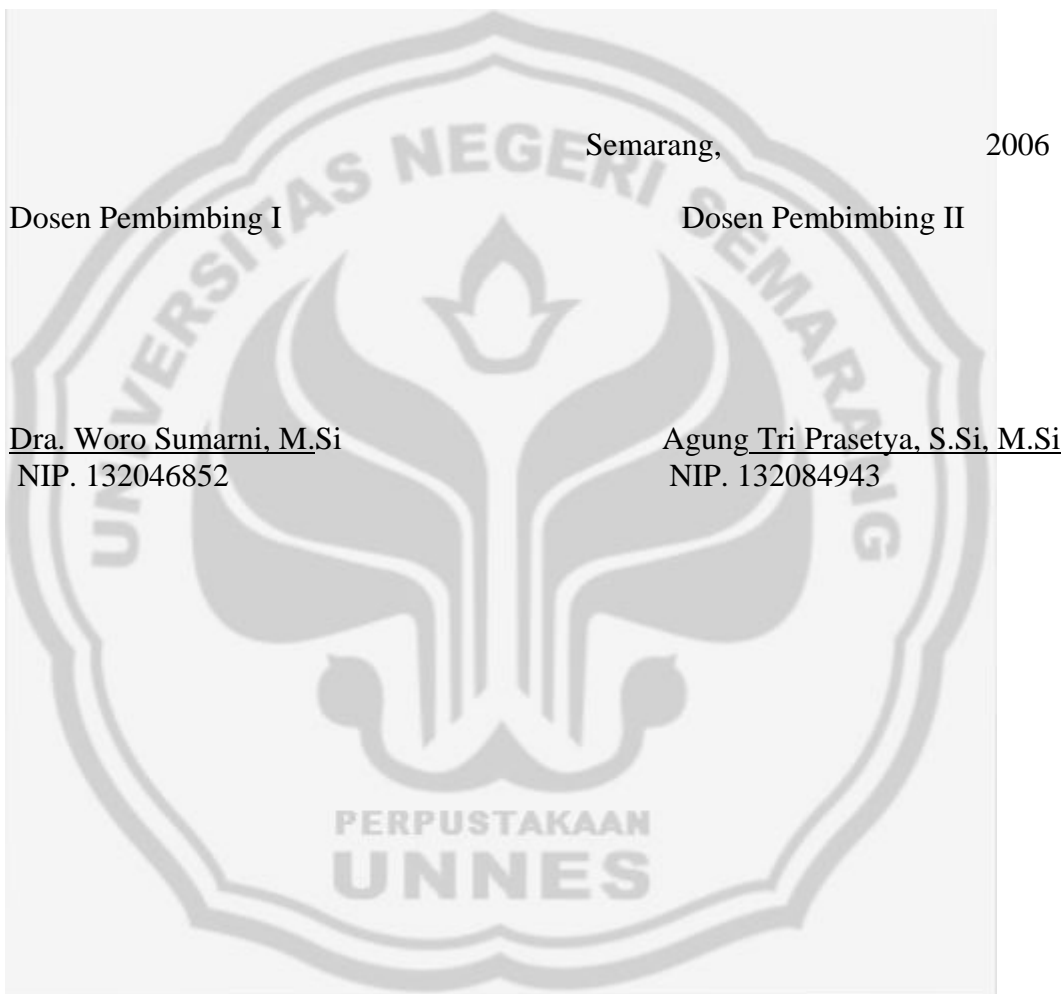
**Diajukan Dalam Rangka Penyelesaian
Studi Strata I Untuk Mencapai
Gelar Sarjana Sains**

**Oleh
Yathi Udin Hasanah
NIM 4350401003**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN
ALAM
JURUSAN KIMIA
2006**

PERSETUJUAN PEMBIMBING

Tugas Akhir II ini telah disetujui oleh pembimbing untuk diajukan ke Sidang Panitia Ujian Tugas Akhir II FMIPA Universitas Negeri Semarang.



HALAMAN PENGESAHAN

Tugas Akhir II ini telah dipertahankan di depan Sidang Panitia Ujian Tugas Akhir II Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang, pada:



Hari :

Tanggal :

Panitia ujian

Ketua	Sekretaris
<u>Drs. Kasmadi, M.S</u> NIP. 1305781001	<u>Drs. Edy Cahyono, M.Si</u> NIP. 131876212
Penguji I	Penguji II
<u>Dra. Sri Haryani, M. Si</u> NIP. 131281223	<u>Dra. Woro Sumarni, M. Si</u> NIP. 132046852

Penguji III

Agung Tri Prasetya, S. Si, M. Si
NIP. 132084943

PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa yang tertulis di dalam Tugas Akhir II ini benar-benar hasil karya saya sendiri, bukan jiplakan dari karya tulis orang lain. Pendapat atau temuan yang terdapat dalam skripsi ini dikutip atau dirujuk berdasarkan kode etik ilmiah.

Semarang,

2006

Yathi Udin Hasanah
NIM 4350401003



MOTTO DAN PERSEMBAHAN

MOTTO

- ❖ *Mahasuci Allah Dzat yang telah menjadikan sikap mmenghinakan diri di hadapan-Nya sebagai keperkasaan
Membutuhkan diri kepada-Nya sebagai kekayaan
Memohon kepada-Nya sebagai kemuliaan
Merendahkan diri di hadapan-Nya sebagai ketinggian
Dan bertawakkallah kepada-Nya sebagai kecukupan*
- ❖ *Ketahuilah , shalat adalah sebaik – baik penolong dalam menghadapi segala kesulitan
Shalat akan membawa jiwa naik ke cakrawala yang tinggi dan terbang bersama ruh ke angkasa yang penuh cahaya dan keberuntungan*
- ❖ *Sesuatu yang termanis di dunia ini adalah mencintai Allah
Hal terindah di surga adalah melihat Allah
Buku yang paling bermanfaat adalah kitab Allah
Mahluk Allah yang paling berbakti adalah Rasulullah
(La Tahzan, Dr. Aidh bin Abdullah Al-Qarni)*

PERSEMBAHAN

- ❖ Segala penguasa semesta Allah SWT atas segala karunia terindah yang Kau berikan padaku
 - ❖ Bapak dan ibu atas doa-doa yang terlantun di setiap langkah, peluh, perjuangan dan segala kasih sayang yang kalian berikan
 - ❖ Kakak-kakak serta keponakan-keponakanku yang lucu
 - ❖ Sahabat - sahabat dimanapun kalian berada,
- Semangat....!!!!

KATA PENGANTAR

Syukur alhamdulillah penulis panjatkan kehadiran Allah SWT atas segala limpahan rahmat, taufiq dan hidayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan Tugas Akhir II yang berjudul “Ekstraksi Ion Fe(III) dengan Ekstraktan Ammonium Pirolidin Dithiokarbamat (APDC) dalam Pelarut Metil Iso Butil Keton (MIBK)” ini dengan baik.

Tugas Akhir II ini disusun sebagai syarat untuk mencapai gelar sarjana Sains pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang.

Dalam kesempatan ini, perkenankanlah penulis mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu, baik dalam penelitian maupun penyusunan Tugas Akhir II. Ucapan terima kasih penulis sampaikan kepada:

1. Rektor Universitas Negeri Semarang.
2. Dekan FMIPA Universitas Negeri Semarang.
3. Ketua Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang.
4. Kepala Laboratorium Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang.
5. Dra. Woro Sumarni, M. Si., sebagai pembimbing I yang telah banyak membantu dan membimbing penulis, sehingga penulis dapat menyelesaikan

Tugas Akhir II ini dengan baik.

6. Agung Tri Prasetya, S. Si, M. Si sebagai pembimbing II yang telah mengarahkan dan membimbing penulis dalam penyusunan Tugas Akhir II ini.

7. Dra. Sri Haryani, M. Si sebagai penguji yang telah memberi saran dan membantu penulis, sehingga penulis dapat menyelesaikan Tugas Akhir II ini dengan baik.
8. Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang.
9. Teknisi dan Laboran Laboratorium Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang.
10. Bapak dan Ibu tercinta yang telah mencurahkan kasih sayang dan perjuangannya selama ini serta doa-doa yang selalu terlantun dalam setiap langkah mereka sehingga penulis dapat menyelesaikan tugas akhir II ini.
11. Sahabat-sahabatku tercinta, yang telah membantu penulis dalam penyusunan tugas akhir II ini dan senantiasa memotivasi penulis untuk selalu maju.
12. Untuk teman – teman seperjuangan, seangkatan, sejiwa–raga KIMIA angkatan 2001, SEMANGAT.....!
13. Semua pihak yang telah membantu dalam penyusunan tugas akhir II ini.
Semoga tugas akhir II ini bermanfaat bagi para pembaca dan perkembangan dunia pendidikan di Indonesia.

Semarang,

2006

Penulis

SARI

Hasanah, Yathi Udin. 2006. **Ekstraksi Ion Fe(III) dengan Ekstraktan Ammonium Pirolidin Dithiokarbamat (APDC) dalam Pelarut Metil Iso Butil Keton (MIBK)**. Tugas Akhir II. Jurusan Kimia Program Studi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang. Pembimbing: I. Dra. Woro Sumarni, M. Si, II. Agung Tri Prasetya, S. Si, M. Si

Kata kunci: ekstraksi, APDC, MIBK

Besi merupakan salah satu logam yang banyak digunakan dalam industri. Kegunaan besi yang paling penting adalah pembuatan baja (alloy). Besi juga terkandung di dalam air. Meski jumlahnya sangat sedikit, tetapi apabila kadar besi dalam air melebihi 1 ppm maka dapat menyebabkan racun. Maka diperlukan suatu analisis besi di dalam air diantaranya menggunakan metode spektrofotometri dengan ekstraksi pelarut. Permasalahan yang ingin diselesaikan dalam penelitian ini adalah bagaimana kondisi optimum ekstraksi Fe dengan menggunakan ekstraktan APDC dalam pelarut MIBK, bagaimana pengaruh adanya ion logam Pb(II) dan Cu(II) terhadap hasil ekstraksi Fe(III) dan kandungan Fe dalam air sumur jika diukur dengan kondisi optimum yang telah diperoleh. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan kondisi optimum dalam analisis Fe dengan menggunakan ekstraktan APDC dalam pelarut MIBK. Uji interferensi juga dilakukan dalam penelitian ini karena interferensi dalam suatu larutan dapat mengganggu dalam analisis.

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah besi (III) klorida heksahidrat. Variabel penelitian terdiri atas variabel bebas meliputi pH larutan, konsentrasi ligan dan waktu ekstraksi dan variabel terikat yaitu hasil ekstraksi ion logam Fe dalam larutan ion logam.

Pada penentuan optimasi pH terlebih dahulu menentukan panjang gelombang maksimum. Dalam penelitian ini diperoleh panjang gelombang maksimum 400 nm sedang pH larutan optimum dicapai pada pH 2. Optimasi selanjutnya yaitu menentukan konsentrasi ligan APDC optimum dicapai pada 0,89 mM sedang waktu ekstraksi optimum 1 menit. Interferensi Pb(II) dan Cu(II) terhadap hasil ekstraksi Fe(III) meski konsentrasi Pb(II) dan Cu(II) sangat kecil maka dapat mengganggu analisis Fe. Efisiensi ekstraksi diperoleh sebesar 89%. Kandungan Fe dalam air sumur diperoleh pada konsentrasi 0,6870 ppm.

Dengan penelitian ini diketahui kondisi optimum ekstraksi dari Fe diperoleh pH larutan dicapai pada pH 2, konsentrasi ligan APDC 0,89 mM dan waktu ekstraksi 1 menit. Timbal (II) dan tembaga(II) meski konsentrasi kecil sangat mengganggu analisis besi. Dengan diperoleh kondisi optimum ini maka dapat digunakan untuk menentukan kandungan besi dalam air sumur. Saran dari penulis adalah perlu dilakukan penelitian lebih lanjut dengan ekstraktan APDC dalam pelarut MIBK dengan uji temu balik yang dipengaruhi oleh adanya ion logam lain.

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL.....	i
PERSETUJUAN PEMBIMBING.....	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
PERNYATAAN.....	iv
MOTTO DAN PERSEMBAHAN.....	v
KATA PENGANTAR.....	vi
SARI.....	viii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR TABEL.....	xi
DAFTAR GAMBAR.....	xii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiii
BAB I PENDAHULUAN	
A. Latar Belakang.....	1
B. Perumusan Masalah.....	4
C. Tujuan Penelitian.....	4
D. Manfaat Penelitian.....	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
A. Logam Besi.....	6
B. Ligan ammonium pirolidin dithiokarbamat (APDC).....	11
C. Analisis Unsur Fe Yang Pernah Dilakukan.....	12

D. Ekstraksi Pelarut.....	13
E. Ekstraksi Ion Logam Sebagai Senyawa Kompleks.....	15
F. Interaksi Antara Ion Fe (III) Dengan Ammonium Pirolidin Dithio karbamat.....	17
G. Spektrofotometri UV-Vis.....	18

BAB III METODE PENELITIAN

A. Populasi dan sampel.....	22
B. Variabel penelitian.....	22
C. Prosedur penelitian.....	22
D. Analisis data.....	29

BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

A. Optimasi Panjang Gelombang Maksimum untuk Senyawa Kompleks Fe-APDC pada Berbagai Kondisi pH Larutan....	30
B. Optimasi Konsentrasi Ligan APDC.....	33
C. Optimasi Waktu Ekstraksi Senyawa Kompleks Fe-APDC...	34
D. Kajian Interferensi Uji Temu Balik Hasil	39
E. Aplikasi Ekstraksi Ion Fe dalam Air Sumur.....	40

BAB V PENUTUP

A. Simpulan.....	42
B. Saran.....	42

DAFTAR PUSTAKA.....	43
---------------------	----

LAMPIRAN.....	45
---------------	----

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Data antara pH dengan Panjang Gelombang Maksimum (λ_{\max}).....	31
2. Data Absorbansi Sampel Air Sumur.....	40



DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Struktur α, α' - Dipiridil.....	7
2. Struktur o- Fenantrolin.....	8
3. Grafik %E vs pH.....	11
4. Struktur APDC.....	11
5. Struktur MIBK.....	17
6. Spektrofotometer UV-Vis.....	20
7. Kurva hubungan antara absorbansi senyawa kompleks Fe-APDC terhadap panjang gelombang pada berbagai kondisi pH larutan.....	31
8. Kurva hubungan antara absorbansi terhadap pH larutan pada panjang gelombang maksimum.....	32
9. Kurva hubungan antara absorbansi senyawa kompleks Fe-APDC terhadap konsentrasi ligan APDC.....	34
10. Kurva hubungan antara absorbansi senyawa kompleks Fe-APDC terhadap waktu ekstraksi.....	35
11. Kurva hubungan antara absorbansi besi terhadap konsentrasi Cu(I).....	37
12. Kurva hubungan antara absorbansi besi terhadap konsentrasi Pb(I).....	38

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Skema cara kerja ekstraksi.....	45
2. Data optimasi panjang gelombang terhadap pH larutan.....	46
3. Data optimasi pH terhadap absorbansi kompleks Fe-APDC pada panjang gelombang maksimum.....	46
4. Data optimasi konsentrasi APDC terhadap absorbansi kompleks Fe-APDC pada pH optimum.....	47
5. Data optimasi waktu ekstraksi senyawa kompleks Fe(APDC) ₃ pada pH dan konsentrasi APDC optimum.....	48
6. Data uji interferensi Cu(II) terhadap Fe(III).....	49
7. Data uji interferensi Pb(II) terhadap Fe(III).....	49
8. Perhitungan konsentrasi Cu(II) dan Pb(II).....	50
9. Kurva kalibarsi untuk Uji Temu Balik.....	51
10. Perhitungan kandungan Fe(III) yang terekstrak.....	52
11. Perhitungan kandungan Fe(III) dalam air sumur.....	53

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Besi merupakan salah satu logam yang banyak digunakan dalam industri. Besi merupakan unsur terbanyak keempat dalam litosfer bumi setelah oksigen, silikon, dan aluminium. Kegunaan besi yang paling penting adalah dalam pembuatan baja (alloy). Baja biasanya digunakan sebagai rangka dalam pembuatan jembatan maupun gedung-gedung yang bermanfaat bagi kehidupan manusia.

Di alam besi terdapat sebagai oksida atau karbonat dan sebagian sebagai sulfida. Selain itu, besi juga terkandung dalam air. Air dapat bermanfaat bagi makhluk hidup tetapi apabila air mengandung besi dengan konsentrasi yang tinggi hal ini justru dapat merugikan makhluk hidup. Air yang mengandung besi biasanya berwarna agak kuning, rasanya amis, menimbulkan karat besi pada sisi pipa atau bak, menimbulkan bakteri besi dan dapat menodai kain atau perkakas rumah tangga (Izmare, 1987). Menurut Surat Keputusan Standard Nasional Indonesia (SNI) untuk syarat air minum kandungan besi hanya berkisar antara 0,3 – 1 ppm.

Kandungan besi dalam air sangat sedikit (kelumit), sehingga untuk mengetahui kandungan besi yang terdapat dalam air telah dilakukan suatu analisis besi dengan menggunakan metode spektrofotometri baik menggunakan spektrofotometer serapan atom maupun spektrometer UV-

Vis. Tetapi metode yang dapat diandalkan dalam hal kepekaan, ketelitian maupun ketepatannya adalah metode analisis spektrofotometri serapan atom melalui ekstraksi pelarut karena spektrofotometri serapan atom ketelitian dan kepekaannya dapat digunakan untuk analisis unsur sampai tingkat kelumit, sementara itu dengan ekstraksi pelarut zat lain yang tidak diharapkan dapat dipisahkan (Stary dan Irving, 1964).

Sistem ekstraksi yang sering digunakan dalam analisis logam kelumit melalui spektrofotometri serapan atom antara lain menggunakan ligan 8-hidroxyquinoline dalam kloroform, 8-mercaptoquinolines dalam kloroform dan ammonium pirolidin dithiokarbamat (APDC) dalam pelarut metil iso butil keton (MIBK). Dalam penelitian ini untuk ekstraksi logam Fe digunakan ammonium pirolidin dithiokarbamat (APDC) dalam pelarut metil iso butil keton (MIBK) karena keuntungan yang didapat dari sistem ekstraksi menggunakan reagen APDC adalah lebih fleksibel karena APDC dapat bekerja pada pH rendah dan dapat menganalisis dengan baik lebih dari 30 macam logam dari logam-logam alkali, alkali tanah, halida-halida, tanah liat dan beberapa bahan-bahan organik seperti protein. Sistem APDC – MIBK telah digunakan untuk menentukan logam kelumit dalam banyak sampel. Fitri Ariani (2004) telah menganalisis logam Ni^{2+} dalam air sungai Kaligarang Semarang menggunakan ekstrak APDC dalam pelarut MIBK. Pada kenyataannya telah ditemukan aplikasi ekstraksi APDC – MIBK dalam sampel air, air laut, dan tanah serta sedimen-sedimen (Niemezyk, 1986).

Uji interferensi/ adanya unsur lain pada analisis besi juga perlu dilakukan. Keberadaan unsur-unsur lain bersama dengan analit di dalam sampel dapat menyebabkan absorbansi dari analit yang ditentukan menjadi lebih besar atau lebih kecil daripada absorbansi yang seharusnya (Prasetya, 2001). Tembaga(II) dan timbal(II) dipilih karena tembaga(II) dan timbal(II) sangat mengganggu dalam analisis besi(III). Seperti terlihat pada gambar 3 menunjukkan grafik antara pH dengan efisiensi ekstraksi (%E) dari ekstraksi logam menggunakan ligan ammonium pirolidin dithiokarbamat (APDC) dalam pelarut metil iso butil keton (MIBK). Efisiensi ekstraksi dari logam Cu(II) dan Pb(II) 100%, sehingga Cu(II) dan Pb(II) sangat mengganggu dalam analisis besi(III). Untuk itu diperlukan zat penopeng agar ion Fe(III) dapat dijadikan khelat dan dapat terekstrak dalam fase organik. Zat penopeng asam sitrat digunakan untuk menopeng ion Fe(III) karena asam sitrat dapat bereaksi secara selektif dengan komponen-komponen dalam larutan seperti Cu(II) dan Pb(II) serta mencegah agar komponen-komponen dalam larutan tidak mengganggu dalam suatu analisis tanpa melakukan pemisahan secara fisika (Stary dan Irving, 1964).

Larutan ion logam yang masih larut dalam fase air dapat berpindah ke fase organik dengan adanya proses *salting – out*. sehingga dapat memperbaiki ekstraksi agar efisien dan mengurangi kelarutan komponen dalam fase air.

Ekstraksi balik (*stripping*) diperlukan dalam penelitian karena dapat digunakan untuk mengetahui ion logam besi yang terekstrak, dengan

mengekstraksi kembali fase organik untuk kemudian dikembalikan ke fase air.

Berdasarkan uraian di atas maka penulis mengambil judul “Ekstraksi Ion Fe (III) dengan Ekstraktan Ammonium Pirolidin Dithiokarbamat (APDC) dalam Pelarut Metil Iso Butil Keton (MIBK)”.

B. Perumusan Masalah

Dari uraian di atas muncul masalah yang hendak diselesaikan dalam penelitian ini:

1. Bagaimana kondisi optimum ekstraksi Fe dengan menggunakan ekstraktan APDC dalam pelarut MIBK.
2. Bagaimana pengaruh adanya ion logam Pb(II) dan Cu(II) terhadap hasil ekstraksi Fe(III) dengan adanya penambahan asam sitrat.
3. Bagaimana uji temu balik ekstraksi untuk mengetahui konsentrasi Fe(III) yang terekstrak.
4. Berapa kandungan Fe dalam air sumur jika diukur dengan kondisi optimum ekstraksi yang telah diperoleh.

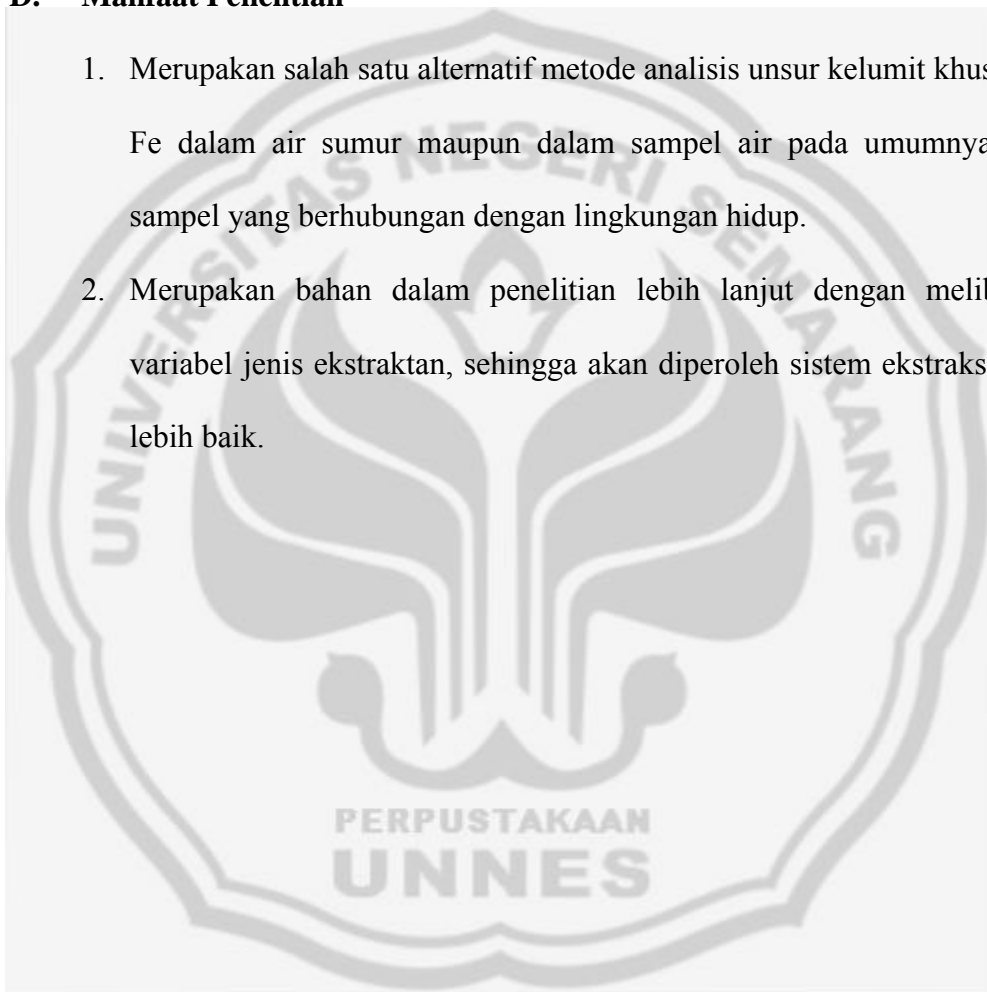
C. Tujuan Penelitian

1. Menentukan kondisi optimum proses ekstraksi Fe yang diekstraksi menggunakan ekstraktan APDC dalam pelarut MIBK meliputi pH larutan, konsentrasi ligan, dan waktu ekstraksi.
2. Mempelajari pengaruh adanya ion logam Pb(II) dan Cu(II) terhadap hasil ekstraksi Fe(III) dengan adanya penambahan asam sitrat.

3. Menentukan uji temu balik ekstraksi untuk mengetahui konsentrasi Fe(III) yang terekstrak.
4. Menerapkan kondisi optimum ekstraksi yang diperoleh untuk menentukan kandungan Fe dalam air sumur.

D. Manfaat Penelitian

1. Merupakan salah satu alternatif metode analisis unsur kelumit khususnya Fe dalam air sumur maupun dalam sampel air pada umumnya serta sampel yang berhubungan dengan lingkungan hidup.
2. Merupakan bahan dalam penelitian lebih lanjut dengan melibatkan variabel jenis ekstraktan, sehingga akan diperoleh sistem ekstraksi yang lebih baik.



BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

A. Logam Besi

Besi merupakan salah satu logam yang banyak digunakan dalam industri. Besi merupakan unsur terbanyak keempat dalam litosfer bumi setelah oksigen, silikon, dan aluminium. Kegunaan besi yang paling penting adalah dalam pembuatan baja (alloy). Di alam besi terdapat sebagai mineral oksida: magnetit (Fe_3O_4), hematite (Fe_2O_3), dan limonit/ butir ($\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$), sebagai karbonat: siderite (FeCO_3) dan sebagian sebagai sulfida: pirit (FeS_2) (Retnowati, 1999)

Senyawa besi mempunyai peranan yang penting pada kehidupan manusia, hewan dan tumbuh-tumbuhan. Sebagian besi di dalam tubuh manusia terdapat sebagai haemoglobin darah, yang mengangkut oksigen udara dari paru-paru ke jaringan tubuh. Walaupun besi sangat diperlukan dalam tubuh tetapi penumpukan dalam jumlah yang berlebihan berakibat tidak baik bagi kesehatan.

Dalam sistem periodik unsur besi merupakan salah satu logam transisi dengan nomer atom 26, nomer massa 55,877 berada pada golongan VIII periode 4 dengan konfigurasi elektron $(\text{Ar}) 3d^6 4s^2$. Besi yang murni adalah logam berwarna putih perak, yang kukuh dan liat, melebur pada 1535°C . Asam klorida encer atau pekat dan asam sulfat encer dapat melarutkan besi

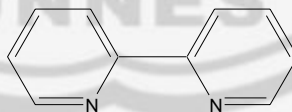
yang menghasilkan garam-garam besi (II) dan membebaskan gas Hidrogen (Vogel,1990).

Besi merupakan unsur golongan transisi dimana salah satu sifat unsur golongan transisi adalah dapat membentuk senyawa kompleks yang berwarna spesifik. Sistem warna yang dihasilkan dapat digunakan untuk uji kualitatif maupun uji kuantitatif, sebagai contoh untuk mengetahui adanya besi dalam suatu sampel air sumur.

Contoh reagen (pereaksi) besi untuk menghasilkan larutan berwarna.

1. Reagensia α, α' - Dipiridil

Reaksi besi dengan reagen α, α' - Dipiridil akan menghasilkan kompleks berwarna merah tua dari kation bivalen $[\text{Fe}(\text{C}_5\text{H}_4\text{N})_2]^{2+}$ dengan garam-garam besi (II) dalam larutan asam mineral. Ion besi (III) tidak bereaksi dengan reagen ini. Ion-ion logam yang lain bereaksi dengan reagensia dalam larutan asam, tetapi intensitas warna yang dihasilkan adalah begitu lemah, sehingga tak mengganggu uji terhadap besi ini. Struktur α, α' -Dipiridil dapat dilihat dalam gambar 1 (Vogel,1990).

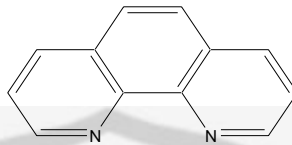


Gambar 1. Struktur α, α' - Dipiridil

2. Reagensia o- Fenantrolina

Reaksi besi dengan reagen o- Fenantrolina akan menghasilkan warna merah yang disebabkan oleh kation kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{18}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dalam larutan yang sedikit asam. Besi (III) tidak mempunyai efek dan harus

direduksi dulu menjadi keadaan bivalen dengan hidroksilamina hidroklorida jika reagensia hendak dipakai untuk menguji besi. Struktur o- Fenantrolina dapat dilihat dalam gambar 2 (Vogel,1990).



Gambar 2. Struktur o- Fenantrolina

Pada umumnya besi yang terdapat dalam air dapat bersifat terlarut sebagai Fe(II) (ferro) atau Fe(III) (ferri) yang tersuspensi sebagai butir koloidal (diameter < 1 μ m) atau lebih besar seperti Fe₂O₃, FeO, Fe (OH)₃ yang tergabung dengan zat organik/ zat padat anorganik seperti tanah liat. Pada air permukaan jarang ditemui kadar besi lebih dari 1 mg/L, tetapi di dalam air tanah kadar Fe dapat jauh lebih tinggi. Besi di dalam air dengan kadar tinggi dapat dirasakan dan dapat menodai kain atau perkakas rumah tangga (Alearts dan Simestri, 1984). Besi di dalam air juga dapat menyebabkan air berwarna agak kuning, rasanya amis, menimbulkan karat besi pada sisi pipa atau bak, serta menimbulkan bakteri besi (Izmare,1987). Menurut Standard Nasional Indonesia (SNI) untuk syarat air minum kandungan besi hanya berkisar antara 0,3 – 1 ppm.

Di dalam air selain mengandung besi juga dapat mengandung timbal (Pb) dan tembaga (Cu). Timbal ini biasanya berasal dari pencemaran limbah industri seperti limbah pabrik accu, gelas, pemoles keramik, semen yang masuk ke laut/ sungai (Petrucci, 1989). Selain itu Pb juga dapat masuk ke dalam air sumur melalui udara yang disebabkan oleh polusi Pb dari

kendaraan bermotor dengan digunakannya bensin yang mengandung tetra ethyl lead (TEL) dan tetra methyl lead (TML) sebagai “anti knock” dan untuk menaikkan efisiensi bahan bakar tersebut. Penambahan bahan bakar motor yang mengandung TEL akan melepaskan partikel ke udara. Senyawa Pb yang terdapat di udara masuk ke perairan melalui pengkristalan Pb di udara dengan bantuan air hujan dan kemudian masuk ke dalam air sehingga air didekat sumber pencemar Pb dapat terakumulasi dengan logam Pb (Iswari, 1997).

Logam Cu ditemukan dalam air alamiah dalam bentuk partikulate dan bentuk terlarut. Tapi biasanya efek logam berat lebih berada dalam bentuk ion terlarut misal ion Cu^{2+} berada dalam bentuk kompleks hidroksida $\text{Cu}(\text{OH})^+$, $\text{Cu}(\text{OH})_2$ atau kompleks karbonat. Ion Cu berada pada air permukaan dalam jumlah yang sedikit. Tembaga adalah logam berat yang esensial artinya meskipun tembaga merupakan logam beracun namun ion tembaga juga sangat dibutuhkan oleh tubuh meski dalam jumlah yang kecil. Ion tembaga dibutuhkan manusia sebagai kompleks Cu-protein yang mempunyai fungsi dalam pembentukan haemoglobin, kolagen, pembuluh darah dan myelin otak. Menurut standar yang diperbolehkan adanya tembaga dalam air minum yaitu 0,00 mg/ L sampai 1,50 mg/ L.

Kajian Mengenai *Masking Agent*/ Zat Penopeng:

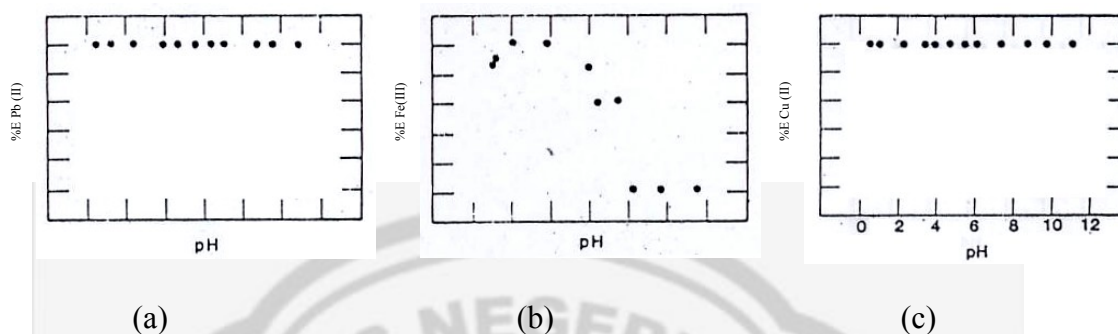
Dalam analisis unsur logam, asam sitrat dapat dijadikan sebagai zat penopeng yang merupakan suatu zat yang bereaksi secara selektif dengan komponen-komponen dalam larutan serta mencegah agar

komponen-komponen dalam larutan tidak mengganggu dalam suatu analisa tanpa melakukan pemisahan secara fisika (Stary dan Irving, 1964). Penopeng dilakukan apabila terdapat ion logam lain yang juga bereaksi dengan ekstraktan baik secara bersama-sama atau paling tidak sampai pH yang lebih tinggi dari harga pH yang diperlukan untuk ekstraksi logam tertentu. Asam sitrat dipilih sebagai zat penopeng karena zat ini mampu bereaksi dengan unsur – unsur lain seperti Cd^{2+} , Co^{2+} , Cu^{2+} , Cr^{3+} , Cr^{6+} , Hg^{2+} , Ni^{2+} , Pb^{2+} , Ti^{2+} , dan Zn^{2+} yang kemungkinan akan mengganggu analisis besi yang terkandung dalam sampel air. Zat penopeng asam sitrat diperlukan karena asam sitrat ini mampu menopeng Cd^{2+} , Co^{2+} , Cu^{2+} , Cr^{3+} , Cr^{6+} , Hg^{2+} , Ni^{2+} , Pb^{2+} , Ti^{2+} , dan Zn^{2+} yang juga dapat membentuk senyawa kompleks dengan ekstraktan APDC (Niemezyk, 1986).

Kajian Interferensi

Dalam analisis unsur, keberadaan unsur-unsur lain bersama dengan analit di dalam sampel dapat menyebabkan interferensi. Interferensi dapat menyebabkan absorbansi dari analit yang ditentukan menjadi lebih besar atau lebih kecil daripada absorbansi yang seharusnya. Di dalam penelitian ini dilakukan uji interferensi Cu(II) dan Pb(II) terhadap Fe(III). Tembaga(II) dan timbal(II) dipilih karena Cu(II) dan Pb(II) sangat mengganggu dalam analisis Fe(III). Seperti terlihat pada gambar 3 yang menunjukkan grafik antara pH dengan efisiensi ekstraksi (%E) dari ekstraksi logam menggunakan ligan ammonium pirolidin dithiokarbamat (APDC) dalam pelarut metil iso butil keton (MIBK). Efisiensi ekstraksi dari logam Cu(II)

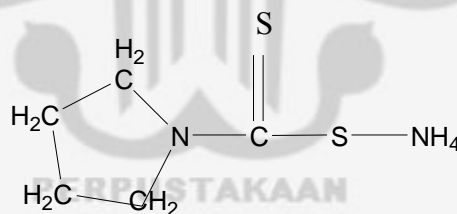
dan Pb(II) 100%, sehingga Cu(II) dan Pb(II) sangat mengganggu dalam analisis besi(III).



Gambar 3. Grafik %E vs pH, a) Pb (II) b) Fe (III) dan c) Cu (II)

B. Ligan Ammonium Pirolidin Dithiokarbamat (APDC)

Ligan Ammonium Pirolidin Dithiokarbamat (APDC) dengan nama dagang 1-Pyrrolidine –Dithiocarboxylic Acid Ammonium Salt merupakan kristal putih yang dapat larut dalam air. Mempunyai berat molekul 164,29 g/mol dengan rumus struktur $C_5H_{12}N_2S_2$ (Ariani, F: 2004).



Gambar 4. Struktur APDC

Ligan ammonium pirolidin dithiokarbamat (APDC) dapat digunakan untuk ekstraksi logam – logam kelumit dalam pelarut organik kloroform dan metil iso butil keton (MIBK). Dalam pelarut kloroform, ligan ammonium pirolidin dithiokarbamat digunakan sebagai pengompleks dengan sejumlah logam pada konsentrasi rendah antara lain besi, kobalt, nikel, vanadium, tembaga, arsen, antimoni dan timbal. Selain itu, APDC juga dapat

digunakan untuk menentukan bismut dalam baja dengan EDTA dan KCN sebagai zat penopeng (Stary dan Irving, 1964).

C. Analisis Unsur Fe Yang Pernah Dilakukan

Beberapa metode analisis logam runtuhan telah banyak dilakukan dan dikembangkan oleh para peneliti, antara lain menggunakan teknik dasar spektrometri, ekstraksi, elektrokimia dan kromatografi. Beberapa penelitian tentang penentuan unsur besi dan unsur-unsur lain dalam berbagai sampel termasuk mineral laterit telah banyak dilaporkan. Pada umumnya perhatian para peneliti hanya dipusatkan pada penentuan kandungan unsur-unsur atau analit dalam sampel.

Hannakar dan Hughes (Prasetya, 2001) telah melakukan analisis unsur runtuhan dalam mineral geologi yang kaya akan besi dan mangan yang dapat mengganggu analisis lebih lanjut. Hannakar dan Hughes telah mencoba menggunakan HCl-n-butyl asetat untuk menghilangkan gangguan besi dan adanya gangguan mangan dieliminasi dengan penambahan EDTA. Setelah besi dan mangan dihilangkan, sampel kemudian diekstraksi dengan natrium dietil ditiokarbamat dalam metil iso butil keton (MIBK) dan dianalisis dengan AAS.

Pada tahun 1953 Lau dan Ho (Prasetya, 2001) telah berhasil menganalisis secara simultan unsur Fe, Co, Ni, Cu, Hg dan Pb dalam air yang dikompleks dengan pengkhelat piperazino 1,4 – bis (dithiocarbamate) pada pH 6 – 7. Senyawa kompleks yang terbentuk dipisahkan dengan penyaring membran kemudian dideteksi dengan *energi-dispersive X-ray*

fluorescence spectrometry. Dari hasil yang diperoleh menunjukkan besarnya temu balik dari logam-logam dimaksud berkisar 97 - 105% dengan presisi 2,3 – 3,1%.

Williams dan Cokal (1986) telah menganalisis besi menggunakan Ammonium Pirolidin-N-karboditioat (APCD/ APDC) dan 4-metil-2 pentanon (metil isobutil keton/ MIBK) dengan asam sitrat dan tiron sebagai *masking agent*. Asam sitrat dan tiron sangat efektif digunakan sebagai penopeng karena keduanya mampu menopeng unsur – unsur Cd^{2+} , Co^{2+} , Cu^{2+} , Cr^{3+} , Cr^{6+} , Hg^{2+} , Ni^{2+} , Pb^{2+} , Ti^{2+} , dan Zn^{2+} . Penambahan NaCl sebagai *salting-out* digunakan dalam analisis ini karena NaCl mampu membawa konsentrasi logam yang diekstraksi yang masih berada pada fase air masuk ke fase organik dengan perbandingan 20:1. Dari penelitian diperoleh kesimpulan bahwa penggunaan asam sitrat dan tiron menghasilkan efisiensi ekstraksi yang lebih baik daripada tidak menggunakan *masking agent*. Larutan yang tidak menggunakan *masking agent*, akan terbentuk endapan besi hidroksida yang akan menimbulkan masalah kekeruhan (*nebulization*) pada fase organik.

D. Ekstraksi Pelarut

Ekstraksi pelarut adalah suatu metode pemisahan berdasarkan transfer suatu zat terlarut dari suatu pelarut kedalam pelarut lain yang tidak saling bercampur. Menurut Nerst, zat terlarut akan terdistribusi pada kedua solven sehingga perbandingan konsentrasi pada kedua solven tersebut tetap untuk tekanan dan suhu yang tetap (Christian, 1986).

Koefisien distribusi (K_D) merupakan perbandingan aktifitas dari solute diantara dua solven. Pada larutan yang encer boleh dianggap bahwa perbandingan aktifitas sama dengan perbandingan konsentrasi.

$$K_{D,A} = \frac{aA_1}{aA_2} = \frac{[A]_1}{[A]_2} \quad (1)$$

$K_{D,A}$ = koefisien distribusi zat terlarut A

aA_1 = aktifitas solut A dalam solven 1

aA_2 = aktifitas solut A dalam solven 2

(Day dan Underwood, 1989)

Persentase ekstraksi (%E) zat terlarut A yang terekstrak dapat ditentukan berdasarkan perbandingan konsentrasi hasil ekstraksi dengan konsentrasi mula-mula dikalikan 100% yang dapat ditulis:

$$\%E = \frac{\text{konsentrasi hasil reaksi}}{\text{konsentrasi mula - mula}} \times 100\% \quad (2)$$

Menurut Christian (1986) hubungan persentase zat yang terekstrak dan perbandingan distribusi (D) dapat dituliskan sebagai berikut:

$$\%E = \frac{100D}{D + [V_a/V_o]} \quad (3)$$

jika $V_a = V_o$ maka,

$$\%E = \frac{100D}{D + 1} \quad (4)$$

V_a = volume fase air

V_o = volume fase organik

D = perbandingan distribusi

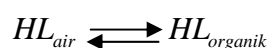
%E = persentase ekstraksi (Christian, 1986)

E. Ekstraksi Ion Logam Sebagai Senyawa Kompleks

Pada umumnya ion-ion logam tidak larut dalam pelarut organik non polar. Ion logam harus diubah menjadi bentuk molekul yang tidak bermuatan dengan pembentukan kompleks agar ion logam tersebut dapat terekstrak ke dalam pelarut organik non polar. Senyawa kompleks adalah suatu senyawa dimana ion logam bersenyawa dengan ion atau molekul netral yang mempunyai sepasang atau lebih elektron bebas yang berikatan secara kovalen koordinasi (Moersid, 1989)

Ion logam dalam senyawa kompleks disebut ion pusat, sedangkan ion atau molekul netral yang mempunyai pasangan elektron bebas disebut ligan. Kompleks kelat atau sepiit adalah kompleks yang terbentuk apabila ion pusat bersenyawa dengan ligan yang mempunyai dua atau lebih gugus. Banyaknya ikatan kovalen koordinasi yang terjadi antara ligan dengan ion pusat disebut bilangan koordinasi. Pembentukan kompleks oleh ligan bergantung pada kecenderungan untuk mengisi orbital kosong dalam usaha mencapai konfigurasi elektron yang lebih stabil. Untuk memudahkan ekstraksi maka ion logam yang bermuatan harus dinetralkan oleh ion atau molekul netral menjadi kompleks tidak bermuatan (Khopkar, 1984).

Kompleks kelat merupakan asam lemah (HL) yang terionisasi dalam air dan terdistribusi dalam fase organik dan fase air, serta dengan ion logam dapat membentuk ion kompleks yang netral dan mudah larut dalam fase organik (Day dan Underwood, 1989). Sesuai dengan reaksi:



sehingga

$$K_{DL} = \frac{[HL]_o}{[HL]_{air}} \quad (5)$$

Disosiasi kompleks khelat:



$$K_a = \frac{[H^+][L^-]}{[HL]} \quad (6)$$

Anion khelat bergantung dengan ion logam M membentuk khelat yang dapat diekstraksi.



$$K_f = \frac{[ML_n]}{[M^{n+}][L^-]^n} \quad (7)$$

Khelat terdistribusi pada fase air dan fase organik:



$$K_{DX} = \frac{[ML_n]_{organik}}{[ML_n]_{air}} \quad (8)$$

Perbandingan distribusi (D) dapat dievaluasi jika khelat ML_n pada fase organik dan M^{n+} pada fase air:

$$D = \frac{[ML_n]_{organik}}{[M^{n+}]_{air}} \quad (9)$$

dengan mengkombinasi persamaan (5) sampai (9), didapat:

$$D = \frac{K_f \cdot K_a^n \cdot K_{DX}}{K_{DL}^n} \times \frac{[HL]_{organik}^n}{[H^+]_{air}^n} \quad (10)$$

Keterangan:

K_{DL} = koefisien distribusi ligan

K_a = konstanta disosiasi asam

K_f = konstanta pembentukan kompleks logam

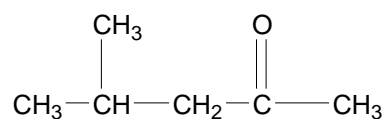
K_{DX} = koefisien distribusi kompleks (Khopkar, 1984)

F. Interaksi Antara Ion Fe (III) Dengan Ammonium Pirolidin Dithiokarbamat

Logam besi merupakan unsur golongan transisi dimana salah satu sifat unsur golongan transisi adalah dapat membentuk senyawa kompleks yang berwarna spesifik. Logam Fe agar dapat diekstraksi dengan pelarut organik harus dikomplekskan sebagai senyawa yang tidak bermuatan melalui proses pembentukan khelat. Ion besi (Fe) dalam larutan dikhelatkan dengan APDC kemudian diekstraksi dengan MIBK. Digunakan pengompleks APDC karena mampu membentuk kompleks yang dapat diekstraksi pada kisaran pH yang besar dengan sejumlah logam pada konsentrasi rendah.

Dalam larutan air, APDC akan terdisosiasi dengan melepaskan NH_4^+ . Anion dari khelat ini akan berikatan dengan ion Fe^{3+} membentuk senyawa kompleks Fe-APDC yang tidak bermuatan dengan ikatan kovalen koordinasi sehingga dapat diekstraksi ke dalam fase organik.

Sedang pelarut organik yang digunakan adalah metil isobutil keton (MIBK) dengan struktur yang dapat dilihat pada gambar 5 (Ariani, F: 2004).



Gambar 5. Struktur MIBK

Metil isobutil keton (MIBK) cukup baik digunakan untuk mengekstraksi logam karena tidak membentuk emulsi, relatif tidak larut dalam fase air dan mampu mengekstraksi kompleks ligan khelat.

G. Spektrofotometri UV-Vis

Spektrum UV dan daerah tampak (*Visible*) untuk senyawa organik berhubungan dengan transisi elektronik pada tingkat-tingkat energi elektron tertentu. Transisi itu biasanya menyangkut transisi elektronik bebas dan orbital yang tidak terisi pada non bonding atau orbital anti bonding.

Spektrofotometri didefinisikan suatu metoda analisis kimia berdasarkan pengukuran seberapa banyak energi radiasi diabsorpsi oleh suatu zat sebagai fungsi panjang gelombang. Agar lebih mudah memahami proses absorpsi tersebut dapat ditunjukkan dari suatu larutan berwarna. Misalnya larutan tembaga sulfat yang nampak berwarna biru. Sebenarnya larutan ini mengabsorpsi radiasi warna kuning dari cahaya putih dan meneruskan radiasi biru yang tampak oleh mata kita.

Proses absorpsi ini kemudian dapat dijelaskan bahwa suatu molekul/atom yang mengabsorpsi radiasi akan memanfaatkan energi radiasi tersebut untuk mengadakan eksitasi elektron. Eksitasi ini hanya akan terjadi bila energi radiasi yang diperlukan sesuai dengan perbedaan tingkat energi dari keadaan dasar ke keadaan tereksitasi dan sifatnya karakteristik.

Komponen-komponen yang mengabsorpsi dalam spektrofotometri UV-Vis dapat berupa absorpsi oleh senyawa-senyawa organik maupun anorganik. Senyawa-senyawa organik yang mengandung ikatan rangkap 2/

rangkap 3 akan menghasilkan puncak-puncak absorpsi yang penting terutama dalam daerah UV. Gugus-gugus fungsional organik tidak jenuh yang mengabsorpsi sinar tampak dan UV ini dinamakan kromofor/ sering dikenal dengan pembawa warna. Contoh kromofor, $-\text{NH}_2$, $-\text{C}=\text{C}-$, $\text{C}=\text{O}$, $-\text{CHO}$, $-\text{NO}_2$, $-\text{N}=\text{N}-$ dan lain-lain. Sedangkan absorpsi oleh senyawa-senyawa anorganik, spektra dari hampir semua ion-ion kompleks dan molekul-molekul anorganik menghasilkan puncak absorpsi agak melebar. Untuk ion-ion logam transisi, pelebaran puncak disebabkan oleh faktor-faktor lingkungan kimianya. Suatu contoh larutan Cu (II) encer berwarna biru muda, tetapi warna akan berubah menjadi biru tua dengan adanya amonia. Bila unsur-unsur logam membentuk kompleks, maka faktor ligan sangat menentukan.

Sebagian radiasi yang terabsorpsi oleh suatu larutan analit yang mengabsorpsi ternyata terdapat hubungan kuantitatif dengan konsentrasinya. Jumlah radiasi yang terabsorpsi oleh sampel dinyatakan dalam hukum Lambert-Beer dan dijadikan dasar pada analisis kuantitatif spektrofotometri dan dinyatakan dengan rumus:

$$A = a.b.c \quad \text{atau} \quad A = \varepsilon.b.C \quad (11)$$

Keterangan:

A = absorbansi/ radiasi yang terabsorpsi

a = konstanta absorptivitas (L/ g.cm)

c = konsentrasi sampel (g/ L)

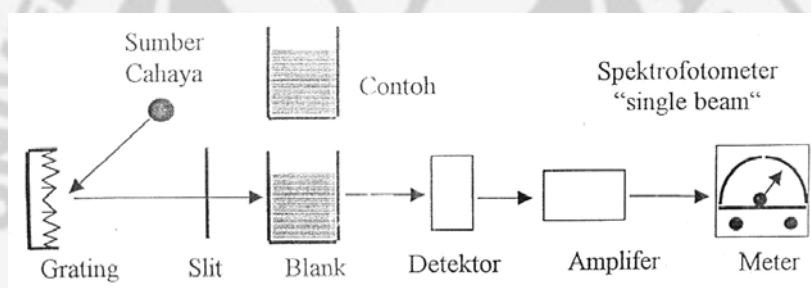
C = konsentrasi sampel (mol/ L)

ϵ = koefisien ekstingsi molar ($\text{mol}^{-1}\text{dm}^3\text{cm}^{-1}$)

b = tebal larutan/ lebar kuvet (cm) (Tahid, 2001).

Karena harga ϵ tetap untuk zat yang sama (pada panjang gelombang sama) dan b tetap, maka hubungan antara A dan c adalah linier.

Spektrofotometer adalah alat yang digunakan untuk mengukur besarnya transmitansi/ absorbansi suatu sampel sebagai fungsi dari panjang gelombang. Spektrofotometer ada yang menggunakan berkas rangkap (*double beam*), tetapi prinsip peralatannya sama seperti sistem berkas tunggal (*single beam*).



Gambar 6. Spektrofotometer UV-Vis

1. Suatu sumber energi cahaya yang berkesinambungan yang meliputi daerah spektrum dalam mana instrumen itu dirancang untuk beroperasi.
2. Suatu monokromator yang terdiri dari celah (slit) merupakan bagian yang penting dalam menentukan unjuk kerja (*performance*) karakteristik dan kualitasnya dan grating yang menjatuhkan sinar polikromatis untuk menghasilkan dispersi radiasi UV dan tampak (Tahid, 2001).
3. Suatu wadah untuk sampel yaitu sel untuk menaruh cairan ke dalam berkas cahaya spektrofotometri.

4. Suatu detektor, yang berupa *transduser* yang mengubah energi cahaya menjadi suatu isyarat listrik.
5. Suatu pengganda (amplifier) berfungsi sebagai penguat sinyal listrik yang dihasilkan oleh detektor.
6. Suatu sistem baca (recorder) untuk menampilkan bentuk sinyal listrik menjadi tampilan yang dapat dibaca (Day dan Underwood, 1989).



BAB III

METODE PENELITIAN

A. Populasi dan Sampel

Populasi dalam penelitian ini adalah $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ populasi bersifat homogen, maka sampel dalam penelitian ini adalah cuplikan yang diambil secara acak dari senyawa tersebut.

B. Variabel Penelitian

Variabel bebas dalam penelitian ini meliputi pH larutan, konsentrasi ligan, waktu ekstraksi dan interferensi adanya Cu(II) dan Pb(II) terhadap hasil ekstraksi besi.

Variabel terikatnya adalah hasil ekstraksi (kandungan) ion logam Fe dalam larutan ion logam, dan hasil ini dapat dilihat dari absorbansi yang diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

C. Prosedur Penelitian

1. Alat dan Bahan

a. Peralatan yang dipakai

- 1). Spektrofotometer UV-Vis merek *Shimadzu* dengan ketelitian 0,0001
- 2). Neraca Analitik merek *Ohaus* dengan ketelitian 0,1 mg
- 3). pH meter merek *Hanna Instruments* dengan ketelitian 2 digit
- 4). Corong pisah
- 5). Alat-alat gelas laboratorium

6). Magnetik stirer dan batang pengaduknya

b. Bahan yang Digunakan

1) $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ buatan E. Merck (kadar: 99%, $M_r = 270,32$ g/mol)

2) $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ buatan E. Merck (kadar: 99%, $M_r = 331,20$ g/mol)

3) $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ buatan E. Merck (kadar: 99%, $M_r = 241,60$ g/mol)

4) NaCl buatan E. Merck (kadar: 99,5%)

5) Ammonium pirolidin dithiokarbamat $[(\text{CH}_2)_4\text{CNS}_2\text{NH}_4]$ buatan E. Merck (kadar: 98%, $M_r = 164,29$ g/mol)

6) Metil isobutil keton $[\text{C}_4\text{H}_9\text{COCH}_3]$ buatan E. Merck

7) Asam sitrat $[\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7]$ buatan E. Merck (kadar: 99,5%, $M_r = 210,14$ g/mol)

8) Asam asetat $[\text{CH}_3\text{COOH}]$ pekat buatan E. Merck (kadar: 99,8%, $\rho: 1,05$ kg/ L, $M = 17,382$)

9) Natrium asetat $[\text{CH}_3\text{COONa}]$ buatan E. Merck (kadar: 99,99%, $\rho: 1,52$ kg/ L, $M = 18,47$)

10) Natrium hidroksida $[\text{NaOH}]$ buatan E. Merck (kadar: 99%, $M_r = 39,9970$ g/mol).

11) Asam nitrat $[\text{HNO}_3]$ pekat buatan E. Merck (kadar: 65%, $\rho: 1,41$ kg/ L, $M = 14,54$)

12) Aquades.

2. Pembuatan larutan yang diperlukan

a. Larutan induk Fe (III) 1000 ppm

Dibuat dengan melarutkan 2,4202 gram $\text{Fe}(\text{Cl})_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dalam aquades hingga volumenya 500 mL. Larutan Fe(III) 10 ppm dapat dibuat dengan mengambil 1 mL larutan Fe(III) 1000 ppm kemudian ditambah aquades hingga volumenya 100 mL.

b. Larutan induk ammonium pirolidin dithiokarbamat 0,1 M

Ditimbang 1,6429 gram APDC dan dilarutkan dengan aquades hingga volumenya menjadi 100 mL. Untuk membuat larutan kerjanya dapat dilakukan dengan mengencerkan sesuai kebutuhan.

c. Larutan asam sitrat 1 M

Ditimbang 21,0140 gram kristal asam sitrat dan dilarutkan dengan aquades hingga volume menjadi 100 mL.

d. Larutan asam nitrat 1 M

Diambil 6,8 mL asam nitrat pekat kemudian diencerkan dengan aquades hingga volume 100 mL.

e. Larutan natrium hidroksida 1 M

Ditimbang 4 gram kristal natrium hidroksida dan dilarutkan dengan aquades hingga volume menjadi 100 mL.

f. Larutan induk Cu(II) 1000 ppm

Dibuat dengan melarutkan 0,3880 gram $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ dalam aquades hingga volumenya 100 mL. Untuk membuat larutan kerjanya dapat dilakukan dengan mengencerkan sesuai kebutuhan.

g. Larutan induk Pb(II) 1000 ppm

Dibuat dengan melarutkan 0,1599 gram $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ dalam aquades hingga volumenya 100 mL. Untuk membuat larutan kerjanya dapat dilakukan dengan mengencerkan sesuai kebutuhan.

h. Larutan buffer asetat 100 mL, pH 4,64

Dibuat dengan mencampurkan 1,4880 mL CH_3COOH pekat dalam aquades hingga volumenya 50 mL ditambah 2,70 mL CH_3COONa 0,1 M dilarutkan dalam aquades hingga 50 mL.

3. Prosedur umum ekstraksi

Ekstraksi dilakukan dalam suatu corong pisah atau erlenmeyer bertutup yang dilengkapi pengaduk magnetik. Kondisi optimum yang akan dicapai dalam ekstraksi ini meliputi pH larutan, konsentrasi ligan dan waktu ekstraksi. Ekstraksi dimulai dengan menambahkan larutan ion logam dengan konsentrasi 10 ppm sebanyak 10 mL, kemudian ditambah agen masking asam sitrat 1 M sebanyak 1 mL. Untuk mempertahankan pH larutan maka ditambah buffer asetat. pH diukur menggunakan pH meter dan keasaman larutan diatur dengan menambahkan HNO_3 dan NaOH . Selanjutnya ke dalam larutan tersebut ditambah agen salting-out 1 gram NaCl dan ekstrak APDC 0,001 M sebanyak 5 mL kemudian ditambah 10 mL MIBK. Larutan dikocok agar dapat tercampur homogen selama waktu tertentu sampai terbentuk 2 fase terpisah. Fase organik ditampung dalam kuvet kemudian diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Sedangkan untuk menghitung efisiensi

ekstraksi (%E) fase organik hasil ekstraksi distripping dengan menggunakan HNO_3 pekat 10 mL. Larutan yang diperoleh dari hasil ekstraksi balik kemudian dikomplekskan dengan KCNS kemudian diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

a. Optimasi panjang gelombang dan pH larutan

Dilakukan ekstraksi sesuai prosedur hanya pH dibuat bervariasi dengan pH 1; 1,5; 2; 3; 4; 4,5; 5 dan 6 kemudian dilanjutkan sesuai prosedur ekstraksi dan diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang maksimum yang telah diperoleh dari hasil percobaan. Kemudian dibuat grafik hubungan antara pH larutan dan absorbansi.

b. Optimasi konsentrasi ligan

Dilakukan ekstraksi sesuai prosedur hanya konsentrasi ligan dibuat bervariasi dari 0,09; 0,17; 0,27; 0,35; 0,45; 0,535; 0,625; 0,714; 0,893 dan 0,982 mM kemudian dilanjutkan dengan melakukan ekstraksi sesuai prosedur, kemudian diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis dan dibuat grafik hubungan antara konsentrasi ligan dan absorbansi.

c. Optimasi waktu ekstraksi

Dilakukan ekstraksi seperti prosedur dan waktu ekstraksi dibuat bervariasi dari 1; 2; 3; 5; 7,5 dan 10 menit kemudian dilanjutkan sesuai prosedur dan diukur absorbansinya dengan spektrofotometer

UV-Vis. Kemudian dibuat grafik hubungan antara waktu ekstraksi dan absorbansi.

d. Kajian interferensi

1) Interferensi Cu(II) terhadap Fe(III)

Setelah dicapai kondisi optimum pada point a, b dan c, kemudian dilakukan uji interferensi Cu(II) terhadap Fe(III) dengan memvariasi konsentrasi Cu(II) 5 ppm berturut-turut 0,5; 1; 1,5; 2; 2,5 dan 0 mL (larutan pembanding) masing-masing ditambah Fe(III) 10 ppm sebanyak 10 mL kemudian dilakukan ekstraksi seperti dalam prosedur ekstraksi. Selanjutnya dilakukan pembacaan absorbansi menggunakan spektrofotometer UV-Vis terhadap masing-masing larutan. Kemudian dibuat kurva konsentrasi Cu(II) terhadap absorbansi Fe(III).

2) Interferensi Pb(II) terhadap Fe(III)

Setelah dicapai kondisi optimum pada point a, b dan c, kemudian dilakukan uji interferensi Pb(II) terhadap Fe(III) dengan memvariasi konsentrasi Pb(II) 5 ppm berturut-turut 0,5; 1; 1,5; 2; 2,5 dan 0 mL (larutan pembanding) masing-masing ditambah Fe(III) 10 ppm sebanyak 10 mL kemudian dilakukan ekstraksi seperti dalam prosedur ekstraksi. Selanjutnya dilakukan pembacaan absorbansi menggunakan spektrofotometer UV-Vis terhadap masing-masing larutan.

Kemudian dibuat kurva konsentrasi Pb(II) terhadap absorbansi Fe(III).

4. Uji temu balik hasil ekstraksi pada kondisi optimum

Untuk mengetahui efektifitas kondisi optimum yang diperoleh pada ekstraksi ion Fe (III), maka perlu dilakukan uji temu balik untuk menghitung ion Fe (III) yang terekstrak, selanjutnya efisiensi ekstraksi (%E) dapat ditentukan.

Sebelumnya dibuat kurva kalibrasi dengan mengalurkan absorbansi sebagai ordinat dan konsentrasi besi sebagai absisnya. Selanjutnya dicari persamaan regresinya, sehingga diperoleh kurva linier. Kurva kalibrasi dibuat dengan konsentrasi Fe(III) 50 ppm dengan variasi volume 1, 2, 3, 4, 5, dan 0 mL (blanko). Selanjutnya masing – masing larutan ditambah 1 mL HNO₃ 1 M, 2 mL KCNS 4 x 10⁻³ M dan ditambah aquades hingga volume 10 mL. kemudian dihitung absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis.

Uji temu balik dilakukan sesuai prosedur ekstraksi pada kondisi optimum dengan menambahkan larutan Fe(III) 10 ppm sebanyak 10 mL, kemudian ditambah asam sitrat 1 M sebanyak 1 mL. Untuk mempertahankan pH larutan maka ditambah buffer asetat 5 tetes. pH terukur adalah 2. Selanjutnya ke dalam larutan tersebut ditambah 1 gram NaCl dan ekstrak APDC 0,89 mM sebanyak 5 mL kemudian ditambah 10 mL MIBK. Larutan dikocok agar dapat tercampur homogen selama 1 menit. Fase organik hasil ekstraksi distripping

dengan menggunakan HNO_3 pekat 10 mL. Larutan yang diperoleh dari hasil ekstraksi balik diambil 2 mL kemudian ditambah 1 mL HNO_3 1 M, 2 mL KCNS 4×10^{-3} M dan ditambah aquades hingga volume 10 mL. Larutan yang diperoleh diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Absorbansi yang diperoleh diplotkan ke dalam persamaan regresi dari kurva kalibrasi.

5. Penentuan kandungan Fe dalam air sumur

Terlebih dahulu disiapkan kurva kalibrasi dengan mengalurkan absorbansi sebagai ordinat dan konsentrasi besi sebagai absis. Selanjutnya dicari persamaan regresinya, sehingga diperoleh kurva linier untuk menghitung konsentrasi besi dalam sampel air sumur.

D. ANALISIS DATA

Seluruh data yang didapat kemudian dimasukkan dalam tabel, kemudian dibuat kurva/ grafik untuk mengetahui kondisi optimum ekstraksi serta untuk mengetahui pengaruh ion logam lain/ interferensi terhadap hasil ekstraksi. Kondisi optimum yang diperoleh untuk selanjutnya digunakan untuk kondisi perlakuan ekstraksi berikutnya.

BAB IV

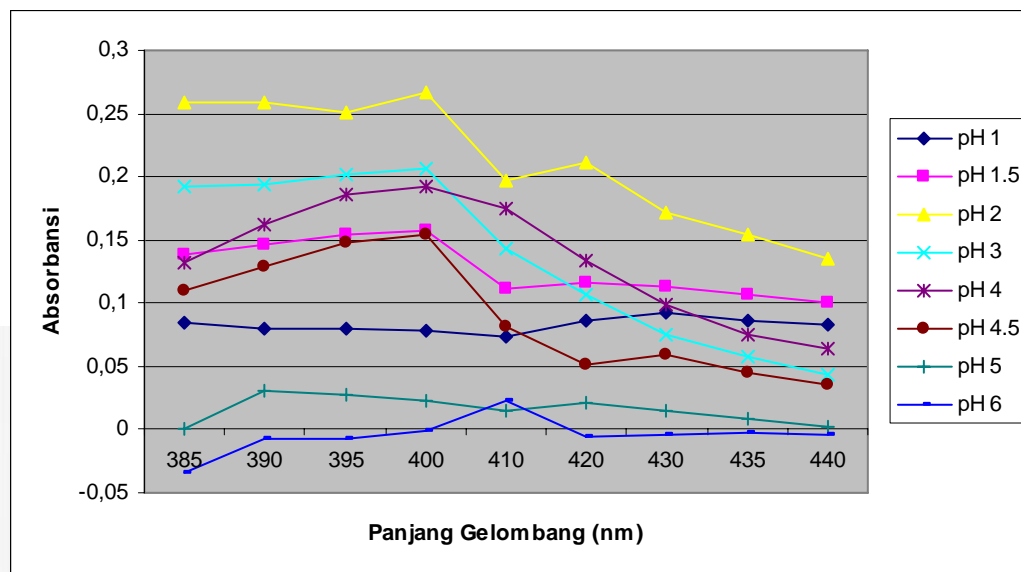
HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini telah dilakukan di laboratorium Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang yang meliputi penentuan kondisi optimum ekstraksi (pH larutan, konsentrasi ligan dan waktu ekstraksi), uji interferensi ion – ion logam lain terhadap hasil ekstraksi ion besi dan juga uji temu balik pada kondisi optimum untuk kemudian digunakan untuk penentuan kadar besi dalam air sumur.

Dalam penentuan kondisi optimum ekstraksi Fe(III) dengan ligan APDC ini, optimasi yang diperoleh dari langkah-langkah awal digunakan untuk menentukan kondisi optimum berikutnya. Dalam bab ini akan kami sajikan hasil-hasil penelitian beserta pembahasannya.

A. Optimasi Panjang Gelombang Maksimum untuk Senyawa Kompleks Fe-APDC pada Berbagai Kondisi pH Larutan

Langkah awal yang dilakukan dalam penelitian ini adalah penentuan panjang gelombang maksimum dari senyawa kompleks yang terbentuk antara ion Fe(III) dengan ligan ammonium pirolidin dithiokarbamat (APDC) pada variasi pH 1; 1,5; 2; 3; 4; 4,5; 5 dan 6. Hasil pengamatan absorbansi pada panjang gelombang antara 385 – 440 nm pada berbagai variasi pH dapat dilihat pada lampiran 2. Rentang panjang gelombang yang digunakan antara 385 – 440 nm karena senyawa kompleks yang dihasilkan berwarna kuning. Grafik antara panjang gelombang dengan absorbansi dapat dilihat pada gambar 7.



Gambar 7. Kurva hubungan antara absorbansi senyawa kompleks Fe-APDC terhadap panjang gelombang pada berbagai kondisi pH larutan

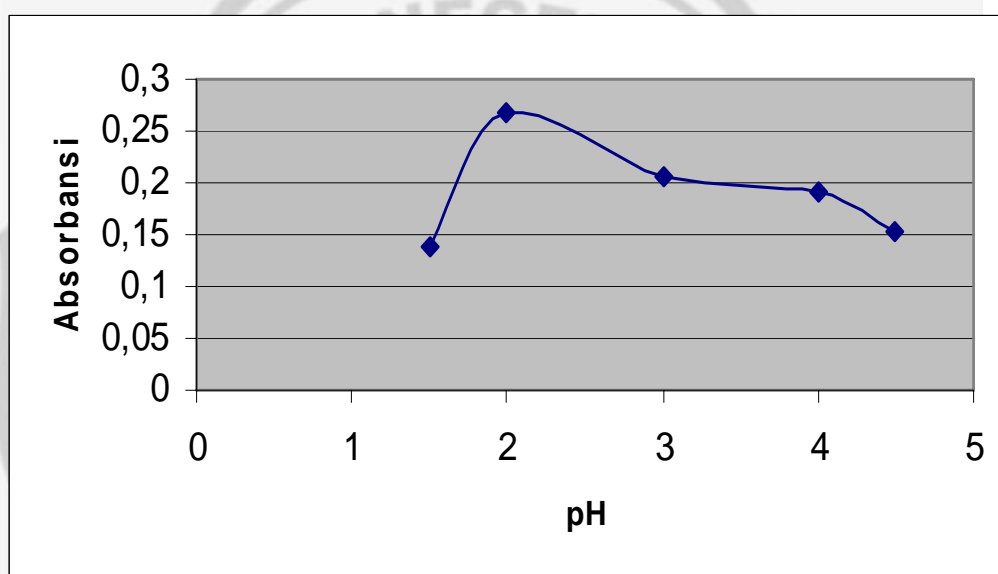
Berdasarkan pada gambar 7 terlihat bahwa absorbansi maksimum yang diperoleh dari senyawa kompleks Fe-APDC hasil ekstraksi dicapai pada panjang gelombang yang tidak sama.

Tabel 1. Data antara pH dengan Panjang Gelombang Maksimum (λ_{\max})

pH larutan	λ_{\max} (nm)
1	430
1,5	400
2	400
3	400
4	400
4,5	400
5	390
6	410

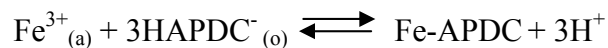
Dari tabel 1 terlihat bahwa pada pH 1,5; 2; 3; 4; dan 4,5 absorbansi maksimum dicapai pada 400 nm. Hal ini menunjukkan bahwa adanya variasi pH dari larutan besi tidak berpengaruh terhadap bentuk senyawa kompleks yang terjadi, sehingga senyawa kompleks yang terbentuk adalah sama. Sedangkan pada pH 1, 5 dan 6

absorbansi maksimum dicapai pada panjang gelombang yang berbeda-beda yaitu 430, 390, dan 410 nm. Hal ini disebabkan karena di dalam larutan besi terdapat pergeseran bentuk kompleks sehingga panjang gelombang maksimum yang diperoleh tidak sama dengan panjang gelombang maksimum dari pH 1,5; 2; 3; 4; dan 4,5. Berdasarkan hal inilah maka panjang gelombang maksimum yang digunakan dalam pengukuran selanjutnya yaitu panjang gelombang pada 400 nm.



Gambar 8. Kurva hubungan antara absorbansi terhadap pH larutan pada panjang gelombang maksimum

Adanya variasi pH larutan maka akan menyebabkan perubahan harga absorbansi senyawa kompleks Fe-APDC. Dari gambar 8 terlihat bahwa absorbansi terbesar diperoleh pada pH 2. pH ini merupakan pH optimum untuk pengompleksan Fe(III) dengan ekstraktan ammonium pirolidin dithiokarbamat(APDC). Berkaitan dengan pengaruh pH terhadap hasil pembentukan kompleks Fe-APDC, pada dasarnya efek ini timbul dari persaingan H^+ dan Fe^{3+} dalam memperebutkan ion APDC dengan reaksi sebagai berikut:

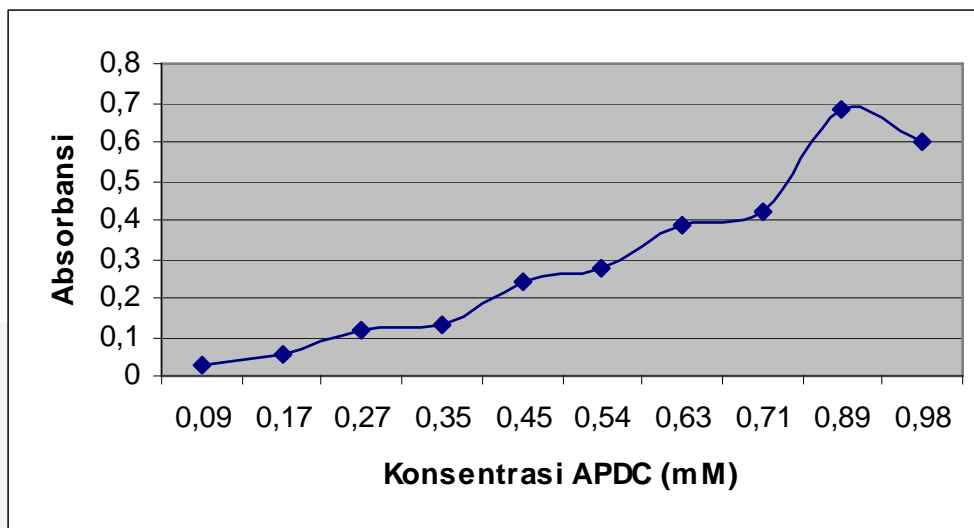


Jika pH fasa air semakin tinggi berarti memperkecil jumlah atau konsentrasi H^{+} yang ada begitu juga sebaliknya. Berdasarkan hukum kesetimbangan reaksi, maka untuk reaksi di atas dengan adanya pengurangan konsentrasi H^{+} , maka reaksi akan bergeser ke kanan yaitu ke arah pembentukan kompleks kelat Fe-APDC.

Pada awal reaksi antara larutan ion logam Fe(III) dengan asam sitrat mula-mula menunjukkan pH 2 sedang pada pH lain karena adanya tambahan asam nitrat atau natrium hidroksida (untuk mengatur keasaman larutan) akan mengurangi atau menghambat pembentukan kompleks khelat sehingga mempengaruhi absorbansi larutan menjadi lebih kecil. Pada lampiran 2 terlihat bahwa pada pH 6 menghasilkan absorbansi yang bernilai negatif. Hal ini disebabkan larutan hasil ekstraksi pH 6 dihasilkan larutan yang jernih bahkan mendekati kejernihan aquades. Pada pengaturan pH menjadi pH 6 maka ditambahkan NaOH, sehingga pada pH 6 terjadi persaingan antara OH^{-} dan Fe^{3+} dalam memperebutkan ligan APDC^{-} sehingga dapat mengurangi pembentukan kompleks.

B. Optimasi Konsentrasi Ligan APDC

Tujuan dari langkah ini adalah penentuan konsentrasi ligan APDC pada pH optimum dengan panjang gelombang maksimum. Dari langkah sebelumnya telah diperoleh pH optimum dicapai pada pH 2 dengan panjang gelombang 400 nm. Hasil pengamatan optimasi konsentrasi ligan APDC tersaji pada lampiran 3 sedang kurva antara absorbansi senyawa kompleks terhadap konsentrasi ligan APDC terlihat pada gambar 9.



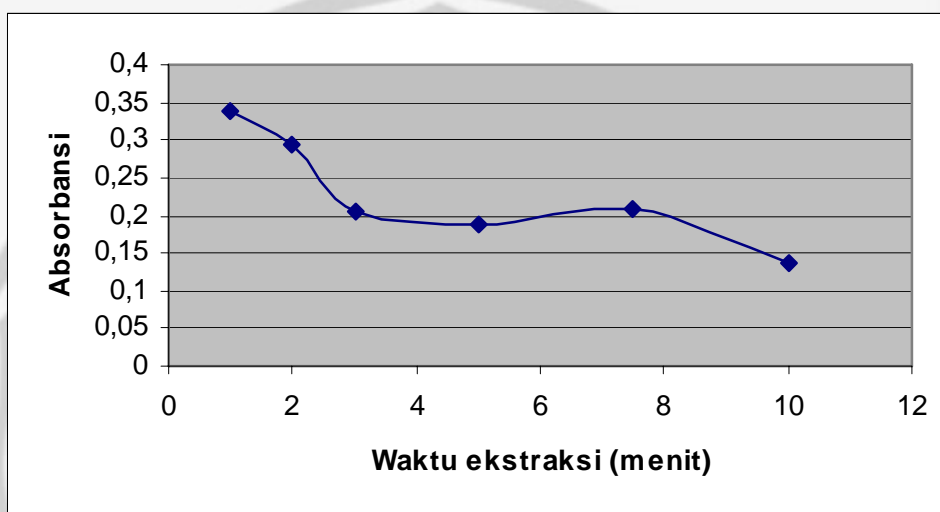
Gambar 9. Kurva hubungan antara absorbansi senyawa kompleks Fe-APDC terhadap konsentrasi ligan APDC

Dari gambar 9 menunjukkan bahwa konsentrasi ligan APDC mencapai optimum pada konsentrasi 0,89 mM. Dari konsentrasi paling kecil, absorbansi naik kemudian mencapai optimum pada konsentrasi ligan APDC 0,89 mM tetapi pada konsentrasi yang lebih tinggi, absorbansi langsung turun. Absorbansi akan mencapai harga optimum apabila senyawa logam Fe(III) sudah bereaksi dengan ligan APDC. Sesuai dengan hukum Lambert Beer bahwa absorbansi berbanding lurus dengan konsentrasi. Variasi konsentrasi ligan ini didasarkan pada perbandingan konsentrasi ion logam Fe(III) dengan konsentrasi ligan APDC yaitu perbandingan dari 1 : 0,5 sampai dengan 1 : 5,5. Berdasarkan pada gambar 10 konsentrasi ligan APDC mencapai optimum pada konsentrasi 0,89 mM yaitu pada perbandingan konsentrasi logam Fe(III) dengan konsentrasi ligan APDC 1 : 5.

C. Optimasi Waktu Ekstraksi Senyawa Kompleks Fe-APDC

Tujuan dari langkah ini adalah menentukan lamanya waktu ekstraksi senyawa kompleks Fe-APDC. Waktu ekstraksi dihitung mulai dari penambahan

pelarut organik metil iso butil keton (MIBK) . Karena sejak penambahan pelarut organik maka fase organik akan mulai terbentuk sehingga diperoleh larutan senyawa kompleks berwarna kuning. Data pengamatan hasil penelitian tersaji dalam lampiran 4 dan kurva antara absorbansi terhadap waktu ekstraksi pembentukan senyawa kompleks Fe-APDC terlihat pada gambar 10.



Gambar 10. Kurva hubungan antara absorbansi senyawa kompleks Fe-APDC terhadap waktu ekstraksi

Dari gambar 10 terlihat bahwa waktu ekstraksi berpengaruh terhadap pembentukan senyawa kompleks Fe-APDC sehingga akan mempengaruhi harga absorbansi. Meningkatnya waktu ekstraksi dari 1 menit hingga 10 menit menunjukkan harga absorbansi yang semakin turun. Hal ini menunjukkan bahwa kestabilan senyawa kompleks Fe-APDC hanya terjadi dalam waktu yang relatif singkat. Dari penelitian ini diperoleh waktu ekstraksi optimum selama 1 menit.

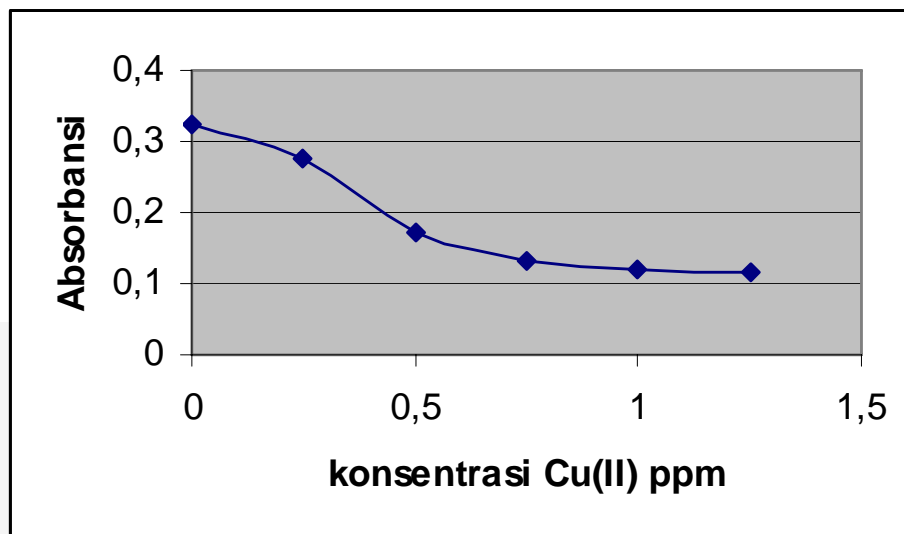
D. Kajian Interferensi

1. Interferensi Cu(II) terhadap Fe(III)

Tujuan uji interferensi tembaga terhadap penentuan besi adalah untuk mengetahui pengaruh adanya ion tembaga terhadap absorbansi besi. Dalam analisis unsur, keberadaan unsur-unsur lain bersama dengan analit di dalam sampel dapat menyebabkan interferensi. Interferensi dapat menyebabkan absorbansi dari analit yang ditentukan menjadi lebih besar atau lebih kecil daripada absorbansi yang seharusnya.

Dalam sistem periodik unsur tembaga dan besi terletak dalam satu periode, sehingga antara tembaga dan besi mempunyai sifat yang mirip antara lain: sifat logam tembaga dan besi keras memiliki titik leleh dan titik didih tinggi, tembaga dan besi membentuk senyawa kompleks yang berwarna apabila direaksikan dengan ligan APDC (Stary dan Irving : 1964) dan keduanya sama – sama mempunyai bilangan oksidasi lebih dari satu. Sehingga dengan adanya ion tembaga maka akan mengganggu absorbansi dari besi. Selain itu interferensi tembaga perlu dipelajari karena biasanya di dalam air juga sering terkandung tembaga, meskipun jumlahnya sedikit.

Variasi ion tembaga yang digunakan dalam uji interferensi ini adalah 0,25 – 1,25 ppm. Data pengamatan interferensi tembaga terhadap besi disajikan dalam lampiran 5, sedang kurva hubungan antara konsentrasi tembaga terhadap absorbansi terlihat pada gambar 11.



Gambar 11. Kurva hubungan antara absorbansi besi terhadap konsentrasi Cu(II)

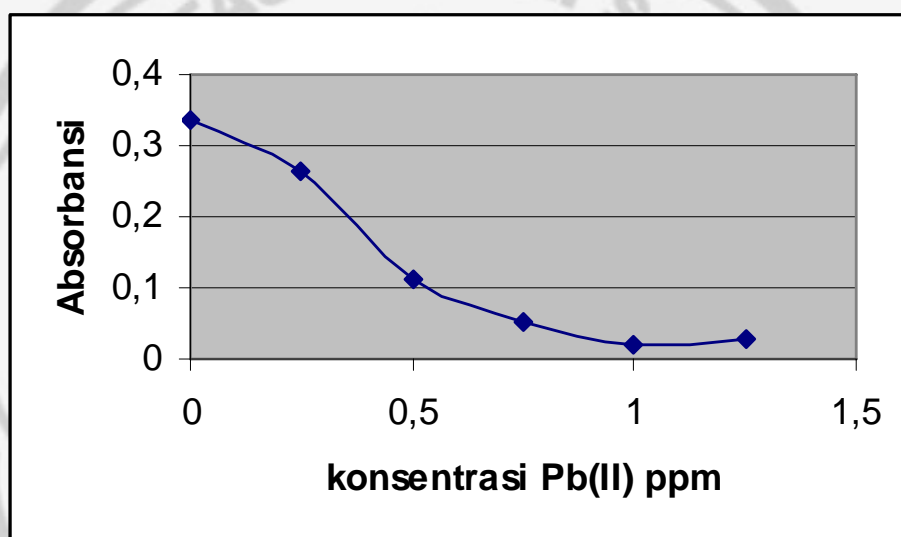
Berdasarkan gambar 11 terlihat bahwa konsentrasi Cu dari 0,25 sampai dengan 1,25 ppm menunjukkan grafik yang semakin menurun. Hal ini menunjukkan bahwa adanya ion logam tembaga dalam suatu analisis besi meski konsentrasi Cu yang sangat kecil akan mengganggu analisis besi.

2. Interferensi Pb(II) terhadap Fe(III)

Tujuan uji interferensi timbal terhadap penentuan besi adalah untuk mengetahui pengaruh adanya ion timbal terhadap absorbansi besi. Interferensi timbal terhadap analisis besi perlu dilakukan karena di dalam air selain mengandung besi juga dapat mengandung timbal. Timbal biasanya mencemari air melalui udara yang disebabkan oleh polusi Pb dari kendaraan bermotor dengan digunakannya bensin yang mengandung tetra ethyl lead (TEL) dan tetra methyl lead (TML) sebagai “anti knock”. Penambahan bahan bakar motor yang mengandung TEL akan melepaskan partikel ke udara. Senyawa Pb yang terdapat di udara masuk ke perairan

melalui pengkristalan Pb di udara dengan bantuan air hujan dan kemudian masuk ke dalam air sehingga air didekat sumber pencemar Pb dapat terakumulasi dengan logam Pb.

Variasi ion timbal yang digunakan dalam uji interferensi ini adalah 0,25 – 1,25 ppm. Data pengamatan interferensi tembaga terhadap besi disajikan dalam lampiran 5, sedang kurva hubungan antara konsentrasi timbal terhadap absorbansi terlihat pada gambar 12.



Gambar 12. Kurva hubungan antara absorbansi besi terhadap konsentrasi Pb(II)

Berdasarkan pada gambar 12 terlihat bahwa absorbansi besi menurun dengan adanya ion timbal. Dengan adanya ion timbal yang semakin besar mengakibatkan absorbansi besi yang semakin kecil. Hal ini menunjukkan meski penambahan ion timbal yang sangat kecil maka akan mengganggu analisis besi.

Menurut Sary dan Irving (1964) ligan ammonium pirolidin dithiokarbamat (APDC) dapat membentuk kompleks dengan beberapa

logam diantaranya besi, kobal, nikel, vanadium, tembaga, arsen, antimony, dan timbal. Berdasarkan hal inilah maka ligan APDC dapat membentuk kompleks dengan logam timbal. Sehingga dalam analisis besi, absorbansi dapat terganggu dengan adanya ion timbal meski konsentrasinya sangat kecil.

E. Uji Temu Balik Hasil Ekstraksi

Tujuan dari uji temu balik ini yaitu untuk mengetahui konsentrasi ion Fe(III) yang terekstrak (effisiensi ekstraksi) pada kondisi optimum yang telah diperoleh meliputi pH larutan, konsentrasi ligan APDC dan waktu ekstraksi.

Effisiensi ekstraksi (%E) dapat dirumuskan:

$$\%E = \frac{\text{Konsentrasi Fe}^{3+} \text{ terekstraksi}}{\text{Konsentrasi Fe}^{3+} \text{ mula - mula}} \times 100\% \quad (12)$$

Sebelum menentukan konsentrasi ion Fe (III) yang terekstrak terlebih dahulu disiapkan kalibrasi larutan standar dengan mengalurkan absorbansi sebagai ordinat (sumbu y) dan konsentrasi larutan standar sebagai absis (sumbu x). Larutan standar dibuat dengan memvariasi konsentrasi Fe(III) 50 ppm dengan volume 1, 2, 3, 4, 5, dan 0 mL (blanko). Pengukuran absorbansi larutan standar ditentukan dengan menggunakan alat spektrofotometer UV-Vis. Dari hasil pengukuran absorbansi kemudian dibuat kurva kalibrasi yang bertujuan untuk mengetahui apakah hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi larutan standar linier atau tidak.

Data hasil penelitian kalibrasi larutan standar Fe³⁺ disajikan pada lampiran 7. Dari data tersebut dapat dibuat kurva kalibrasi dengan persamaan regresi linier sebagai berikut:

$$y = 0,0254 x - 0,0046 \text{ dengan } R^2 = 0,9874 \quad (13)$$

Berdasarkan persamaan 13 maka selanjutnya dapat dihitung efisiensi ekstraksi. Dari perhitungan yang tersaji dalam lampiran 8 diperoleh efisiensi ekstraksi sebesar 89%.

Hal ini menunjukkan bahwa hasil yang diperoleh kembali relatif tinggi. Hal ini menunjukkan bahwa ion logam Fe(III) tidak semuanya terekstrak dalam fase organik, sebagian masih berada dalam fase air sehingga akan mengurangi harga absorbansi. Dengan demikian dapat dinyatakan bahwa hasil ekstraksi terjadi cukup efektif dan relatif tidak kehilangan analit selama analisis berlangsung.

F. Aplikasi Ekstraksi Ion Fe dalam Air Sumur

Setelah diperoleh kondisi optimum ekstraksi ion Fe yang meliputi pH larutan sebesar 2, konsentrasi ligan APDC dengan konsentrasi 0,89 mM dan waktu ekstraksi yang relatif singkat selama 1 menit, kemudian kondisi optimum tersebut diaplikasikan untuk ekstraksi ion besi dalam air sumur.

Ekstraksi terhadap sampel air sumur dilakukan dengan pengompleksan ligan KCNS 4×10^{-3} M 2 mL, ditambah 1 mL HNO₃ 1 M kemudian ditambah aquades hingga volume 10 mL. Larutan yang dihasilkan diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

Tabel 2. Data Absorbansi Sampel Air Sumur

Sampel air sumur	Absorbansi
A ₁	0,0112
A ₂	0,0109
A ₃	0,0107

Untuk menghitung kandungan besi dalam air sumur sebelumnya telah dibuat kalibrasi larutan standar ion logam Fe(III) seperti yang terlihat pada lampiran 7, dengan persamaan garis linier:

$$y = 0,0254 x - 0,0046 \text{ dengan } R^2 = 0,9874 \quad (14)$$

Dari persamaan ini dapat dihitung kandungan besi dalam air sumur. Dari lampiran 9 terlihat bahwa kandungan besi dalam air sumur sebesar 0,6870 ppm. Menurut Standard Nasional Indonesia (SNI) untuk syarat air minum kandungan besi hanya berkisar antara 0,3 – 1 ppm. Dengan demikian air sumur ini layak dikonsumsi karena kandungan besinya sebesar 0,6870 ppm.

Di dalam air sumur, kadar besi yang cukup tinggi dapat disebabkan oleh adanya besi yang terkandung di dalam tanah atau juga dapat diakibatkan adanya karat dari pompa air yang sering digunakan oleh sebagian masyarakat untuk memudahkan dalam mengambil air sumur. Kandungan besi dalam air sumur dapat dirasakan dengan baunya yang khas (sedikit amis), warna air menjadi agak kuning dan terkadang dapat menodai kain air atau perkakas rumah tangga, menimbulkan karat besi pada sisi pipa atau bak (Izmare, 1987).

BAB V

PENUTUP

A. Simpulan

Dari hasil penelitian dan pembahasan dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Kondisi optimum yang diperoleh dari ekstraksi ion Fe(III) dengan ekstrak APDC dalam pelarut MIBK meliputi pH larutan dicapai pada pH 2, konsentrasi ligan APDC 0,89 mM dan waktu ekstraksi selama 1 menit.
2. Keberadaan logam Cu(II) dan Pb(II) dalam sampel Fe(III) menyebabkan penurunan absorbansi meski konsentrasi Cu(II) dan Pb(II) sangat kecil yaitu antara 0,25 – 1,25 ppm.
3. Dari uji temu balik diperoleh konsentrasi Fe(III) yang terekstrak 4,45 ppm dengan efisiensi ekstraksi (%E) 89%.
4. Kandungan logam Fe (besi) dalam air sumur yang diekstraksi dengan ekstrak APDC dalam pelarut MIBK sebesar 0,6870 ppm sehingga air sumur ini layak untuk dikonsumsi.

B. Saran

1. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut dengan ekstrak APDC dalam pelarut MIBK dengan uji temu balik yang dipengaruhi oleh adanya ion logam lain seperti Cd^{2+} , Co^{2+} , Cr^{3+} , Cr^{6+} , Hg^{2+} , Ni^{2+} , Ti^{2+} , dan Zn^{2+} .
2. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut dengan menggunakan ligan APDC hanya pelarut MIBK diganti dengan pelarut organik lain misal kloroform.

DAFTAR PUSTAKA

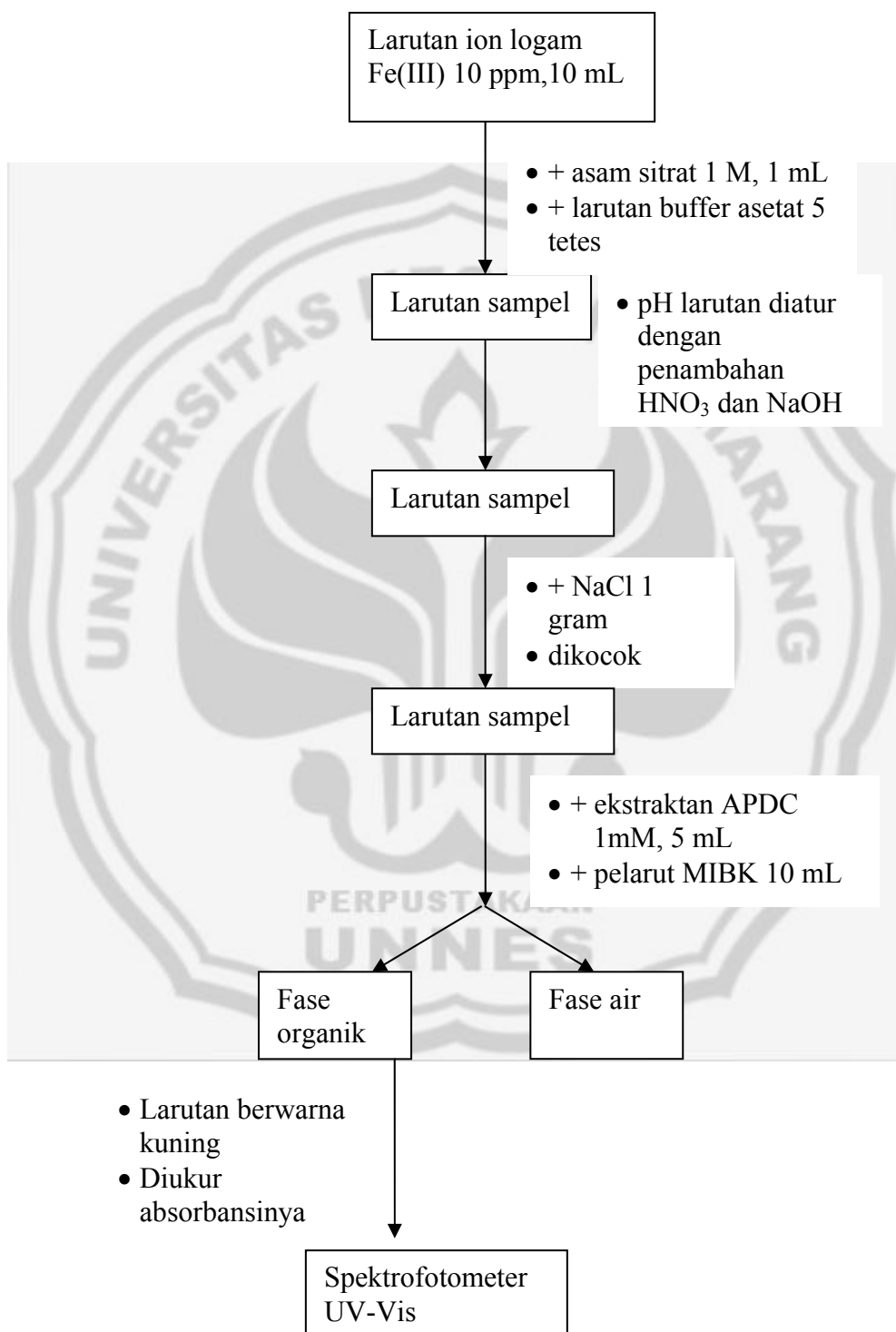
- Alearts dan Simestri. 1984. *Metode Penelitian Air*. Surabaya: Usaha Nasional
- Ariani, F. 2004. *Ekstraksi Nikel (II) dengan Ekstraktan Ammonium Pirolidin Dithiokarbamat (APDC) dan Aplikasinya pada Analisis Kandungan Ni dalam Air Sungai Kaligarang Semarang*. Semarang: UNNES
- Christian, G.D. 1986. *Analytical Chemistry*. New York: John Willey and Sons.
- Day, R.A dan Underwood, A.L. 1989. *Analisis Kimia Kuantitatif edisi kelima*. Jakarta: Erlangga.
- Hannakar, P dan Hughes, T.C. 1997. Multielement Trace Analysis of Geological Materials with Solvent Extraction and Flame AAS, *Analytical Chemistry Acta*. 49: 1485-1498
- Iswari, S.R. 1997. *Potensi Cemaran Pb sebagai Racun Syaraf perlu Diwaspadai (Media Pendidikan MIPA)*. Semarang: IKIP Semarang Press.
- Izmare. 1987. *Teknik Penyehatan Analisa Lab*. Cipta Science Series.
- Khopkar, S.M. 1984. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Bombay: Institut Teknologi India
- Moersid, Imam. 1989. *Kimia Anorganik Bagian Senyawa Koordinasi..* Semarang: IKIP Semarang Press
- Niemezyk, T.M 1986. Masking, Chelation, and Solvent Extraction for The Determination of Sub-Parts-per-Million Levels of Trace Elements in High Iron and Salt Matrices. *Analytical Chemistry*. New Mexico: University of New Mexico.
- Petrucci, R.H. 1989. *Kimia Dasar Alih Bahasa Suminar Achmadi*. Jakarta: Erlangga.
- Prasetya, A.T. 2001. *Kajian Interferensi Aluminium dan Silikon pada Penentuan Besi dalam Mineral Laterit Secara SSA, Tesis S2*. Yogyakarta: UGM
- Retnowati, P. 1999. *Seribu Pena Kimia*. Jakarta: Erlangga
- Sary, J & Irving, H. 1964. *The Solvent Extraction of Metal Chelates*. New York: Pergamon Press.
- Tahid. 2001. *Spektrofotometri UV-Vis dan Aplikasinya*. Bandung: Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia.

Vogel, A.I. 1990. *Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro, edisi kelima*. Penerjemah: Setiono dan Hadyana Pudjaatmaka, Jakarta: Kalman Media Pusaka.

Williams, M.C dan Cokal, E.J. 1986. Masking, Chelation, and Solvent Extractionfor The Determination of Sub-Parts-per-Million Levelsof Trace Elements in High Iron and Salt Matrices. *Analitycal Chemistry*. New Mexico: University of New Mexico.



Lampiran 1

Skema Cara Kerja Ekstraksi

Lampiran 2

**Data Optimasi Panjang Gelombang
terhadap pH Larutan**

λ (nm)	Absorbansi							
	pH 1	pH 1,5	pH 2	pH 3	pH 4	pH 4,5	pH 5	pH 6
385	0,0851	0,1377	0,2592	0,1920	0,1326	0,1093	0,0002	-0,0342
390	0,0795	0,147	0,2587	0,1931	0,1623	0,1282	0,0304	-0,0071
395	0,0801	0,1538	0,2506	0,2014	0,1857	0,1475	0,0280	-0,0078
400	0,0778	0,158	0,2675	0,2067	0,1925	0,1537	0,0234	-0,0005
410	0,0734	0,1118	0,1967	0,1437	0,1753	0,0808	0,0154	0,0227
420	0,0858	0,1161	0,2112	0,1074	0,1339	0,0519	0,0214	-0,0050
430	0,0918	0,1134	0,1714	0,0745	0,0984	0,0587	0,0154	-0,0043
435	0,0862	0,1073	0,1547	0,0580	0,0754	0,0452	0,0080	-0,0031
440	0,0824	0,1010	0,1353	0,0438	0,0638	0,0356	0,0018	-0,0045

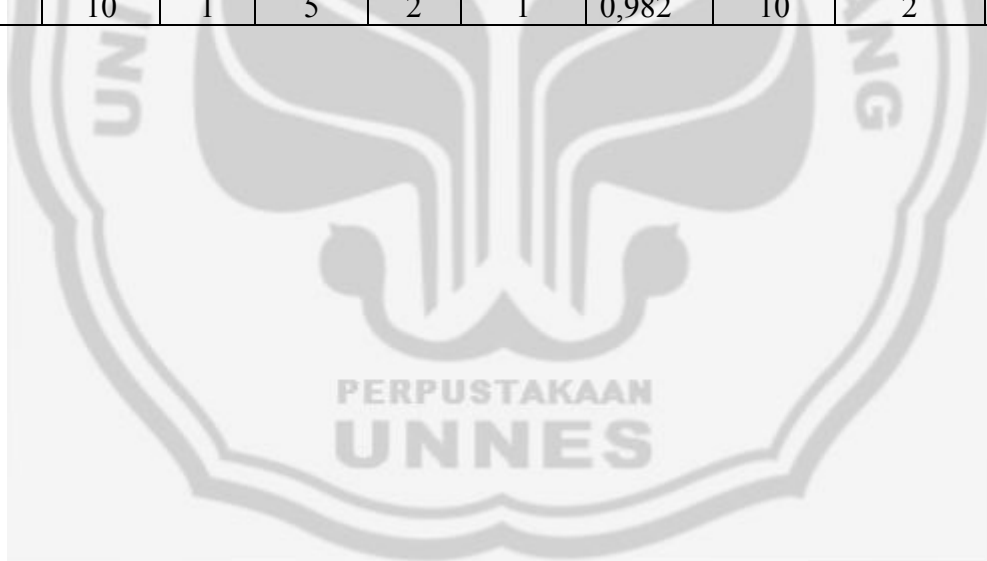
**Data Optimasi pH terhadap Absorbansi Kompleks Fe(APDC)₃
pada Panjang Gelombang Maksimum**

Nomor tabung	Fe(III) 10ppm (mL)	Asam sitrat 1 M (mL)	Buffer Asetat (tetes)	pH	NaCl (gram)	APDC 5 mL (mM)	MIBK (mL)	Waktu ekstraksi (menit)	Absorbansi
1	10	1	5	1	1	0,535	10	2	0,0778
2	10	1	5	1,5	1	0,535	10	2	0,1580
3	10	1	5	2	1	0,535	10	2	0,2675
4	10	1	5	3	1	0,535	10	2	0,2067
5	10	1	5	4	1	0,535	10	2	0,1925
6	10	1	5	4,5	1	0,535	10	2	0,1537
7	10	1	5	5	1	0,535	10	2	0,0234
8	10	1	5	6	1	0,535	10	2	-0,0005

Lampiran 3

**Data Optimasi Konsentrasi APDC terhadap Absorbansi
Kompleks Fe(APDC)₃ pada pH Optimum**

Nomor tabung	Fe(III) 10ppm (mL)	Asam sitrat 1 M (mL)	Buffer Asetat (tetes)	pH	NaCl (gram)	APDC 5 mL (mM)	MIBK (mL)	Waktu ekstraksi (menit)	Absorbansi
1	10	1	5	2	1	0,090	10	2	0,0283
2	10	1	5	2	1	0,170	10	2	0,0579
3	10	1	5	2	1	0,270	10	2	0,1182
4	10	1	5	2	1	0,350	10	2	0,1311
5	10	1	5	2	1	0,450	10	2	0,2386
6	10	1	5	2	1	0,535	10	2	0,2782
7	10	1	5	2	1	0,625	10	2	0,3843
8	10	1	5	2	1	0,714	10	2	0,4189
9	10	1	5	2	1	0,893	10	2	0,6831
10	10	1	5	2	1	0,982	10	2	0,5967



Lampiran 4

**Data Optimasi Waktu Ekstraksi Senyawa Kompleks
Fe(APDC)₃ pada pH dan Konsentrasi
APDC Optimum**

Nomor tabung	Fe(III) 10ppm (mL)	Asam sitrat 1 M (mL)	Buffer Asetat (tetes)	pH	NaCl (gram)	APDC 5 mL (mM)	MIBK (mL)	Waktu ekstraksi (menit)	Absorbansi
1	10	1	5	2	1	0,893	10	1	0,3380
2	10	1	5	2	1	0,893	10	2	0,2925
3	10	1	5	2	1	0,893	10	3	0,2047
4	10	1	5	2	1	0,893	10	5	0,1888
5	10	1	5	2	1	0,893	10	7,5	0,2084
6	10	1	5	2	1	0,893	10	10	0,1362



Lampiran 5

Data Uji Interferensi Cu(II) terhadap Fe(III)

Nomor tabung	Cu(II) 5ppm (mL)	Fe(III) 10ppm (mL)	Asam sitrat 1 M (mL)	Buffer Asetat (tetes)	NaCl (gram)	APDC (mL)	MIBK (mL)	Absorbansi
1	0	10	1	5	1	5	10	0,3258
2	0,5	10	1	5	1	5	10	0,2770
3	1	10	1	5	1	5	10	0,1171
4	1,5	10	1	5	1	5	10	0,1219
5	2	10	1	5	1	5	10	0,1703
6	2,5	10	1	5	1	5	10	0,1335

Data Uji Interferensi Pb(II) terhadap Fe(III)

Nomor tabung	Pb(II) 5ppm (mL)	Fe(III) 10ppm (mL)	Asam sitrat 1 M (mL)	Buffer Asetat (tetes)	NaCl (gram)	APDC (mL)	MIBK (mL)	Absorbansi
1	0	10	1	5	1	5	10	0,3356
2	0,5	10	1	5	1	5	10	0,2640
3	1	10	1	5	1	5	10	0,1128
4	1,5	10	1	5	1	5	10	0,0520
5	2	10	1	5	1	5	10	0,0188
6	2,5	10	1	5	1	5	10	0,0269

Lampiran 6

- Perhitungan konsentrasi Cu(II)

Diket: Konsentrasi Cu(II) 5 ppm

Volume 0,5; 1; 1,5; 2; dan 2,5 mL

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$5 \text{ ppm} \times 0,5 \text{ mL} = 10 \text{ mL} \times M_2$$

$$M_2 = \frac{2,5}{10} = 0,25 \text{ ppm}$$

Selanjutnya dengan cara yang sama diperoleh konsentrasi Cu(II) = 0,25; 0,5; 0,75; 1; dan 1,25 ppm.

- Perhitungan konsentrasi Pb(II)

Diket: Konsentrasi Pb(II) 5 ppm

Volume 0,5; 1; 1,5; 2; dan 2,5 mL

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$5 \text{ ppm} \times 0,5 \text{ mL} = 10 \text{ mL} \times M_2$$

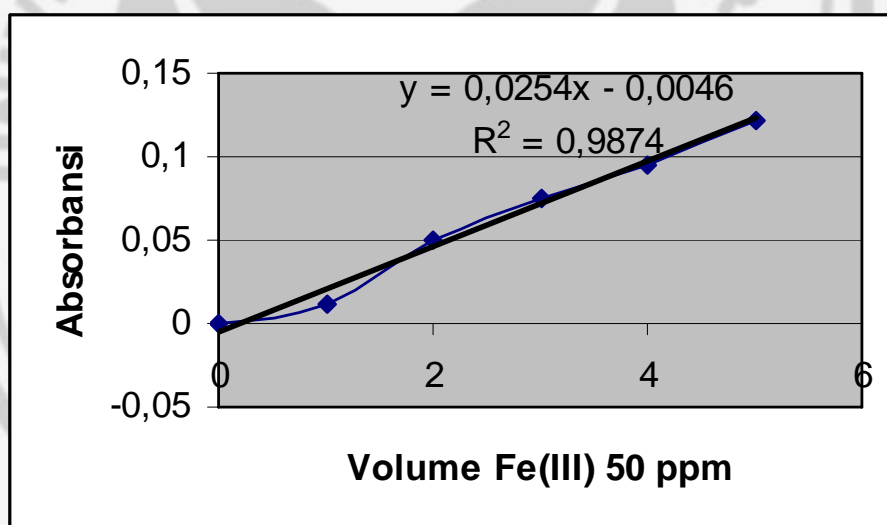
$$M_2 = \frac{2,5}{10} = 0,25 \text{ ppm}$$

Selanjutnya dengan cara yang sama diperoleh konsentrasi Pb(II) = 0,25; 0,5; 0,75; 1; dan 1,25 ppm.

Lampiran 7

Data Absorbansi Kalibrasi Standar Fe(III)

Fe(III) 50 ppm (mL)	HNO ₃ 1 M (mL)	Aquades (mL)	KCNS 4 x 10 ⁻³ M (mL)	Absorbansi
0	1	7	2	0,0000
1	1	6	2	0,0110
2	1	5	2	0,0498
3	1	4	2	0,0751
4	1	3	2	0,0957
5	1	2	2	0,1221

Kurva Kalibrasi Larutan Standar Fe(III) untuk Uji Temu Balik

Lampiran 8

- Perhitungan kandungan Fe(III) dalam sampel yang terekstrak:

Diket: Konsentrasi mula-mula Fe(III) 5 ppm

Absorbansi = 0,1084

Persamaan regresi dari kurva kalibrasi larutan standar Fe(III):

$$y = 0,0254 x - 0,0046 \text{ dengan } R^2 = 0,9874$$

slope

intersep

Kandungan Fe(III) yang terekstrak (ppm) dengan absorbansi

$y = 0,1084$ adalah:

$$0,1084 = 0,0254 x - 0,0046 \text{ sehingga diperoleh}$$

$$x = 4,45 \text{ ppm}$$

- Perhitungan efisiensi ekstraksi (%E):

Rumus:

$$\%E = \frac{\text{Konsentrasi Fe}^{3+} \text{ terekstraksi}}{\text{Konsentrasi Fe}^{3+} \text{ mula - mula}} \times 100\%$$

Dari perhitungan di atas diperoleh Fe(III) yang terekstrak = 4,35 ppm sehingga efisiensi ekstraksi:

$$\%E = \frac{4,45}{5} \times 100\%$$

$$\%E = 89\%$$

Jadi efisiensi ekstraksi (%E) dari ekstraksi Fe(III) dengan ion ligan CNS^- sebesar 89 %.

Lampiran 9

Data Absorbansi Kandungan Fe dalam Air Sumur

Sampel air sumur (mL)	HNO ₃ 1 M (mL)	Aquades (mL)	KCNS 4 x 10 ⁻³ M (mL)	Absorbansi
2	1	5	2	0,0112
2	1	5	2	0,0109
2	1	5	2	0,0107

Perhitungan kandungan Fe dalam air sumur:

Diket: Persamaan regresi dari kurva kalibrasi standar Fe(III) adalah

$$y = 0,0254 x - 0,0046 \text{ dengan } R^2 = 0,9874$$

slope

intersep

Untuk sampel A₁ dengan y = 0,0112 maka $0,0112 = 0,0254 x - 0,0046$

$x = 0,6220$ (kandungan Fe dalam 2 mL air sumur)

Dari perhitungan sebelumnya diketahui bahwa efisiensi ekstraksi 89%.

Hal ini menunjukkan bahwa ion logam Fe(III) dalam air sumur tidak semuanya terekstrak dalam fase organik, sebagian masih berada dalam fase air. Sehingga untuk menghitung kandungan Fe dalam air sumur maka harus dibagi 89% (efisiensi ekstraksi rata-rata)

$$x = \frac{0,6220}{89} \times 100\% \text{ maka } x = 0,6988 \text{ ppm}$$

Jadi kandungan Fe dalam sampel A₁ = 0,6988 ppm

Dengan cara yang sama diketahui:

Kandungan Fe dalam sampel A₂ = 0,6856 ppm

Kandungan Fe dalam sampel A₂ = 0,6768 ppm

Karena pengukuran sampel 3 kali maka:

$$\begin{aligned} \text{Kandungan Fe dalam air sumur} &= \frac{0,6988 + 0,6856 + 0,6768}{3} \\ &= 0,6870 \text{ ppm} \end{aligned}$$