

**OPTIMASI PENENTUAN Fe(II) dan Fe(III) SECARA SIMULTAN
DENGAN METODA *ADSORPTIVE STRIPPING VOLTAMMETRI*
(AdSV)**

Skripsi Sarjana Kimia

Oleh

NANDA RADE PUTRA

BP : 0910413116



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ANDALAS
PADANG
2013**

**OPTIMASI PENENTUAN Fe(II) dan Fe(III) SECARA SIMULTAN
DENGAN METODA *ADSORPTIVE STRIPPING VOLTAMMETRI*
(AdSV)**

Oleh

NANDA RADE PUTRA

BP : 0910413116



Skripsi diajukan untuk memperoleh gelar Sarjana Sains
pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Andalas

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ANDALAS
PADANG
2013**

HALAMAN PENGESAHAN

Optimasi penentuan Fe(II) dan Fe(III) secara simultan dengan metoda *Adsorptive Stripping Voltammetry (AdSV)*, skripsi oleh Nanda Rade Putra (0910413116) sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains (Strata 1) pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Andalas, dan telah diuji pada tanggal: 31 Oktober 2013.

Disetujui oleh:

Pembimbing I

Pembimbing II

Prof.Dr. Hamzar Suyani, Msc

NIP. 194910241976021001

Deswati, MS

NIP. 19601209198822002

Mengetahui:

Ketua Jurusan Kimia

Dr. Adlis Santoni

NIP. 196212031988111002

HALAMAN PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa Skripsi ini tidak terdapat karya yang pernah diajukan untuk memperoleh gelar kesarjanaan di suatu Perguruan Tinggi, dan sepanjang pengetahuan saya juga tidak terdapat karya atau pendapat yang pernah ditulis atau diterbitkan oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Padang, 15 Januari 2014

Nanda Rade Putra

Ketika satu pintu tertutup, maka pintu lainnya akan terbuka. Ketika menutup kehidupan di suatu tempat, tempat lain siap untuk kita sungsung. Dan inilah kehidupan ini.....

Menutup lembaran tahap kehidupan diiringi dengan bberbagai cara yang

Halaman moto dan persembahan (jika diperlukan)

Gunakanlah kaidah bahasa Indonesia yang baku dan sopan

Tulisan boleh bervariasi dan hanya 1 lembar

INTISARI

OPTIMASI PENENTUAN Fe(II) DAN Fe(III) SECARA SIMULTAN DENGAN *ADSORPTIVE STRIPPING VOLTMMETRY (AdSV)*

Oleh:

Nanda Rade Putra (BP : 0910413116)
Prof. Dr. Hamzar Suyani, MSc dan Deswati, MS

Penelitian mengenai optimasi penentuan Fe(II) dan Fe(III) secara serentak dengan voltametri stripping adsorptif (AdSV) telah dilakukan. Diteliti konsentrasi kalkon, pH, potensial akumulasi, dan waktu akumulasi optimum sebagai parameter yang dipakai dalam metoda ini. Dari hasil penelitian diperoleh kondisi optimum konsentrasi kalkon 0,6 mM, pH 7, potensial akumulasi -0,6 V dan waktu akumulasi 70 detik. Hasil penentuan standar deviasi relatif diperoleh pada pengukuran larutan standar Fe(II) 10 µg/L, dan Fe(III) 10 µg/L adalah 1,33% untuk Fe(II) dan 3,48 % untuk Fe(III). Hal ini menunjukkan bahwa tingkat ketelitian metoda sudah cukup baik dengan 10 kali pengulangan. Metoda ini diaplikasikan pada 3 sampel Dengan nilai perolehan kembali 98,6% untuk logam Fe(III), dan 0% untuk logam Fe(II).

Kata kunci: Besi ,Kalkon, Voltametri Stripping Adsorptif

ABSTRACT

OPTIMIZATION OF Fe(II) AND Fe(III) DETERMINATION SIMULTANEOUSLY BY ADSORPTIVE VOLTAMETRY STRIPPING (AdSV)

by:

Nanda Rade Putra (BP : 0910413116)
Prof. Dr. Hamzar Suyani, MSc dan Deswati, MS

Research about optimization of Fe(II) and Fe(III) determination simultaneously by adsorptive voltammetry stripping (AdSV) has been done. Researched concentration of calcon, pH, potential of accumulation, and optimum time of accumulation as standard used in this method. From the result, optimum condition of kalkon concentration was 0,6 mM, pH 7, potential of accumulation - 0,6 V and time of accumulation was 70 second. The result of relative deviation standard in standard solution of 10 µg/L Fe(II), and 10 µg/L Fe(III) was 1,33% for Fe(II) and 3,48 % for Fe(III). It showed that accuracy level of method was good enough with 10 accuracy. The method was applied in 3 samples with recovery level 98,6% for Fe(III), and 0% for Fe(II).

Keywords: Iron, Calcon, Adsorptive Voltammetry Stripping

UCAPAN TERIMA KASIH

Syukur Alhamdulillah penulis panjatkan ke hadirat Allah SWT atas segala karunia dan rahmat-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi dengan judul “Optimasi Penentuan Fe(II) dan Fe(III) secara simultan dengan *Adsorptive Stripping Voltammetry (AdSV)*”. Dalam penyusunan skripsi ini penulis banyak mendapat bimbingan, arahan, nasihat, bantuan serta dorongan dari berbagai pihak. Pada kesempatan ini penulis ingin menyampaikan ucapan terima kasih dan penghargaan yang sebesar-besarnya kepada:

1. Bapak Prof. Dr. Hamzar Suyani, MSc sebagai pembimbing I dan Ibu Dra. Deswati, MS sebagai pembimbing II atas bimbingannya selama penulis melakukan penelitian sehingga penulis mampu menyelesaikan skripsi ini
2. Bapak Prof. Admin Alif, MS selaku penasehat akademik yang telah memberi bimbingan selama penulis menimba ilmu di Jurusan Kimia Universitas Andalas.
3. Bapak Dr. Adlis Santoni, MS selaku ketua Jurusan Kimia dan Bapak Dr. Mai Efdi, Msi selaku Koordinator Pendidikan Jurusan Kimia FMIPA Universitas Andalas.
4. Seluruh staf pengajar Jurusan Kimia dan jajaran pegawai di Jurusan Kimia FMIPA Unand.
5. Ibu Nofrida, S.Sos dan analis lain Nte Ernita S.H, Nte Fitriyanti, Amd. serta atas semua dukungan atas peminjaman alat beserta bahan.
6. Ayahanda Rastin yang selama ini tetap dan akan tetap menjadi panutan diiringi nasehat-nasehat yang melekat dan menjadi pedoman langkah hidup selama ini. Dan Ibunda Desrifayetri, S.Pd yang tak henti-hentinya memberikan dukungan moril maupun materil beserta doa kepada penulis. Terima Kasih atas kelimpahan kasih sayangnya.
7. Adinda Nindia Resvikasari dan Nolan Oktrianda yang memberikan penulis warna kehidupan. Jangan lupakan cita-cita orang tua.

8. Keluarga besar Hj. Nurhayati, Bunda, Ayah, Cik Elok, Om Wen, Uniang, Om Eri, Ante, Om Esi, Incim, Om On, Akak, Om Ipin, Cik ani, Cicik, Ririn, Iki, Ino, Reva, Dana yang tak henti-hentinya memberikan doa dan nasehat kepada penulis untuk menyelesaikan skripsi ini dan menamatkan studi. Terima Kasih Nte, Om, dan sepupu lain.
9. Teman-teman seperjuangan, setanah air "Ato"Marco, Ayat"Parlin", "Om"Aldho (pakai H), Dede "O_DeSun", Rian"Eksis", "Uncu"Adrian, Willsant"Kuruiah", Fakhri"Roko", Ilham"Batoll", Fadli"Bopaik", Ichsan"Malih", Nasrul"Pucuak", Adrial"Konoik", Putra"Si On", Nugraha"AghaNe", Dedy"Pakod", Hinur"Awa", "Atri"Reza, Alfi"Tanso", Deo"Sob", "Mas" Don, "Adih"Hollowen, yang telah memberikan warna lain dalam kehidupan penulis dan rela menjadi "keponakan" penulis.
10. Dian, Cimud, Iwid, Kangen, Eka, Amak, Pipin, Raesa, Chambuang, Ibel, Pita, Rika, Ibam, Inta, Kudil, Ilam, , Febri, Velly, Deliza, Yola, Mumut, Veby, Tiva, Ojik, Anes, Intun, Cya, Lia, Norra, Opung, Ajeng, Siti, Anti, Diah, Ayu PD, Cipy, Fanny, Deby, Putri, Lubis, Uza, Qoqom, Bonette, Ima, Uchi, Dila, Imik, Erni, Hermis, Nur, Tince, Widi, Memei, Sewi, Erma, Sarah, Diana, Fifi, Ema, Ais, Ari, Fera, Fani, Sherli, Yanti, Ani, Yossi, Leni, Tika, Cicy, Unzila, Rikha, Intan, Nina, Ai, Mega G, Ayu R, Puji, Mega U, Medy, Aulia, Ledy, Ana, Uun, Lena, Suci, Gita, Citra, Adek, Zaza, Uci Elem, Kiki, Fonny, Tania, Ilel, Nova, Ci Ar, Dewi, Radila yang menjadi pelengkap dalam kehidupan. Semoga kekompakan yang terjalin selama ini kekal adanya. We Are Family more than a community. Salam Persatuan!!!! AYE!!!!
11. Keluarga "40" Da Rio, Kak Mora, Kak Ami, Kak Dini, Kak Put, Da Aldi, Sobeb Yana, Riski, Eci, Indah, Sherli, Eje, Raven, Ami, Allen yang membuat penulis bangga punya saudara di luar rumah.
12. Mahasiswa kimia Hendra, Da "Kiki", Arif"Genji", Chece, Filda, Fani, Uli, Jeje, Bayan, Aini, Ayes, Ica, Dau, Tia, Dila, Ning, Zati, Winda, Vivi, Ami"Ncong", Aji, Wiza, Riri, Mia, Reza, Ami, Ai, Rini, Nisa, Rie, Yezi, Yoni, Lutfi, Orik, Irvan, Anas, Chelsin, Amel, Tania, Ica ILK, Jami, dan yang tak muat disebutkan satu-satu namun melekat di hati penulis.

13. Anggota APK Heru, Bg Jaren, Bg Il, Mamak, Bg Ari, Uda, Bg Oncom, Panca, Bobby, Aldian, Nico, Bg Aprik, Bg Arbi, Bg Angga, Hatta, Ipan, Wendy, Jony, Andi, Iqbal, Arfi, Iwan, Arif, Herli, Bacan, Riski, Ari, Faber, Pebri, Pulung dan Keluarga Ante As yang membuat penulis tak canggung tinggal di rantau orang.

Penulis menyadari bahwa kesempurnaan sepenuhnya hanyalah milik-Nya. Oleh karena itu kritik dan saran yang bersifat membangun sangat diperlukan. Semoga skripsi ini dapat memberikan manfaat bagi semua pihak.

Padang, 15 Januari 2014

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN PENGESAHAN.....	Iii	
HALAMAN PERNYATAAN.....	Iv	
INTISARI	Vi	
ABSTRACT	Vii	
UCAPAN TERIMA KASIH	Viii	
DAFTAR ISI	Ix	
DAFTAR GAMBAR... ..	X	
DAFTAR TABEL	Xi	
DAFTAR LAMPIRAN.....	Xii	
DAFTAR SINGKATAN DAN LAMBANG	Xiii	
BAB I PENDAHULUAN	1	
1.1 Latar Belakang Penelitian	1	
1.2 Rumusan Masalah	2	
1.3 Tujuan Penelitian	2	
1.4 Manfaat Penelitian	3	
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	4	
2.1 Besi	4	
2.2 Voltametri	5	
2.3 Voltametri Stripping	6	6
2.4 Elektroda Merkuri	9	9
2.5 Kalkon	10	10
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	11	
3.1 Tempat Penelitian	11	
3.2 Bahan kimia, peralatan, dan instrumentasi.....	11	
3.3 Prosedur Kerja	11	
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	17	
4.1 Kondisi Optimum	17	
4.2 Standar Deviasi Relatif	22	22
4.3 Aplikasi pada Sampel	22	22
4.4 Nilai Perolehan Kembali	26	26
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	28	
5.1 Kesimpulan.....	28	
5.2 Saran.....	28	
DAFTAR PUSTAKA.....	29	
LAMPIRAN.....	31	
Biodata Penulis.....	34	

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1	Gambar Kalkon	10
Gambar 2	Kurva Konsentrasi Kalkon Vs. Arus puncak	18
Gambar 3	Kurva pH Vs. arus puncak	19
Gambar 4	Kurva Waktu Akumulasi Vs. arus puncak	20
Gambar 5	Kurva Potensial Akumulasi Vs. arus puncak	21
Gambar 6	Voltammogram sampel air kran Laboratorium	23
Gambar 7	Voltammogram sampel air Laut Muaro Padang	24
Gambar 8	Voltammogram sampel air Sungai Batu Busuak	25

DAFTAR TABEL

Tabel 1	Sifat-sifat besi	5
Tabel 2	Perbandingan volume asam asetat dan amonium asetat.....	12
Tabel 3	Perbandingan volume amoniak dan amonium asetat	13
Tabel 4	Set alat penentuan Fe(II) - Fe(III) simultan dengan secara AdSV.....	15
Tabel 5	Hasil Pengukuran Larutan Standar Fe(II) 10 µg /L - Fe(III) 10 µg/L	22
Tabel 6	Hasil Pengukuran 3 Sampel dengan keadaan optimal	26
Tabel 7	Data perolehan kembali Fe (II) dan Fe(III) dengan AdSV	26
Tabel 8	Kondisi Optimum Variasi pH	31
Tabel 9	Kondisi Optimum Variasi konsentrasi kalkon	31
Tabel 10	Kondisi Optimum Variasi Potensial Akumulasi	32
Tabel 11	Kondisi Optimum Variasi Waktu Akumulasi	32

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Penentuan Kondisi Optimum Fe(II) dan Fe(III).....	31
Lampiran 2	Hasil Pengukuran Larutan Standar Fe(II) - Fe(III) 10 µg/L	33

DAFTAR SINGKATAN DAN LAMBANG

Singkatan	Nama	Pemakaian pertama kali pada halaman
AdSV	<i>Adsorptive Stripping Voltammetry</i>	1
DP	<i>Differential Pulse</i>	15
LAMBANG		
Ω	Ohm	5

BAB I. PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang Penelitian

Di muka bumi ini sedikitnya terdapat 80 jenis dari 109 unsur kimia yang telah teridentifikasi sebagai jenis logam berat. Berdasarkan sudut pandang toksikologi, logam berat ini dapat dibagi dalam dua jenis. Jenis pertama adalah logam berat esensial, di mana keberadaannya dalam jumlah tertentu sangat dibutuhkan oleh organisme hidup, namun dalam jumlah yang berlebihan dapat menimbulkan efek racun. Contoh logam berat ini adalah Zn, Cu, Fe, Co, Mn dan lain sebagainya. Sedangkan jenis kedua adalah logam berat tidak esensial atau beracun, di mana keberadaannya dalam tubuh masih belum diketahui manfaatnya atau bahkan dapat bersifat racun, seperti Hg, Cd, Pb, Cr dan lain-lain [1].

Dalam keadaan normal, Besi sangat mudah tertarik dengan oksigen. Akan berkarat disaat udara basah, dan permukaannya berangsur berubah menjadi besi oksigen hidrat. Dengan demikian, diperlukan teknik dan peralatan yang baik untuk dapat menentukan kadar logam berat yang berada di perairan [2,3].

Voltametri Stripping Adsorptif dapat digunakan untuk analisa molekul organik seperti dopamin, dibuton, dan untuk kompleks-kompleks logam yang sulit dianalisa dengan Voltametri Stripping Anodik, seperti: Kobal, Nikel maupun Besi. Pada AdSV, ion logam direaksikan terlebih dahulu dengan ligan tertentu, sehingga membentuk senyawa kompleks dan kemudian baru mengalami deposisi (prekonsentrasi pada permukaan elektroda) [4,5].

Metoda yang ada untuk analisis logam-logam diantaranya, seperti *flame atomic absorption spectrometry* (FAAS), *electrothermal atomic absorption spectrometry* (ETAAS), *voltametri stripping adsorptif* (AdSV), *inductively coupled plasma–optical emission spectrometry* (ICP-OES), dan *inductively coupled plasma–mass spectrometry* (ICP-MS) [2]. Namun metoda tersebut tidak dapat menentukan spesies ion logam dan tidak dapat menentukan kadar ion-ion

logam yang sangat kecil pada air laut yang berkisar 10^{-5} - 10^{-2} mg/L, sementara matrik sampel cukup tinggi. Voltametri stripping adsorptif (AdSV) terbukti menjadi salah satu teknik elektroanalisa yang sensitif, dapat menentukan spesies ion logam dengan batas deteksi ion logam 10^{-6} M sampai 10^{-12} M [5].

Voltametri dipilih sebagai alternatif metoda analisis logam karena memiliki banyak kelebihan antara lain: kadar garam yang tinggi dalam air laut tidak mengganggu dalam analisis, memiliki sensitivitas yang tinggi, limit deteksi rendah, selektif, preparasi sampel yang mudah, analisis cepat dan tepat dibanding teknik instrument lainnya [4]. Selain itu, tahap prekonsentrasi dari metoda AdSV lebih singkat dibanding metoda lain yang umumnya kurang dari satu menit [5]. Voltametri stripping merupakan metoda yang sangat sensitif dan dapat digunakan untuk menganalisis spesies dalam larutan dalam konsentrasi yang sangat kecil sehingga mencapai konsentrasi sub- $\mu\text{g/L}$. Selain itu menggunakan teknik voltametri dapat menganalisa sampel sampai konsentrasi $\mu\text{g/L}$ atau ng/L [6].

1.2. Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, maka dapat dirumuskan bahwa besi merupakan logam yang bersifat toksik dalam keadaan maksimal. Karena keberadaannya di alam dalam jumlah runtu, maka diperlukan suatu metoda yang mempunyai selektifitas dan sensitifitas yang tinggi untuk mengidentifikasi logam tersebut. Oleh karena itu dipelajari metoda voltametri stripping adsorptif dengan menggunakan parameter pH, konsentrasi pengompleks, potensial akumulasi dan waktu akumulasi.

1.3. Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk memperoleh kondisi optimum dalam penentuan Fe(II) dan Fe(III) secara simultan dengan metoda voltametri stripping adsorptif. Dalam penelitian ini digunakan beberapa parameter dalam penentuan kondisi optimumnya, yaitu:

1. Pengaruh pH terhadap kondisi optimum pengukuran
2. Pengaruh potensial akumulasi terhadap kondisi optimum pengukuran
3. Pengaruh konsentrasi ligan terhadap kondisi optimum pengukuran
4. Pengaruh waktu akumulasi terhadap kondisi optimum pengukuran

1.4. Manfaat Penelitian

Dari hasil penelitian ini diharapkan dapat melengkapi informasi dasar dalam penentuan Fe(II) dan Fe(III) secara simultan dengan metoda voltammetri stripping adsorptif, sehingga dapat bermanfaat bagi masyarakat, pemerintah dan berbagai industri yang menggunakan metoda voltammetri stripping adsorptif.