

**STUDI ANALISIS ION LOGAM Cu(II) DENGAN ASAM TANAT  
MENGUNAKAN SPEKTROFOTOMETER  
ULTRAUNGU-TAMPAK**

**(Skripsi)**

**Oleh**

**RIZKA ARI WANDARI**



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS LAMPUNG  
BANDAR LAMPUNG  
2018**

## **ABSTRACT**

### **ANALYSIS STUDY OF Cu(II) ION WITH TANNIC ACID USING ULTRAVIOLET-VISIBLE SPECTROPHOTOMETER**

By

**RIZKA ARI WANDARI**

A study of ionic analysis of Cu (II) ion with tannic acid has been performed. This study aims to determine the maximum wavelength between Cu (II) ions with tannic acid and to obtain optimum conditions for pH, concentration, volume, and stability time for complex compound Cu (II) ion – tannic acid. Analysis of Cu (II) ions with tannic acid was performed using an ultraviolet-visible spectrophotometer. The results of this study obtained the maximum wavelength of a complex compound Cu (II) ion - tannic acid was 473.5 nm with optimum conditions at pH 11, stoichiometric ratio of variation in the concentration of Cu (II) ion – tannic acid was 1: 4, stoichiometric variation volume of Cu (II) ions – tannic acid was 1: 1, and stability time at 30<sup>th</sup> minute. After the optimum variation was obtained then the method validation on Cu (II) ion obtained r-value of 0.9997, in the precision test obtained value SD was 0.0124 and % RSD was 1.4277. the value of LoD and LoQ were 0.2953 and 0.9844, and the value of recovery (% recovery) was 94.54%.

Keywords: Tannic Acid, Cu(II) ion, Complex compound Cu(II) Ion- Tannic Acid,  
ultraviolet-visible spectrophotometer.

## **ABSTRAK**

### **STUDI ANALISIS ION LOGAM Cu(II) DENGAN ASAM TANAT MENGUNAKAN SPEKTROFOTOMETER ULTRAUNGU-TAMPAK**

Oleh

**RIZKA ARI WANDARI**

Studi analisis ion logam Cu(II) dengan asam tanat telah dilakukan. Studi ini bertujuan untuk mengetahui panjang gelombang maksimum antara ion logam Cu(II) dengan asam tanat serta mendapatkan kondisi optimumnya terhadap pH, konsentrasi, volume, dan waktu kestabilan untuk senyawa ion logam Cu(II)-asam tanat. Analisis ion logam Cu(II) dengan asam tanat dilakukan menggunakan spektrofotometer ultraungu-tampak. Hasil penelitian ini diperoleh panjang gelombang maksimum senyawa kompleks ion logam Cu(II)-asam tanat sebesar 473,5 nm dengan kondisi optimum pada pH 11, perbandingan stoikiometri variasi konsentrasi ion logam Cu(II)-asam tanat 1:4, perbandingan stoikiometri variasi volume ion logam Cu(II)-asam tanat 1:1, serta waktu kestabilan pada menit ke 30. Setelah didapatkan variasi optimum lalu dilakukan validasi metode pada ion logam Cu(II) diperoleh nilai  $r$  sebesar 0.9997, pada uji presisi diperoleh nilai SD sebesar 0.0124 dan %RSD sebesar 1.4277. Nilai LoD dan LoQ sebesar 0.2953 dan 0.9845, serta nilai perolehan kembali (%*recovery*) sebesar 94,54%.

Keywords: Tannic Acid, Cu(II) ion, Complex compound Cu(II) Ion- Tannic Acid, ultraviolet-visible spectrophotometer.

**STUDI ANALISIS ION LOGAM Cu(II) DENGAN ASAM TANAT  
MENGUNAKAN SPEKTROFOTOMETER  
ULTRAUNGU-TAMPAK**

Oleh  
**RIZKA ARI WANDARI**

**Skripsi**  
Sebagai salah satu syarat untuk mencapai gelar  
**SARJANA SAINS**

Pada  
Jurusan Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS LAMPUNG  
BANDAR LAMPUNG  
2018**

Judul Skripsi : **STUDI ANALISIS ION LOGAM Cu(II)  
DENGAN ASAM TANAT MENGGUNAKAN  
SPEKTROFOTOMETER ULTRAUNGU-  
TAMPAK**


Nama Mahasiswa : **Rizka Ari Wandari**

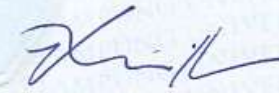
No. Pokok Mahasiswa : 1417011096

Jurusan : Kimia


Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



  
**Drs. R. Supriyanto, M.S.**  
NIP 19581111 199003 1 001

  
**Dr. Rinawati, M.Si.**  
NIP 19710414 200003 2 001

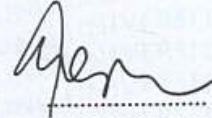
2. Ketua Jurusan Kimia FMIPA

  
**Dr. Eng. Supto Dwi Yuwono, M.T.**  
NIP 19740705 200003 1 001

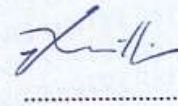
**MENGESAHKAN**

1. Tim Penguji

Ketua : **Drs. R. Supriyanto, M.S.**



Sekretaris : **Dr. Rinawati, M.Si.**



Penguji  
Bukan Pembimbing : **Dr. Yuli Ambarwati, M.Si.**



2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



**Prof. Warsito, S.Si., D.E.A., Ph.D.**

NIP. 19710212 199512 1 001

Tanggal Lulus Ujian Skripsi : **08 Agustus 2018**

## RIWAYAT HIDUP



Penulis dilahirkan di Kota Bandar Lampung, Provinsi Lampung pada tanggal 07 Juli 1996 sebagai anak tunggal dari pasangan Bapak Iwan dan Ibu Marlinda. Penulis mengawali pendidikan di SDN 1 Pesawahan Teluk Betung Selatan Bandar Lampung pada tahun 2003. Tahun 2008 penulis melanjutkan pendidikannya pada jenjang Sekolah Menengah Pertama di SMPN 3

Bandar Lampung. Tahun 2011 penulis melanjutkan pendidikan pada jenjang Sekolah Menengah Atas di MAN 2 Bandar Lampung. Tahun 2014 penulis diterima sebagai mahasiswa Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung melalui jalur Seleksi Bersama Masuk Perguruan Tinggi Negeri (SBMPTN).

Selama menjadi mahasiswa, penulis pernah menjadi asisten praktikum kimia analitik II pada tahun 2018 dan asisten praktikum cara-cara pemisahan pada tahun 2018. Selain itu, penulis juga pernah tergabung dalam beberapa organisasi kemahasiswaan yakni sebagai anggota english society (ESO) Universitas Lampung tahun 2014/2015, sebagai anggota klub bulu tangkis di Universitas Lampung tahun 2014/2015, dan penulis juga aktif sebagai anggota bidang usaha mandiri (BUM) di Organisasi Himpunan Mahasiswa Kimia (HIMAKI) Fakultas

Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung periode 2015/2016 dan 2017.

Pada bulan Juni 2017 Penulis menyelesaikan Praktik Kerja Lapangan di Balai Besar Pengawasan Obat dan Makanan (BBPOM) Bandar Lampung yang diberi judul **Penetapan Kadar Tablet Alopurinol Secara KCKT**. Pada tahun yang sama penulis melaksanakan Kuliah Kerja Nyata (KKN) pada tanggal 24 Juli – 31 Agustus 2017 di Desa Totoharjo, Kecamatan Bakauheni, Kabupaten Lampung Selatan.



## MOTTO

Sesungguhnya bersama kesulitan pasti ada kemudahan (Qs. Al-Insyirah 5&6)

Kesempatan bukanlah hal yang kebetulan. Kau harus menciptakannya (Chris Grosser)

Learn from yesterday, live for today, hope for tomorrow. The important thing is not to stop questioning (Albert Einstein)

Bermimpilah seakan kau akan hidup selamanya. Hiduplah seakan kau akan mati hari ini (James Dean)

# PERSEMBAHAN

*Bismillahirrohmanirrohim*

Alhamdulillah Puji Syukur Atas Kehadirat Allah SWT

*Lantunan Al-fatihah beriring Shalawat dalam silahku merintih,  
menadahkan doa dalam syukur yang tiada terkira,  
Terima Kasihku untukmu*

*Kupersembahkan sebuah karya kecil ini untuk Ayahanda dan Ibundaku  
tercinta, yang tiada pernah hentinya selama ini memberiku semangat, doa,  
dorongan, nasehat dan kasih sayang serta pengorbanan yang tak  
tergantikan hingga aku selalu kuat menjalani setiap rintangan yang ada  
didepanku.*

*Teruntuk bapak dan ibu dosen yang selama ini telah memberikan banyak  
ilmu, bimbingan dan pelajaran kepada saya.*

*Kepada sahabat-sahabatku yang telah memberikan dukungan, bantuan  
dan nasehat, serta saling menguatkan satu sama lain.*

*Serta  
Almamater yang tercinta*

## SANWACANA

Puji syukur kehadirat Allah SWT atas segala limpahan nikmat dan karunia-Nya yang tiada henti sehingga penulis mampu menyelesaikan skripsi ini yang diberi judul Studi Analisis Ion Logam Cu(II) dengan Asam Tanat Menggunakan Spektrofotometer Ultraungu-Tampak.

Dalam penulisan skripsi ini penulis menyadari masih banyak kekurangannya sehingga penulis mengharapkan adanya kritik dan saran. Selain itu, penulis berharap agar skripsi ini dapat bermanfaat bagi pembacanya. Selama menyelesaikan skripsi ini penulis banyak mendapat bantuan serta dukungan dari banyak pihak. pada kesempatan ini penulis ingin mengucapkan terima kasih kepada :

1. Kedua orang tuaku tercinta Bapak Iwan dan Ibu Marlinda yang selama ini tak henti-hentinya memberikan do'a dan dukungan kepadaku, yang selalu menyayangi, menasihati dan menyemangati sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan lancar.
2. Bapak Drs. R. Supriyanto, M., selaku pembimbing I yang selalu memberikan bimbingan, nasihat, bantuan, semangat dan saran kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.

3. Ibu Rinawati, Ph.D., selaku pembimbing II dan pembimbing akademik yang telah memberikan masukan serta motivasi selama menjadi mahasiswi FMIPA Kimia dan bimbingan dalam menyelesaikan skripsi ini.
4. Ibu Dr. Yuli Ambarwati, M.Si., selaku pembahas yang telah memberikan kritik dan saran serta bimbingan dan pengetahuan sehingga penulis mampu menyelesaikan skripsi ini.
5. Bapak Prof. Warsito, S.Si., D.E.A., Ph.D., selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA), Universitas Lampung.
6. Bapak Dr. Eng. Suropto Dwi Yuwono, M. T, selaku ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA), Universitas Lampung.
7. Mba Indah Novalia, S.Si dan Mas Fakhruddin, S. T., yang telah banyak membantu dalam menyediakan alat serta bahan untuk penelitian penulis.
8. Seluruh dosen, laboran, staff dan karyawan FMIPA Universitas Lampung atas seluruh bantuannya selama ini.
9. Asisten terbaik sepanjang abad, sepupu sekaligus sahabat terbaik Komala Dewi yang telah mewarnai hari-hariku setiap harinya, memberikan dukungan, semangat, saran, doa dan bantuan selama ini.
10. Sepupu-sepupuku yang tercinta Ajeng Ari Wirandani, Tri Ayu Wandira, Ressay Dasmawati, Vivi Vidari, M. Khoiril Ikhsani, Resa Nurasih serta seluruh keluarga besarku yang tidak bisa kusebutkan satu persatu atas do'a dan dukungannya terhadap penulis.

11. Semok squad yang ku sayangi Ni Putu Rahma Agustina dan Windi Antika yang telah mengisi hari-hariku selama menjadi mahasiswi Kimia sebagai sahabat-sahabat terbaikku, yang selalu saling menguatkan satu sama lain.
12. Cantik-cantik manja yang kusayang yang sampai sekarang tidak jelas nama grupnya, Audina Uci Pertiwi, Ayisa Ramadona, Dellania Frida Yulita, Elisabeth Yulinda Ari Puspita, Erika Liandini, Kartika Dewi Rachmawati, Riza Mufarida Akhsin yang telah mengisi hari-hariku selama menjadi mahasiswi Kimia sebagai sahabat-sahabat terbaikku, yang selalu memberikan keceriaan.
13. Besok S.Si yang alhamdulillah sekarang S.Si, Riri Auliya dan Tika Dwi Febriyanti para cewek emosian, tetapi hatinya selembut sutra, penuh dengan drama telenovela, sahabat-sahabat terbaikku yang tersayang.
14. Coach dan sahabat terbaikku Widia Sari yang telah memberikan dukungan, ilmu, serta nasehat terbaik
15. Kontrakan syar'i Hidayatul Mufidah, Khumil Ajmila, Liana Hariyanti, Nur Laelatul K, Riza Mufarida Akhsin, Rizky Fijaryani, Siti Fatimah yang telah memberikan keceriaan, dukungan, dan semangat.
16. Penari-Penariku Agnesa Anugrah dan Ismini Hidayati yang telah mengisi kegutanku, melatih kekakuanku dengan sabar.
17. Admin Lambe Turah Devi Tri Lestari, Dimas Aji Sukma, Daniel Saut Rolando Hutagalung, Kadek Chresna yang telah memberikan kenangan 40 hari yang berharga.

18. Sahabatku tersayang sejak SMA hingga sekarang, Lia Lupita, Khusnul Khotimah, Dinda Maulia Agustin yang telah mewarnai putih abu-abu ku dengan penuh keceriaan dan kebahagiaan.
19. Gambir Squad Dinda Mezia Physka, Fergina Prawaning Tyas, Nova Ariska atas kerjasama yang baik, dukungan, serta bantuannya selama ini.
20. Analitic Squad 2014 : Agnesa Anugrah, Ayisa Ramadona, Dellania Frida Yulita, Dessy Tiara Elvia N, Diani Widya P, Dinda Mezia Physka, Edit Hendri Purnami, Fergina Prawaning Tyas, Fitrah Adhi N, Grace Nadya P, Heny Wijaya, Ismini Hidayati, M. Firza Ersa, M. Ilham Haqiqi, Muhammad Firdaus, Nindi Ningrum, Nova Ariska, Riri Auliya, Riza Umami, Siti Fatimah, Teguh Wijaya Hakim, Tia Okta Selviana, Windi Antika, Yola Yashinta Batubara, Yunita Damayanti, atas dukungan , masukan dan keceriaan yang diberikan kepada penulis.
21. Seluruh mahasiswa Jurusan Kimia angkatan 2014 Agnesa Anugrah, Agung Setyo Wibowo, Ainun Nadiyah, Ana Devita Mutiara, Andri sambas, Angga Hidayatullah E, Aniza Vidya Widata, Asdini Virgina, Asrul Fanani, Astriva Novri Harahap, Audina Uci Pertiwi, Ayisa Ramadona, Ayuning Fara M, Bayu Andani, Berliana Anastasia, Bidari Maulid D, Bunga Lantri D, Cindy Claudia P, Dellania Frida Y, Deni Diora, Dessy Tiara, Devi Tri Lestari, Dewie Permata, Dhia Hawari, Diani Widya, Dicky Sildianto, Dinda Mezia, Dira Fauzia, Diva Amalia, Edit Hendri, Elisabeth Yulinda, Erien Ratna, Erika Liandini, Erwin Simarmata, Fadwa Rani, Fendi Setiawan, Fergina Prawaning Tyas, Ferita Anggriana, Fernando Silaban, Fikri Muhammad, Fitrah Adhi, Fitri Oktavianica, Fitria Luziana, Fransisca Clodina, Gabriella Setia, Ganjar

Andhulangi, Grace nadya, Hafid Darmais, Hamidin, Heny Wijaya, Herda Yulia, Herliana, Hestianingsih Famela, Hodayatul Mufidah, Hot Asi, Ismi Aditiya, Ismini Hidayati, Jepry Romansyah, Kartika Dewi, Khasandra, Khmil Ajmila, Laili Dini, Leony Fransiska, Liana Hariyanti, Lilian Elisabeth, Lucia Arum, Luthfi Hijrianto, M. Firza, M. Ilham, Mahliani, Erianti, Marliani Syaputri, Matthew Maranatha, Meliana Sari, Michael Alberto, Miftahul Hidayati, Muhammad firdaus, M. Ilhan Imanudin, Nella Merliani, Ni Putu Rahma, Nindi Ningrum, Nova Ariska, Novi Indarwati, Nur Laelatul, Putri Sendi, Rahma Hanifah, Renaldi Arlento, Reni Anggraeni, Rica Aulia, Rica Royjanah, Riri Auliya, Risa Septiana, Riza Mufarida, Riza Umami, Rizky Fijaryani, Rizky Nurfitriani, Septi Purnamasari, Siti Fatimah, Sola Gratia, Teguh Wijaya, Tia Maysaroh, Tia Okta, Tika Dwi F, V Ari Viggi, Wahyu Fichtiana Dewi, Widia Sari, Windi Antika, Yola Yashinta, Yunita Damayanti, Yusuf Hadi Kurniawan, Zakia Istianayang punya jargon “Kimia 2014 !!!“ , “Kami Bersatu,Satu yang Solid !!!”

22. Semua pihak yang tidak bisa disebutkan satu persatu atas segala dukungan, do’a dan bantuannya kepada penulis.

Penulis hanya mampu mengucapkan terima kasih semoga segala kebaikan, bantuan, do’a serta dukungan yang kalian berikan dapat dibalas oleh Allah SWT.

Bandar Lampung, 21 Agustus 2018  
Penulis

Rizka Ari Wandari

## DAFTAR ISI

	Halaman
<b>LEMBAR PENGESAHAN.....</b>	<b>i</b>
<b>DAFTAR ISI.....</b>	<b>ii</b>
<b>DAFTAR TABEL.....</b>	<b>vi</b>
<b>DAFTAR GAMBAR.....</b>	<b>viii</b>
<b>I. PENDAHULUAN</b>	
A. Latar Belakang.....	1
B. Tujuan Penelitian.....	4
C. Manfaat Penelitian.....	4
<b>II. TINJAUAN PUSTAKA</b>	
A. Gambir.....	5
B. Kandungan Gambir.....	6
C. Tanin.....	7
D. Sifat-Sifat Tanin.....	8
E. Logam Cu.....	10
F. Senyawa Kompleks.....	10
G. Senyawa Kompleks Cu.....	11
H. Senyawa Kompleks Kromium dan Asam Tanat.....	13
I. Spektrofotometri.....	15
J. Spektrofotometri Ultraungu-Tampak.....	18
1. Poliatomik Molekul Organik.....	22
2. Spektrum Ultraungu-Tampak untuk Molekul dan Ion.....	24



K.	Validasi Metode.....	26
1.	Kecermatan (Accuracy).....	27
2.	Ketelitian (Precision).....	27
3.	Selektivitas (Specificity).....	28
4.	Linieritas dan Rentang.....	28
5.	Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi.....	30

### III. METODOLOGI PENELITIAN

A.	Waktu dan Tempat Penelitian.....	32
B.	Alat dan Bahan.....	32
C.	Prosedur Penelitian.....	33
1.	Pembuatan Larutan.....	33
1.1	Pembuatan Larutan Standar Asam Tanat 100 mM.....	33
1.2	Pembuatan Larutan Standar Cu(II) 100 mM.....	33
1.3	Pembuatan Buffer.....	33
2.	Optimasi Panjang Gelombang Optimum pada Ion logam Cu(II) dan Asam Tanat.....	33
3.	Penentuan Variasi pH dan Panjang Gelombang Optimum Antara Ion Logam Cu(II) dengan Asam Tanat.....	34
4.	Penentuan Stoikiometri Antara Ion Logam Cu(II) dan Asam Tanat.....	34
4.1	Penentuan Stoikiometri Antara Ion Logam Cu(II) dengan Asam Tanat dengan Variasi Konsentrasi Asam Tanat (mM).....	34
4.2	Penentuan Stoikiometri Antara Ion Logam Cu(II) dengan Asam Tanat dengan Variasi Konsentrasi Ion Logam Tembaga (mM).....	34
4.3	Penentuan Stoikiometri Antara Ion Logam Cu(II) dengan Asam Tanat dengan Variasi Volume Ion Cu (mL).....	35

4.4 Penentuan Stoikiometri Antara Ion Logam Cu(II) dengan Asam Tanat dengan Variasi Volume Asam Tanat (mL).....	35
5 Penentuan Waktu Kestabilan Kompleks Ion Logam Cu(II) – Asam Tanat.....	35
6 Validasi Metode.....	36
6.1 Linearitas Kurva Kalibrasi Larutan Antara Ion Logam Cu(II).....	36
6.2 Penentuan Limit Deteksi (LoD) dan Limit Kuantifikasi (LoQ).....	36
6.3 Penentuan Presisi.....	36
6.4 Penentuan Akurasi.....	36
D. Diagram Alir Penelitian.....	37

#### **IV. HASIL DAN PEMBAHASAN**

A. Penentuan Panjang Gelombang Optimum Asam Tanat.....	38
B. Penentuan Panjang Gelombang Optimum Ion Logam Cu(II).....	39
C. Penentuan Variasi pH dan Panjang Gelombang Optimum Antara Ion Logam Cu(II) dengan Asam Tanat.....	40
D. Penentuan Stoikiometri Antara Ion Logam Cu(II) dan Asam Tanat dengan Variasi Konsentrasi.....	42
E. Penentuan Stoikiometri Antara Ion Logam Cu(II) dan Asam Tanat dengan variasi volume.....	46
F. Penentuan Waktu Kestabilan Kompleks Ion Logam Cu(II) dan Asam Tanat.....	48
G. Validasi Metode.....	49
1 Linearitas Kurva Kalibrasi Larutan Ion Logam Cu(II).....	49
2 Presisi.....	50
3 Limit Deteksi.....	51
4 Akurasi.....	52

**V. SIMPULAN**

A. Simpulan.....	54
B. Saran.....	55

<b>DAFTAR PUSTAKA.....</b>	<b>56</b>
----------------------------	-----------

<b>LAMPIRAN.....</b>	<b>60</b>
----------------------	-----------

## DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Klasifikasi ilmiah gambar.....	6
2. Komponen-komponen gambar.....	9
3. Spektrum cahaya tampak dan warna-warna komplementer.....	16
4. Absorpsi karakteristik beberapa jenis kromofor.....	24
5. Transisi elektronik.....	25
6. Penentuan variasi pH dan panjang gelombang optimum antara Ion Logam Cu(II) dengan asam tanat.....	41
7. Pengaruh konsentrasi reaksi antara ion logam Cu(II) dan asam tanat dengan variasi asam tanat.....	43
8. Pengaruh konsentrasi reaksi antara ion logam Cu(II) dan asam tanat dengan variasi ion logam Cu(II).....	43
9. Pengaruh volum reaksi antara ion logam Cu(II) dan asam tanat dengan asam tanat.....	47
10. Pengaruh volum reaksi antara ion logam Cu(II) dan asam tanat dengan variasi ion logam Cu(II).....	47
11. Pengaruh waktu kestabilan terhadap reaksi antara ion logam Cu(II) dan asam tanat.....	48
12. Penentuan linearitas kurva kalibrasi antara ion logam Cu(II).....	49
13. Nilai Presisi ion logam Cu(II).....	51

14.	Nilai LoD dan LoQ ion logam Cu(II).....	52
15.	Nilai akurasi ion logam Cu(II).....	53

## DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Gambir ( <i>Uncaria gambir</i> (Hunt.) Roxb).....	5
2. Beberapa struktur senyawa tanin.....	8
3. Bentuk dan energi relatif orbital molekul	
a. Orbital bonding dan anti bonding.....	23
b. Energi relatif orbital dan transisi diantaranya.....	23
4. Spektrum ultraungu-tampak untuk $[\text{Fe}(o\text{-phenanthroline})_3]^{2+}$ .....	26
5. Diagram alir penelitian.....	37
6. Panjang gelombang optimum standar asam tanat.....	39
7. Panjang gelombang optimum standar ion logam Cu(II).....	40
8. Kurva variasi pH penentuan panjang gelombang maksimum kompleks.....	42
9. Kurva variasi konsentrasi asam tanat : ion logam Cu(II).....	44
10. Hidrolisis asam tanat menjadi asam galat.....	45
11. Struktur tetrahedral ion logam Cu(II)-asam galat.....	46
12. Kurva variasi volume asam tanat : ion logam Cu(II).....	47
13. Waktu kestabilan kompleks antara ion logam Cu(II) dengan asam tanat....	48
14. Kurva linearitas ion logam Cu(II).....	50

## I. PENDAHULUAN

### A. Latar Belakang

Pencemaran lingkungan oleh logam berat menjadi masalah yang cukup serius seiring dengan penggunaan logam berat dalam bidang industri yang semakin meningkat (Darmayanti dkk, 2012). Logam berat tersebut diantaranya adalah Pb, Cr, Cu, Ni, Zn, Cd dan Hg. Ion-ion logam berat bersifat toksik meskipun pada konsentrasi yang rendah dan umumnya sebagai polutan utama bagi lingkungan (Supriyanto, 2011).

Salah satu polutan logam berat adalah logam Cu. Logam Cu berpotensi toksik terhadap tanaman dan berbahaya bagi manusia karena bersifat karsinogenik (Notodarmojo, 2005). Logam Cu digolongkan ke dalam logam berat esensial dalam konsentrasi yang sangat kecil, akan tetapi bila pada konsentrasi tinggi logam Cu akan menjadi racun bagi organisme hidup. Toksisitas yang dimiliki oleh logam Cu baru akan bekerja dan memperlihatkan pengaruhnya bila logam ini telah masuk ke dalam tubuh organisme dalam jumlah besar atau melebihi nilai toleransi organisme tersebut (Palar, 1994). Kadar maksimum yang diperbolehkan adalah 0,05-1,5 ppm. Logam Cu mempunyai bilangan oksidasi +1 dan +2, akan tetapi jumlahnya yang melimpah adalah logam Cu dengan bilangan oksidasi +2 atau Cu(II), karena Cu(I) di air mengalami disproporsionasi membentuk senyawa yang tidak larut, sehingga Cu

yang stabil adalah Cu(II) (Lee, 1994). Cu (II) umumnya berwarna biru, baik dalam bentuk hidrat, padat, maupun dalam larutan air (Vogel, 1985). Logam Cu(II) banyak digunakan dalam industri tekstil pada proses pewarnaan dan pencetakan, yang menjadi salah satu ion logam berat yang sering mencemari lingkungan perairan (Andarani dan Dwina, 2009).

Analisis ion logam Cu(II) dapat dilakukan menggunakan spektrofotometer ultraungu-tampak dengan ligan 8-hidroksikuinolin dalam metanol, diperoleh puncak serapan pada panjang gelombang 817 nm untuk analisis  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  dalam metanol, sedangkan pada senyawa kompleks Cu(II)-8-hidroksikuinolin muncul pada puncak serapan panjang gelombang 394 nm, dapat dilihat adanya pergeseran panjang gelombang maksimum ke arah panjang gelombang yang lebih kecil, hal ini mengindikasikan terbentuknya senyawa kompleks Cu(II)-8-hidroksikuinolin (Agustina dkk, 2013).

Supriyanto (2011) telah melakukan studi analisis spesiasi ion logam Cr(III) dan Cr(VI) dengan asam tanat dari ekstrak gambir menggunakan spektrofotometer ultraungu-tampak. Penelitian tersebut diperoleh pada panjang gelombang maksimum untuk ion logam Cr(III)-asam tanat pada 580,5 nm dari pH 8 dengan perbandingan kompleks terbaik pada 5 : 2, waktu untuk memperoleh kestabilan 60 menit, dan menghasilkan koefisien korelasi sebesar 0,9997. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa metode ini tidak terpengaruh oleh ion logam lain dengan masing-masing konsentrasi Mn (II) 1 ppm, Fe (II) 0,8 ppm, dan Ni 0,6 ppm.



Analisis logam Cu dapat dilakukan dengan pembentukan kompleks logam Cu dengan ligan menggunakan spektrofotometer ultraungu-tampak. Spektrofotometer ultraungu-tampak merupakan instrumen yang mampu menganalisis kestabilan senyawa kompleks yang terbentuk pada panjang gelombang maksimum, serta mampu menganalisis secara selektif, akurat dan cepat (Day dan Underwood, 2002).

Analisis ion logam Cu(II) dilakukan dengan cara pembentukan kompleks ion logam Cu(II) dengan ligan asam tanat menggunakan spektrofotometer ultraungu-tampak. Asam tanat bila ditinjau dari strukturnya merupakan senyawa yang memiliki pasangan elektron bebas, baik pada gugus keton (pada keadaan polimer) dan gugus hidroksil (ketika ditambahkan basa atau asam pada saat pengaturan pH). Pasangan elektron bebas ini dapat didonorkan kepada ion logam Cu yang memiliki orbital kosong, sehingga asam tanat merupakan suatu ligan yang dapat mendonorkan pasangan elektron bebas kepada ion logam Cu (Denny, 2007).

Beberapa optimasi yang akan dilakukan pada penelitian ini meliputi optimasi panjang gelombang ion logam Cu(II), optimasi panjang gelombang asam tanat, optimasi variasi pH dan panjang gelombang maksimum terhadap ion logam Cu(II) dan asam tanat, optimasi perbandingan konsentrasi antara asam tanat dengan ion logam Cu(II), optimasi volume asam tanat dan ion logam Cu(II), optimasi waktu kestabilan senyawa Cu(II) dan asam tanat, serta melakukan validasi metode yang meliputi penentuan linearitas kurva kalibrasi, penentuan presisi, penentuan akurasi, penentuan LoD dan LoQ.

## **B. Tujuan Penelitian**

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah

1. Mendapatkan panjang gelombang maksimum antara ion logam Cu(II) dengan asam tanat.
2. Mendapatkan kondisi analisis optimum ion logam Cu(II) terhadap pH.
3. Mendapatkan kondisi analisis optimum ion logam Cu(II) terhadap konsentrasi.
4. Mendapatkan kondisi analisis optimum ion logam Cu(II) terhadap volume.
5. Mendapatkan waktu kestabilan kompleks antara ion logam Cu(II) dengan asam tanat.
6. Melakukan validasi metode terhadap analisis ion logam Cu(II) menggunakan asam tanat.

## **C. Manfaat Penelitian**

Penelitian dapat memberikan informasi mengenai pemanfaatan ligan alam asam tanat dalam analisis logam Cu dan metode yang digunakan bisa menjadi metode alternatif baru dalam menganalisis logam Cu dalam lingkungan.

## II. TINJAUAN PUSTAKA

### A. Gambir

Gambir (*Uncaria gambir* (Hunt.) Roxb) merupakan spesies tanaman berbunga genus *Uncaria* dalam famili *Rubiaceae*. Secara alami tanaman gambir tumbuh di kawasan hutan dengan ketinggian antara 200-800 meter dari permukaan laut yang memiliki curah hujan merata sepanjang tahun dan cukup cahaya matahari, daerah dengan suhu berkisar antara 26-28 °C serta kelembaban mencapai 70-85%.

Daerah sekitar khatulistiwa dengan curah hujan 2500-3000 mm per tahun merupakan wilayah yang sesuai bagi pertumbuhan tanaman gambir. Tanaman gambir juga dapat tumbuh pada hampir semua jenis tanah dengan pH antara 4,8-5,5 (Hadad et al., 2007).



**Gambar 1.** Gambir (*Uncaria gambir* (Hunt.) Roxb)

**Tabel 1.** Klasifikasi ilmiah gambir (Dharma, 1987)

Kerajaan	Plantae
Divisi	Magnoliophyta
Kelas	Magnoliopsida
Ordo	Gentianales
Famili	Rubiaceae
Genus	Uncaria
Spesies	Uncaria gambir
Nama binomial	<i>Uncaria gambir</i>
Sinonim	<i>Ourouparia gambir</i> Roxb. Dan <i>Nauclea gambir</i>

## B. Kandungan Gambir

Komponen utama gambir adalah *catechin* (asam *catechin* atau asam *catechu*) dan asam *catechin tannat* (*catechin anhydrid*). Gambir juga mengandung sedikit *quercetine* yaitu bahan pewarna yang memiliki warna kuning. *Catechin* bila mengalami pemanasan cukup lama atau pemanasan dengan larutan bersifat basa dengan mudah akan menjadi *catechin tannat*, karena kondensasi sendiri dan menjadi mudah larut dalam air dingin atau air panas (Hayani, 2003).

**Tabel 2.** Komponen-komponen yang terdapat dalam gambir (Gumbira-Sa'id et al., 2009 )

No	Nama Komponen	Kandungan (%)
1	<i>Catechin</i>	7-33
2	Asam <i>catechutannat</i>	20-55
3	<i>Pyrocatechol</i>	20-30
4	Gambir flouresensi	1-3
5	<i>Red Catechu</i>	3-5
6	<i>Quersetin</i>	2-4
7	<i>Fixed oil</i>	1-2
8	Lilin	1-2
9	Alkaloid	Sedikit

Terdapat tujuh jenis alkaloid pada tanaman gambir, yaitu dihidrogambir tanina, gambirdinna, gambirina, isogambirina, auroparina, oksogambir-tanina. Tanin yang terdapat dalam gambir merupakan tanin yang tidak dapat dihidrolisis. Tanin tersebut merupakan turunan dari flavanal yang tidak dapat dihidrolisa dengan asam ataupun basa (Nazir, 2000).

### C. Tanin

Tanin adalah kelompok polifenol yang larut dalam air dengan berat molekul antara 500-3000 g/mol. Tanin mampu mengendapkan alkohol, gelatin dan protein lainnya membentuk warna merah tua dengan kalium ferrisianida dan ammonia serta dapat diendapkan oleh garam-garam Cu, Pb dan kalium kromat (atau 1% asam kromat). Tanin diklasifikasikan dalam dua kelas, yaitu (Parker, 1993) :



1. Memiliki rumus molekul  $C_{76}H_{52}O_{46}$ ;
2. Memiliki berat molekul 1701,22;
3. Tanin memiliki sifat umum, yaitu memiliki gugus phenol dan bersifat koloid;
4. Semua jenis tanin dapat larut dalam air, metanol, etanol, aseton dan pelarut organik lainnya. Kelarutannya besar, dan akan bertambah besar apabila dilarutkan dalam air panas;
5. Dengan garam besi memberikan reaksi warna. Reaksi ini digunakan untuk menguji klasifikasi tanin, karena tanin dengan garam besi memberikan warna hijau dan biru kehitaman;
6. Tanin akan terurai menjadi pyrogallol, pyrocatechol dan phloroglucinol bila dipanaskan sampai suhu (99 -102 °C);

Sifat fisik tanin adalah sebagai berikut:

1. Umumnya tanin mempunyai berat molekul tinggi dan cenderung mudah dioksidasi menjadi suatu polimer, sebagian besar tanin bentuknya amorf dan tidak mempunyai titik leleh;
2. Tanin berbentuk serbuk atau berlapis-lapis seperti kulit kerang, berbau khas dan mempunyai rasa sepat (*astrigent*);
3. Tanin mempunyai sifat atau daya bakterostatik, fungistatik dan merupakan racun;
4. Merupakan padatan berwarna kuning atau kecoklatan;
5. Memiliki titik leleh 305°C;
6. Memiliki titik didih 1271°C.

Secara struktural tanin adalah suatu senyawa fenol yang memiliki berat molekul besar yang terdiri dari gugus hidroksi dan beberapa gugus seperti karboksil untuk membentuk kompleks kuat yang efektif dengan protein dan beberapa makromolekul (Horvart, 1981).

### **E. Logam Cu**

Tembaga dengan nama kimia cuprum dilambangkan dengan Cu berbentuk kristal dengan warna kemerahan dan di alam dapat ditemukan dalam bentuk logam bebas, akan tetapi lebih banyak ditemukan dalam bentuk persenyawaan atau sebagai senyawa padat dalam bentuk mineral. Berdasarkan tabel periodik unsur, Cu menempati posisi dengan nomor atom 29 dan mempunyai bobot 63,456 (Palar, 1994). Logam Cu adalah logam merah muda yang lunak, dapat ditempa, liat, dan melebur pada suhu 1038 °C. Logam Cu juga dinamakan cupro untuk yang bervalensi +1 dan cupri yang bervalensi +2. Garam-garam tembaga (II) umumnya berbentuk biru, baik dalam bentuk hidrat, padat, maupun dalam larutan air. Logam Cu dan beberapa bentuk per senyawaannya seperti CuO, CuCO<sub>3</sub>, Cu(OH)<sub>2</sub>, dan Cu(CN)<sub>2</sub> tidak dapat larut dalam air dingin atau air panas, tetapi dapat dilarutkan dalam asam. Logam Cu itu sendiri dapat dilarutkan dalam senyawa asam sulfat panas, dan dalam larutan basa NH<sub>4</sub>OH (Vogel, 1985).

### **F. Senyawa Kompleks**

Senyawa kompleks adalah suatu senyawa yang terdiri dari ion logam pusat yang biasanya berupa logam transisi. Logam ini akan berikatan dengan satu atau lebih ligan yang memberikan pasangan elektron bebasnya kepada ion logam (ion pusat). Donor pasangan elektron dari ligan kepada ion logam pusatnya akan



menghasilkan ikatan kovalen koordinasi sehingga senyawa kompleks disebut juga senyawa koordinasi (Cotton dan Wilkinson, 1984).

Ligan adalah molekul sederhana yang dalam senyawa kompleks bertindak sebagai donor pasangan elektron (basa lewis). Ligan memiliki satu atau lebih pasangan elektron bebas yang dapat terikat secara koordinasi pada ion pusat dalam suatu senyawa kompleks. Secara umum kation-kation keras (asam) membentuk kompleks paling stabil dengan ligan keras (basa), sedangkan asam lunak membentuk kompleks paling stabil dengan basa lunak.

Senyawa kompleks berhubungan dengan asam basa lewis. Asam lewis adalah senyawa yang berperan menerima pasangan elektron bebas, sedangkan basa lewis berperan dalam menyumbangkan pasangan elektron bebas. Senyawa kompleks dapat diuraikan menjadi ion kompleks. Ion kompleks merupakan kompleks yang bermuatan positif atau negatif yang terdiri dari sebuah atom pusat dan ligan. Sedangkan ligan dapat bermuatan netral maupun negatif (Prakash, 2001).

### **G. Senyawa Kompleks Cu**

Kristal  $\text{CuSO}_4$  anhidrat berwarna putih, tetapi  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  yaitu mengandung lima buah molekul air berwarna biru agak tua. Larutan ion  $\text{Cu}^{2+}$  juga berwarna biru dan bila larutan itu di beri  $\text{NH}_4\text{OH}$  cukup banyak, mula-mula terjadi endapan yang larut lagi dalam kelebihan  $\text{NH}_4\text{OH}$  dan membentuk larutan yang berwarna biru tua. Dapat disimpulkan bahwa ion  $\text{Cu}^{2+}$  tidak berwarna, tetapi jika ada  $\text{H}_2\text{O}$  dan ada  $\text{NH}_4\text{OH}$  terbentuk warna biru tua, dalam larutan berisi  $\text{HCl}$  cukup pekat, warna ion  $\text{Cu}^{2+}$  tidak biru melainkan agak hijau, terjadi kompleks antara ion  $\text{Cu}^{2+}$  dan suatu spesies lain di dalam larutan, dalam hal ini  $\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{NH}_3$ , atau  $\text{Cl}^-$ .

Kompleks ialah suatu satuan baru yang terbentuk dari satuan-satuan yang dapat berdiri sendiri, tetapi membentuk ikatan baru dalam kompleks itu. Misalnya kompleks  $\text{Cu}^{2+}$  di atas, terjadi dari satuan-satuan yang dapat berdiri sendiri yaitu  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{H}_2\text{O}$ , atau  $\text{Cl}^-$ . Kompleks yang terbentuk masing-masing berisi dua buah komponen, tetapi ada pula yang terjadi dari lebih banyak komponen seperti misalnya kompleks  $[\text{Pt}(\text{NH}_3)\text{Cl}_5]^-$  dan  $[\text{Pt}(\text{NH}_3)_2\text{Cl}_4]$ .

Kompleks selalu terjadi dari sebuah ion logam yang dinamakan ion sentral atau inti dan komponen-komponen lain yang berupa ion negatif atau molekul yang dinamakan ligan. Jumlah ligan dalam sebuah kompleks berbeda-beda, dari dua sampai delapan. Jumlah ikatan dengan ligan itu disebut bilangan koordinasi yang biasanya merupakan bilangan genap dan terutama bernilai 4 atau 6. Ion logam univalent biasanya mempunyai bilangan koordinasi dua. Muatan sebuah kompleks dapat positif, negatif, atau nol. Muatan tersebut merupakan jumlah muatan inti dan semua ligan yang diikatnya. Contoh-contoh di atas menunjukkan kompleks dari ketiga macam muatan. Beberapa contoh kompleks negatif yang lain ialah  $[\text{AgCl}_2]^-$ ,  $[\text{Ag}(\text{CN})_2]^-$ ,  $[\text{AuCl}_2]^-$  (Harjadi, 1985).

Senyawa  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  yang berwarna biru merupakan senyawa yang tidak berbau, memiliki titik lebur  $150^\circ\text{C}$ , memiliki kelarutan dalam air sebesar 22,37% pada temperatur  $0^\circ\text{C}$  dan 117,95% pada temperatur  $100^\circ\text{C}$ , larut dalam metanol, gliserol, dan sedikit larut dalam etanol. Senyawa  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  dengan segiempat planar  $[\text{Cu}(\text{H}_2\text{O})_4]^{2+}$  dengan dua sulfat atom O melengkapi tempat yang tersisa dalam perpanjangan koordinasi oktahedral. Struktur ini dalam keadaan kristal mengandung satu kumpulan ikatan hidrogen yang bergabung dengan molekul

H<sub>2</sub>O yang tak terkoordinasi. Pentahidrat kehilangan air saat dipanaskan dan membentuk kristal putih, higroskopis anhidrat, CuSO<sub>4</sub> (Housecroft dan Sharpe, 2005). Tembaga(II) sulfat merupakan senyawa logam yang dapat digunakan sebagai pewarna pada rambut dalam konsentrasi rendah sehingga tidak berbahaya dalam proses penyerapannya melalui kulit yang luka, tetapi jika senyawa ini masuk ke dalam tubuh melalui oral dapat mengakibatkan keracunan (Dirjen POM, 1985).

#### **H. Senyawa Kompleks Kromium dan Asam Tanat**

Analisis kromium dapat dilakukan dengan pembentukan kompleks kromium dengan ligan secara spektrofotometri ultraungu-tampak. Spektrofotometer ultraungu-tampak merupakan instrumen yang mampu menganalisis kestabilan senyawa kompleks yang terbentuk pada panjang gelombang maksimum yang berbeda antara Cr(III) dan Cr(VI).

Metode ini juga dapat bekerja secara selektif, akurat dan cepat bila dibandingkan dengan metode konvensional lain, seperti titrimetri atau gravimetri. Asam tanat adalah komponen senyawa kimia penyusun terbesar dalam gambir, dan juga merupakan golongan tanin terhidrolisis. Asam tanat bila ditinjau dari strukturnya merupakan senyawa yang memiliki pasangan elektron bebas, baik pada gugus keton (pada keadaan polimer) dan gugus hidroksil (ketika ditambahkan basa atau asam pada saat pengaturan pH). Pasangan elektron bebas ini dapat didonorkan kepada ion logam kromium yang memiliki orbital kosong, sehingga dapat dikatakan asam tanat merupakan suatu ligan.

Hasil penelitian yang diperoleh dapat dibuat kurva kalibrasi larutan standar Cr(III) dan Cr(VI) diperoleh persamaan garis linear yaitu  $y = a + bx = (-9,5238 \times 10^{-5}) + (4,4857 \times 10^{-3})x$  yang merupakan hubungan antara konsentrasi (x) larutan standar dengan absorbansi (y), dengan harga koefisien korelasi (r) sebesar 0,9997. Harga r menunjukkan bahwa kurva kalibrasi tersebut memiliki keakuratan dalam penentuan konsentrasi Cr(III) sebesar 99,97% dan kurva tersebut sesuai dengan hukum Lambert Beer dimana kurva hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi merupakan garis lurus.

Kadar logam Cr(III) dalam sampel dapat diperoleh dengan cara mensubstitusikan nilai absorbansi sampel pada persamaan  $y = a + bx = (-9,5238 \times 10^{-5}) + (4,4857 \times 10^{-3})x$ , dan diperoleh kadar logam Cr(III) dalam sampel sebesar  $4,93 \pm 0,001$  ppm. Persamaan garis linier yang diperoleh yaitu  $y = a + bx = (-1,9048 \times 10^{-4}) + (9,4714 \times 10^{-3})x$  yang merupakan hubungan antara konsentrasi (x) larutan standar dengan absorbansi (y) dengan harga koefisien korelasi (r) sebesar 0,9997. Harga r menunjukkan bahwa kurva kalibrasi tersebut memiliki keakuratan dalam penentuan konsentrasi Cr(VI) sebesar 99,97% dan kurva tersebut sesuai dengan hukum Lambert-Beer dimana kurva hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi merupakan garis lurus.

Kadar logam Cr(VI) dalam sampel dapat diperoleh dengan cara mensubstitusikan nilai absorbansi sampel pada persamaan  $y = a + bx = (-1,9048 \times 10^{-4}) + (9,4714 \times 10^{-3})x$  dan diperoleh kadar logam Cr(VI) dalam sampel sebesar  $4,98 \pm 0,002$  ppm. Kadar logam kromium dalam sampel yang diperoleh menunjukkan bahwa logam kromium dalam suatu sampel dapat ditentukan kadarnya dengan menggunakan

ligan pengompleks asam tanat dari hasil isolasi ekstrak gambir (Supriyanto, 2011).

## **I. Spektrofotometri**

Spektroskopi adalah ilmu yang mempelajari tentang penggunaan spektrofotometer. Spektrofotometer adalah alat yang terdiri dari spektrofotometer dan fotometer. Spektrofotometer adalah alat yang digunakan untuk mengukur energi secara relatif jika energi tersebut ditransmisikan, direfleksikan, atau diemisikan sebagai fungsi dari panjang gelombang. Spektrofotometer menghasilkan sinar dari spektrum dengan panjang gelombang tertentu, dan fotometer adalah alat pengukur intensitas cahaya yang ditransmisikan atau yang diabsorpsi.

Spektrofotometri merupakan salah satu metode analisis instrumental yang menggunakan dasar interaksi energi dan materi. Spektrofotometri dapat dipakai untuk menentukan konsentrasi suatu larutan melalui intensitas serapan pada panjang gelombang tertentu. Panjang gelombang yang dipakai adalah panjang gelombang maksimum yang memberikan absorbansi maksimum. Salah satu prinsip kerja spektrofotometer didasarkan pada fenomena penyerapan sinar oleh spesi kimia tertentu di daerah ultra violet dan sinar tampak (visible).

Spektrofotometri dapat digunakan untuk menganalisis konsentrasi suatu zat di dalam larutan berdasarkan absorbansi terhadap warna dari larutan pada panjang gelombang tertentu. Metode spektrofotometri memerlukan larutan standar yang telah diketahui konsentrasinya. Larutan standarnya terdiri dari beberapa tingkat konsentrasi mulai yang rendah sampai konsentrasi tinggi (Khopkar,2003).

Berikut merupakan spektrum cahaya tampak dan warna-warna komplementer.

**Tabel 3.** Spektrum cahaya tampak dan warna-warna komplementer.

<b>Panjang Gelombang (nm)</b>	<b>Warna</b>	<b>Warna Komplementer</b>
400-435	Violet	Kuning-Biru
435-480	Biru	Kuning
480-490	Hijau-biru	Oranye
490-500	Biru-hijau	Merah
500-560	Hijau	Ungu
560-580	Kuning-hijau	Violet
580-595	Kuning	Biru
595-610	Oranye	Hijau-biru
610-750	Merah	Biru-hijau

Spektrofotometri merupakan metode analisis yang didasarkan pada absorpsi radiasi elektromagnet. Cahaya terdiri dari radiasi, panjang gelombang yang berlainan akan menimbulkan cahaya yang berlainan sedangkan campuran cahaya dengan panjang gelombang ini akan menyusun cahaya putih. Cahaya putih meliputi seluruh spektrum nampak 400-760 nm. Spektrofotometri ini hanya terjadi bila terjadi perpindahan elektron dari tingkat energi yang rendah ke tingkat energi yang lebih tinggi (Ali, 2005).

Keuntungan utama pemilihan metode spektrofotometri ini adalah bahwa metode ini sangat sederhana untuk menetapkan kuantitas zat yang sangat kecil.

Spektrofotometri menggambarkan pengukuran jauhnya penyerapan energi cahaya oleh suatu sistem kimia itu sebagai suatu fungsi dari panjang gelombang radiasi, demikian pula pengukuran penyerapan pada suatu panjang gelombang tertentu. Analisis spektrofotometri digunakan suatu sumber radiasi yang menyorok ke dalam daerah ultraviolet spektrum itu. Spektrum ini dipilih panjang gelombang tertentu dengan lebar pita kurang dari 1 nm (Sastrohamidjojo, 1999).

Adapun jenis-jenis spektrofotometri, yaitu :

#### 1. Spektrofotometri Infra Merah

Spektrofotometri Infra Red atau Infra Merah merupakan suatu metode yang mengamati interaksi molekul dengan radiasi elektromagnetik yang berada pada daerah panjang gelombang 0,75 – 1.000  $\mu\text{m}$  atau pada Bilangan Gelombang 13.000 – 10  $\text{cm}^{-1}$ .

#### 2. Spektrofotometri Raman

Interaksi Radiasi Elektro Magnetik apabila media transparan tersebut mengandung hanya partikel dengan ukuran dimensi atom (permukaan 0,01  $\text{A}^\circ$ ) maka akan terjadi percikan radiasi dengan intensitas yang sangat lemah. Radiasi hamburan tersebut dikenal dengan hamburan *Rayleigh*.

#### 3. Spektrofotometri Fluorescensi dan Fosforescensi

Suatu zat yang berinteraksi dengan radiasi, setelah mengabsorpsi radiasi tersebut, bisa mengemisikan radiasi dengan panjang gelombang yang umumnya lebih besar daripada panjang gelombang radiasi yang diserap. Fenomena tersebut disebut *fotoluminensi* yang mencakup dua jenis yaitu *fluoresensi* dan *fosforesensi*. Fluoresensi terjadi dalam selang waktu lebih pendek dari pada fosforesensi.

#### 4. Spektrofotometri Resonansi Magnetik Inti

Metode baru sebagai anggota baru teknik spektroskopi yang diberi nama "*Nuclear Magnetic Resonance (NMR)*". Para ilmuwan di Indonesia mempopulerkan metode ini dengan nama spektrofotometer Resonansi Magnet Inti (RMI). Spektrofotometri RMI sangat penting artinya dalam analisis kualitatif, khususnya dalam penentuan struktur molekul zat organik.

Komponen-komponen pokok dari spektrofotometer meliputi:

1. Sumber tenaga radiasi yang stabil, sumber yang biasa digunakan adalah lampu wolfram,
2. Monokromator untuk memperoleh sumber sinar yang monokromatis,
3. Sel absorpsi, pada pengukuran di daerah visible menggunakan kuvet kaca atau kuvet kaca corex, tetapi untuk pengukuran pada UV menggunakan sel kuarsa karena gelas tidak tembus cahaya pada daerah ini,
4. Detektor radiasi yang dihubungkan dengan sistem meter atau pencatat.  
Peranan detektor penerima adalah memberikan respon terhadap cahaya pada berbagai panjang gelombang (Khopkar, 1990).

#### **J. Spektrofotometri Ultraungu-Tampak**

Spektrofotometri ultraungu-tampak merupakan salah satu teknik analisis spektroskopi yang memakai sumber radiasi elektromagnetik ultraviolet dekat (190-380 nm) dan sinar tampak (380-780 nm) dengan memakai instrumen spektrofotometer. Spektrofotometri ultraungu-tampak melibatkan energi elektronik yang cukup besar pada molekul yang dianalisis, sehingga



spektrofotometri ultraungu-tampak lebih banyak dipakai untuk analisis kuantitatif dibandingkan kualitatif (Mulja dan Suharman, 1995).

Prinsip spektrofotometri ultraungu-tampak adalah mengukur jumlah cahaya yang diabsorpsi atau ditransmisikan oleh molekul-molekul didalam larutan. Ketika panjang gelombang cahaya ditransmisikan melalui larutan, sebagian energi cahaya tersebut akan diserap (diabsorpsi). Besarnya kemampuan molekul-molekul zat terlarut untuk mengabsorpsi cahaya pada panjang gelombang tertentu dikenal dengan istilah absorbansi ( $A$ ), yang setara dengan nilai konsentrasi larutan tersebut dan panjang berkas cahaya yang dilalui (biasanya 1 cm dalam spektrofotometri) ke suatu poin dimana presentase jumlah cahaya yang ditransmisikan atau diabsorpsi diukur dengan photube.

Persyaratan suatu sampel dapat dianalisis menggunakan spektrofotometri ultraungu-tampak adalah :

1. Bahan mempunyai gugus kromofor
2. Bahan tidak mempunyai gugus kromofor tetapi berwarna
3. Bahan tidak mempunyai gugus kromofor dan tidak berwarna, maka ditambahkan pereaksi warna ( $Vis$ )
4. Bahan tidak mempunyai gugus kromofor dibuat turunannya yang mempunyai gugus kromofor ( $UV$ ) (Harmita, 2006).

Dasar dari metode ini karena adanya perubahan sifat fisikokimia dari bahan yang diperiksa dengan jalan, mengamati sifat serapannya terhadap energi cahaya atau radiasi elektromagnetik. Spektrum ultraungu-tampak merupakan hasil interaksi antara radiasi elektromagnetik dengan molekul. Radiasi elektromagnetik

merupakan bentuk energi radiasi yang mempunyai sifat gelombang dan partikel (foton), karena bersifat sebagai gelombang maka beberapa parameter perlu diketahui, misalnya panjang gelombang ( $\lambda$ ), frekuensi, bilangan gelombang, dan serapan ( $A$ ). Radiasi elektromagnetik mempunyai vektor listrik dan vektor magnet yang bergetar dalam bidang-bidang yang tegak lurus satu sama lain dan masing-masing tegak lurus pada arah perambatan radiasi.

Bila suatu cahaya monokromatis atau bukan monokromatis jatuh pada medium homogen, maka sebagian dari cahaya ini akan dipantulkan, sebagian akan diabsorpsi dan sisanya akan diteruskan, sehingga dalam hal ini dapat dinyatakan sebagai berikut :

$$I_0 = I_t + I_a + I_r$$

Dimana :  $I_0$  = intensitas cahaya yang datang

$I_r$  = intensitas cahaya yang dipantulkan

$I_a$  = intensitas cahaya yang diserap

$I_t$  = intensitas cahaya yang diteruskan

Pengaruh  $I_r$  dapat dihilangkan dengan menggunakan blanko atau kontrol, sehingga

$$I_0 = I_t + I_a$$

Dua hukum empiris telah menurunkan tentang intensitas serapan. Hukum Lambert telah menyatakan bahwa fraksi penyerapan sinar tidak bergantung dari intensitas sumber cahaya. Hukum Beer mengatakan bahwa penyerapan sebanding dengan jumlah molekul yang menyerap (Sudjadi, 1983).

Hukum kuantitatif yang terkait dikenal dengan hukum Lambert-Beer. Menurut hukum Lambert Beer (Mulja dan Suharman, 1995) :

$$A = \log (I_0/I_t) = \epsilon \cdot b \cdot c$$

Dimana :       $A$  = absorban

$I_0$  = Intensitas sinar yang datang

$I_t$  = intensitas sinar yang diteruskan

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

$b$  = Tebal Kuvet (cm)

$c$  = Konsentrasi zat ( $mol L^{-1}$ )

Serapan radiasi Ultraungu-Tampak oleh suatu kompleks logam merupakan salah satu dari transisi berikut:

(1) eksitasi ion logam

(2) eksitasi ligan, atau

(3) transisi transfer muatan

Eksitasi ion logam dalam suatu kompleks biasanya memiliki absorptivitas yang rendah dan tidak dipakai dalam analisis kuantitatif. Kebanyakan ligan yang digunakan untuk mengomplekskan ion logam adalah senyawa organik yang mengalami transisi  $\pi \rightarrow \pi^*$  dan  $n \rightarrow \pi^*$ . Reaksi pembentukan kompleks dapat dianggap seperti reaksi asam-basa yang melibatkan suatu asam Lewis (ion logam) dan suatu basa Lewis (atom ligan yang memiliki pasangan elektron bebas).

Adanya perpindahan elektron mengakibatkan perubahan pada panjang gelombang dan intensitas serapan. Namun demikian perubahan ini juga tidak terlalu besar.

Warna khelat logam yang kuat disebabkan oleh transisi transfer muatan, yaitu

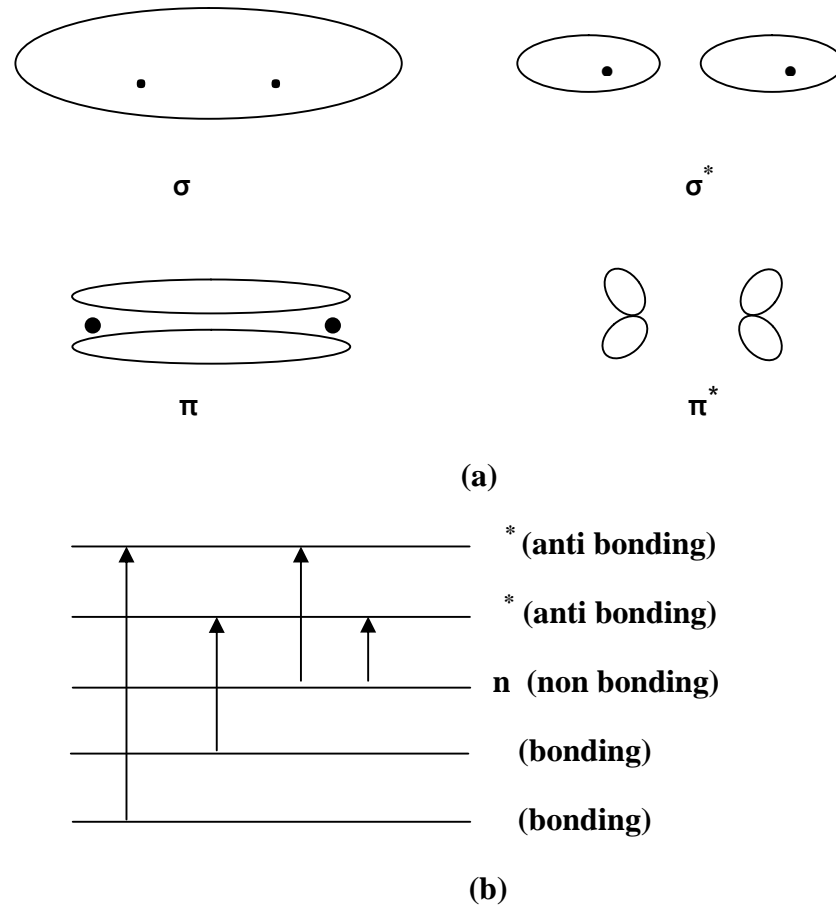
pergerakan elektron dari ion logam ke ligan atau sebaliknya. Transisi ini meliputi promosi elektron dari tingkat  $d$  dalam ligan atau dari orbital  $d$  ke orbital ion logam yang tak digunakan (*unoccupied*), atau promosi dari elektron ikatan  $d$  pada ion logam ke orbital  $d$  ligan yang tak digunakan (Christian, 1986).

### 1. Poliatomik Molekul Organik

Menurut teori orbital molekul, interaksi orbital atom menyebabkan terbentuknya ikatan dan orbital molekul antibonding. Bergantung pada sifat orbital atom yang tumpang tindih, orbital molekul mungkin tipe  $\sigma$ , kerapatan elektron terkonsentrasi sepanjang poros internuclear, atau tipe  $\pi$  dimana kerapatan elektron terkonsentrasi pada kedua sisi sumbu internuclear. Persamaan probabilitas kerapatan elektron untuk elektron yang menempati  $\sigma$  dan  $\pi$  (bonding) dan  $\sigma^*$  dan  $\pi^*$  orbital (antibonding) yang ditunjukkan dalam gambar. Energi relatif dari orbital-orbital ini dan orbital non ikatan  $n$  yang mungkin ditempati oleh elektron yang tidak ikut serta dalam ikatan yang diberikan dalam gambar

Sebagian besar senyawa organik, orbital ikatan dan non-ikatan terisi dan orbital anti-ikatan kosong. Berdasarkan diagram tersebut akan terlihat bahwa energi paling rendah dan karenanya panjang gelombang terpanjang transisi berasal dari orbital non-ikatan ke orbital  $\pi$  antibonding, yaitu  $n \rightarrow \pi^*$  yang menimbulkan ikatan di daerah dekat UV dan tampak. Transisi lain yang diijinkan untuk meningkatkan energi (panjang gelombang lebih pendek) adalah  $n \rightarrow \sigma^*$  dan  $\pi \rightarrow \pi^*$  yang memiliki energi yang sebanding, dan  $\sigma \rightarrow \sigma^*$  yang terakhir terjadi di daerah UV atau vakum di bawah 200 nm dan tidak banyak digunakan secara analitis. Hidrokarbon jenuh yang transparan di daerah UV dan Vis membuat

pelarut berguna. Intens band (besar ) diproduksi oleh transisi  $\rightarrow^*$  dan  $\pi \rightarrow \pi^*$ , sedangkan yang berasal dari  $n \rightarrow^*$  dan Transisi  $n \rightarrow \pi^*$  secara khas lemah karena aturan seleksi yang tidak menguntungkan.



**Gambar 3.** Bentuk dan Energi Relative Orbital Molekul

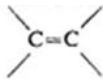
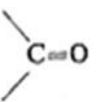

(a) Orbital Bonding dan Antibonding

(b) Energi Relatif Orbital dan Transisi diantaranya

Kelompok tak jenuh, yang dikenal sebagai kromofor, bertanggung jawab atas penyerapan  $n \rightarrow \pi^*$ , dan  $\pi \rightarrow \pi^*$  terutama di daerah dekat UV dan tampak dan bertujuan untuk diagnostik dan untuk analisis kuantitatif. Nilai maks dan untuk beberapa kromofor khas diberikan pada tabel. Posisi dan intensitas pita absorpsi sensitif terhadap substituen yang dekat dengan kromofor untuk konjugasi

dengan kromofor lainnya dan untuk efek pelarut. Kelompok jenuh yang mengandung heteroatom yang memodifikasi penyerapan karena kromofor disebut auxochromes dan termasuk -OH, Cl, OR<sup>-</sup> dan -NR<sub>2</sub> (Fifield dan Kealey, 2000).

**Tabel 4.** Absorpsi karakteristik beberapa jenis kromofor

Kromofor	Contoh	Transisi	maks/nm	/mol <sup>-1</sup> m <sup>2</sup>
	Etilen	$\pi \rightarrow \pi^*$	165	1500
	Aseton	$\pi \rightarrow \pi^*$	188	90
		$n \rightarrow \pi^*$	279	1.5
- N = N -	Azometan	$n \rightarrow \pi^*$	347	0.45
- N = O	Nitrosobutan	$\pi \rightarrow \pi^*$	300	10
		$n \rightarrow \pi^*$	665	2
	Benzen	$\pi \rightarrow \pi^*$	200	800
			225	21.5

## 2. Spektrum ultraungu-tampak untuk molekul dan ion

Molekul atau ion menyerap ultraviolet atau radiasi sinar tampak, maka akan mengalami perubahan dalam konfigurasi elektron valensinya. Elektron valensi dalam molekul organik, dan anion anorganik seperti CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>; menempati ikatan sigma terkuantisasi, pi bonding,  $\pi$ , dan nonbonding, n, orbital molekul.

Antibodi sigma yang tidak beracun,  $\sigma^*$ , dan pi antibonding,  $\pi^*$ , orbital molekul sering terletak cukup dekat dalam energi sehingga transisi elektron dari orbital terisi ke orbital kosong adalah mungkin.

Empat jenis transisi antara tingkat energi terkonsolidasi memperhitungkan molekuler spektrum ultraungu/ tampak. Panjang gelombang yang diperkirakan untuk absorpsi ini, seperti juga sebagai daftar sebagian dari ikatan, 6 fungsional,

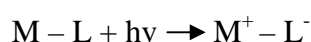
atau molekul yang menimbulkan transisi ditunjukkan pada tabel 3. Transisi ini, yang terpenting adalah  $n \rightarrow \pi^*$  dan  $\pi \rightarrow \pi^*$ , karena melibatkan kelompok fungsional yang bersifat karakteristik dari analit dan panjang gelombang yang mudah dijangkau. Obligasi dan fungsional kelompok yang menimbulkan penyerapan ultraviolet dan radiasi tampak disebut kromofor.

**Tabel 5.** Transisi elektronik yang melibatkan orbital molekul  $n$ ,  $\pi$ , dan  $\sigma$

Transisi	Rentang Panjang Gelombang (nm)	Contoh
$\sigma \rightarrow \sigma^*$	< 200	C—C, C—H
$n \rightarrow \sigma^*$	160-260	H <sub>2</sub> O, CH <sub>3</sub> OH, CH <sub>3</sub> Cl
$\pi \rightarrow \pi^*$	200-500	=C, C=O, C=N, C=C
$n \rightarrow \pi^*$	250-600	C=O, C=N, N=N, N=O

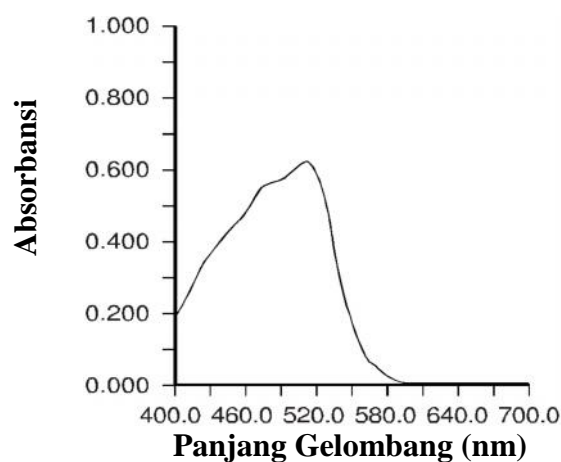
Ion logam transisi, seperti Cu<sup>2+</sup> dan Co<sup>2+</sup>, membentuk larutan yang berwarna karena ion logam menyerap cahaya tampak. Transisi menyebabkan penyerapan oleh elektron valensi dalam orbital d ion logam. Lima d-orbital memiliki energi yang sama untuk sebuah ion logam bebas. Orbital d dibagi menjadi dua atau lebih banyak kelompok yang berbeda dalam energi dikarenakan adanya ligan kompleks atau molekul pelarut. Misalnya, di kompleks oktahedral [Cu(H<sub>2</sub>O)<sub>6</sub>]<sup>2+</sup> enam molekul air mengganggu orbital d. Transisi d-d yang dihasilkan untuk ion logam transisi relatif lemah.

Sumber yang lebih penting dari penyerapan ultraungu / tampak untuk ligan logam anorganik kompleks adalah transfer muatan, di mana menyerap foton menghasilkan keadaan tereksitasi, Spesies yang dapat digambarkan dalam hal pengalihan elektron dari logam, M, ke ligan, L.



Penyerapan transfer muatan penting karena menghasilkan absorbansi yang sangat besar, menyediakan metode analisis yang jauh lebih sensitif. Salah satu contoh penting kompleks transfer muatan adalah *o*-phenanthroline dengan  $\text{Fe}^{2+}$ , spektrum ultraungu / tampak yang ditunjukkan pada Gambar. Penyerapan transfer daya di mana elektron bergerak dari ligan ke logam juga dimungkinkan.

Spektrum ultraungu / tampak pada Gambar, tercatat bahwa pita penyerapan ultraungu / tampak seringkali jauh lebih luas dibandingkan dengan penyerapan IR.



**Gambar 4.** Spektrum ultraungu/tampak untuk  $[\text{Fe}(\textit{o}\text{-phenanthroline})_3]^{2+}$

Sebuah spesies menyerap radiasi ultraungu / tampak, transisi antara tingkat energi elektronik mungkin juga termasuk transisi antara tingkat energi getaran. Hasilnya adalah angka dari band serapan jarak dekat yang bergabung bersama untuk membentuk satu pita penyerapan yang luas (Harvey, 1956).

#### **K. Validasi Metode**

Validasi metode analisis adalah suatu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu berdasarkan percobaan laboratorium untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk penggunaannya (Harmita, 2006).

Parameter yang digunakan adalah sebagai berikut :



## 1. Kecermatan (Accuracy)

Kecermatan adalah kedekatan hasil penetapan yang diperoleh dengan hasil sebenarnya. Kecermatan dinyatakan sebagai hasil perolehan kembali dari analit yang ditambahkan. Cara penentuan akurasi dapat dilakukan dengan cara absolut dan cara audisi. Syarat akurasi yang baik : 98 – 102%, untuk sampel hayati (biologis atau nabati) :  $\pm 10\%$ . Beberapa pendapat mengatakan antara 95 – 105% dan beberapa berpendapat antara 80 – 120%. Semakin kompleks penyiapan sampel dan semakin sulit metode analisis yang digunakan, maka recovery yang diperbolehkan semakin rendah atau kisarannya semakin lebar. Perhitungannya sebagai berikut :

$$\% \text{ Perolehan Kembali} = \frac{\text{Kadar hasil analisis}}{\text{Kadar sesungguhnya}} \times 100\%$$

Penentuan akurasi dilakukan dengan 5 konsentrasi berbeda (Gandjar, 2009).

## 2. Ketelitian (Precision)

Ketelitian adalah ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual, diukur melalui penyebaran hasil individual dari rata-rata jika prosedur diterapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogen. Ketelitian diukur sebagai simpangan baku atau simpangan baku relatif (koefisien variasi). Kriteria seksama diberikan jika metode memberikan simpangan baku relatif atau koefisien variasi 2% atau kurang.

Ketelitian dapat dihitung dengan cara sebagai berikut :

- a. Hasil analisis adalah  $x_1, x_2, x_3, \dots, x_n$

Maka simpangan bakunya adalah :

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

b. Simpangan baku relatif atau koefisien variasi (KV) adalah :

$$KV = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100\% \quad (\text{Hermita, 2006})$$

### 3. Selektivitas (Specificity)

Selektivitas atau spesifisitas suatu metode adalah kemampuan yang hanya mengukur zat tertentu saja secara cermat dan seksama dengan adanya komponen lain yang mungkin ada dalam matriks sampel. Selektivitas seringkali dapat dinyatakan sebagai derajat penyimpangan (degree of bias) metode yang dilakukan terhadap sampel yang mengandung bahan yang ditambahkan berupa cemaran, hasil urai, senyawa sejenis, senyawa asing lainnya, dan dibandingkan terhadap hasil analisis sampel yang tidak mengandung bahan lain yang ditambahkan. Metode analisa yang melibatkan kromatografi, selektivitas ditentukan melalui perhitungan daya resolusinya ( $R_s$ ). Pemisahan kromatogram yang baik diperoleh bila nilai resolusinya lebih besar dari 1,5 (Gandjar, 2009).

### 4. Linieritas dan Rentang

Linieritas adalah kemampuan metode analisa yang memberikan respon secara langsung atau dengan bantuan transformasi matematik yang baik, proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Rentang metode adalah pernyataan batas terendah dan tertinggi analit yang sudah ditunjukkan dapat ditetapkan dengan kecermatan, ketelitian, dan linieritas yang dapat diterima. Penentuan linieritas dalam praktek, digunakan satu seri larutan yang berbeda konsentrasinya

antara 50 – 150% kadar analit dalam sampel. Dalam pustaka sering ditemukan rentang konsentrasi yang digunakan antara 0 – 200%. Jumlah sampel yang dianalisis sekurang-kurangnya delapan buah sampel blanko. Sebagai parameter adanya hubungan linier digunakan koefisien korelasi  $r$  pada analisis regresi linier  $Y = a + bx$ . Nilai  $a$  dan  $b$  dapat diperoleh dengan menggunakan metode kuadrat terkecil (least square) :

$$a = \frac{(\sum yi)(\sum xi)^2 - (\sum xi)(\sum yi)}{N(\sum xi^2) - (\sum xi)^2}$$

$$b = \frac{N(\sum xi \cdot yi) - (\sum xi)(\sum yi)}{N(\sum xi^2) - (\sum xi)^2}$$

Linearitas ditentukan berdasarkan nilai koefisien ( $r$ )

$$r = \frac{N(\sum xy) - (\sum x)(\sum y)}{[(N(\sum x^2) - (\sum x)^2)(N(\sum y^2) - (\sum y)^2)]^{1/2}}$$

Hubungan linear yang ideal dicapai jika nilai  $b = 0$  dan  $r = +1$  atau  $-1$  bergantung pada arah garis, sedangkan nilai  $a$  menunjukkan kepekaan analisis terutama instrumen yang digunakan. Parameter lain yang harus dihitung adalah simpangan baku residual ( $Sy$ ).

$$Sy = \frac{\sqrt{\sum(y_1 - \bar{y}_1)^2}}{N - 2} \quad \text{dimana } \bar{y}_1 = a + bx$$

$$S_{x_0} = \frac{Sy}{B} \quad S_{x_0} = \text{standar deviasi dari fungsi}$$

$$V_{x_0} = S_{x_0} \times \frac{100\%}{\bar{X}} \quad V_{x_0} = \text{koefisien variasi dari fungsi}$$

Syarat kelinieran garis :

a) Koefisien korelasi ( $r$ )

$$r \geq 0,9990$$

b) Jumlah Kuadrat sisa masing-masing titik temu ( $r$ ), mendekati (0)

$$(r_i)^2 \text{ sekecil mungkin } \approx 0$$

$$r_i = y_i - (b \times i + a)$$

c) Koefisien fungsi regresi

$$V_{x_0} \leq 2,0\% \text{ (sediaan farmasi)}$$

$$\leq 5,0\% \text{ (sediaan biologi)}$$

d) Kepekaan analisis  $\frac{\Delta y}{\Delta x}$

$$\frac{\Delta y}{\Delta x} = \frac{y_2 - y_1}{x_2 - x_1} \approx \frac{y_3 - y_2}{x_3 - x_2} \approx \frac{y_4 - y_5}{x_4 - x_5} \approx \frac{y_n - y_{n-1}}{x_n - x_{n-1}} \quad (\text{Harmita, 2006}).$$

## 5. Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi

Batas deteksi didefinisikan sebagai konsentrasi analit terendah dalam sampel yang masih dapat dideteksi, meskipun tidak selalu dapat dikuantitasi. Batas deteksi merupakan batas uji yang secara spesifik menyatakan apakah analit diatas atau dibawah nilai tertentu. Batas kuantitasi merupakan parameter pada analisis renik dan diartikan sebagai kuantitas terkeil analit dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama. Analisis instrumen batas deteksi dapat dihitung dengan mengukur respon blanko beberapa kali lalu dihitung simpangan baku respon blanko dan formula dibawah ini dapat digunakan untuk perhitungan

$$Q = \frac{k \times S_b}{S_1}$$

Dimana : Q = LoD (batas deteksi) atau LoQ (batas kuantitasi)

K = 3 untuk batas deteksi atau 10 untuk batas kuantitasi

S<sub>b</sub> = simpangan baku respon analitik dari blanko

$S_1$  = arah garis linear (kepekaan arah) dari kurva antara respon

terhadap konsentrasi = slope (b pada persamaan garis  $y = a + bx$ )

Batas deteksi dan kuantitasi dapat dihitung secara statistik melalui garis regresi linier dari kurva kalibrasi. Nilai pengukuran akan sama dengan nilai b pada persamaan garis linier  $y = a + bx$ , sedangkan simpangan baku blanko sama dengan simpangan baku residual ( $S_{y/x}$ )

a. Batas deteksi (Q)

Karena  $k = 3$  atau 10

Simpangan baku ( $S_b$ ) =  $S_{y/x}$ , maka

$$Q = \frac{3 \cdot S_{y/x}}{S_1}$$

b. Batas kuantitasi (Q)

$$Q = \frac{10 \cdot S_{y/x}}{S_1} \quad (\text{Harmita, 2006; Gandjar, 2009}).$$

### **III. METODOLOGI PENELITIAN**

#### **A. Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian ini dilakukan pada bulan Maret sampai Juni 2018, preparasi larutan dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Universitas Lampung dan Analisis Spektrofotometri dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Universitas Lampung.

#### **B. Alat dan Bahan**

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah beberapa alat gelas yang umum digunakan di laboratorium, spektrofotometer UV-Vis, batang pengaduk, spatula, neraca analitik, dan pH meter.

Bahan-bahan yang digunakan antara lain larutan standar asam tanat,  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , Larutan penyangga pH 8-12, natrium hidroksida, akuades dan akuabides.

## **C. Prosedur Penelitian**

### **1. Pembuatan Larutan**

#### **1.1 Pembuatan Larutan Standar Asam Tanat 100 mM**

Ditimbang 42,53 gram asam tanat standar menggunakan neraca analitik, kemudian dilarutkan menggunakan akuabides di dalam labu takar 250 mL hingga tanda batas dan dihomogenkan.

#### **1.2 Pembuatan Larutan Standar Cu(II) 100 mM**

Ditimbang 2,4954 gram  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  menggunakan neraca analitik, kemudian dilarutkan menggunakan akuabides di dalam labu takar 100 mL hingga tanda batas dan dihomogenkan.

#### **1.3 Pembuatan Larutan Penyangga**

Ditimbang 0,4 gram NaOH menggunakan neraca analitik, kemudian dilarutkan menggunakan akuades di dalam labu takar 100 mL hingga tanda batas dan dihomogenkan. Kemudian dibuat larutan pH dengan menambahkan NaOH 0,1 M tetes demi tetes dalam 250 mL akuades sampai terbentuk pH 8, 9, 10, 11 dan 12.

### **2. Optimasi Panjang Gelombang Optimum pada Ion Logam Cu(II) dan Asam Tanat**

Penentuan panjang gelombang optimum pada masing-masing larutan induk, yaitu Cu(II) dan asam tanat dilakukan dengan menggunakan larutan induk 100 mM yang

diencerkan menjadi 1 mM untuk Cu(II) dan 0,01 mM untuk asam tanat. Optimasi ini dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer ultraungu-tampak.

### **3. Penentuan Variasi pH dan Panjang Gelombang Optimum Antara Ion Cu(II) dengan Asam Tanat**

Penentuan variasi pH dilakukan dengan cara mereaksikan Cu(II) 1 mM dengan asam tanat 1 mM yang masing-masing telah diatur pH 8; 9; 10; 11 dan 12. Setelah itu dilakukan optimasi pada panjang gelombang optimum menggunakan spektrofotometer ultraungu-tampak.

### **4. Penentuan Stoikiometri Antara Ion Logam Cu(II) dan Asam Tanat**

#### **4.1 Penentuan Stoikiometri Antara Ion Logam Cu(II) dengan Asam Tanat dengan Variasi Konsentrasi Asam Tanat (mM)**

Penentuan ini dilakukan dengan cara mengukur kompleks ion logam Cu(II) dengan asam tanat pada pH optimum dan panjang gelombang optimum dengan perbandingan konsentrasi ion logam Cu : asam tanat yaitu : 1:1, 1:2, 1:3, 1:4, dan 1:5 menggunakan spektrofotometer ultraungu-tampak.

#### **4.2 Penentuan Stoikiometri Antara Ion Logam Cu(II) dengan Asam Tanat dengan Variasi Konsentrasi Ion Logam Tembaga (mM)**

Penentuan ini dilakukan dengan cara mengukur kompleks ion logam Cu(II) dengan asam tanat pada pH optimum dan panjang gelombang optimum dengan perbandingan konsentrasi ion logam Cu : asam tanat yaitu : 1:1, 2:1, 3:1, 4:1, dan 5:1 menggunakan spektrofotometer ultraungu-tampak.



#### **4.3 Penentuan Stoikiometri Antara Ion Logam Cu(II) dengan Asam Tanat dengan Variasi Volume Ion Cu (mL)**

Penentuan dilakukan dengan cara mengukur kompleks Ion Logam Cu(II) dengan asam tanat pada pH optimum, konsentrasi optimum dan panjang gelombang optimum lalu memvariasikan volume ion logam Cu dengan perbandingan 1:1, 2:1, 3:1, 4:1, dan 5:1. menggunakan spektrofotometer ultraungu-tampak.

#### **4.4 Penentuan Stoikiometri Antara Ion Logam Cu(II) dengan Asam Tanat dengan Variasi Volume Asam Tanat (mL)**

Penentuan dilakukan dengan cara mengukur kompleks ion logam Cu(II) dengan asam tanat pada pH optimum, konsentrasi optimum dan panjang gelombang optimum lalu memvariasikan volume asam tanat dengan perbandingan 1:1, 1:2, 1:3, 1:4, dan 1:5. menggunakan spektrofotometer ultraungu-tampak.

#### **5. Penentuan Waktu Kestabilan Kompleks Ion Logam Cu(II)-Asam Tanat**

Penentuan waktu kestabilan kompleks dilakukan dengan perbandingan konsentrasi terbaik dan volume terbaik yang diperoleh, diukur absorbansinya dengan menggunakan Spektrofotometer Ultraungu-Tampak pada panjang gelombang optimum dan pH optimum dari 0 menit sampai 60 menit dengan skala kenaikan 10 menit.

## **6. Validasi Metode**

### **6.1. Penentuan Linearitas Kurva Kalibrasi Larutan Antara Ion Logam Cu(II)**

Dibuat larutan ion logam Cu(II) dan asam tanat dengan konsentrasi ion logam Cu(II) yang divariasikan yaitu 1 mM, 3 mM, 5 mM, 7 mM dan 9 mM. Kemudian ditambahkan asam tanat dengan konsentrasi optimum yaitu 6 mM. Diukur serapan atom maksimum dengan menggunakan spektrofotometer ultraungu-tampak. Nilai absorbansi yang diperoleh dibuat persamaan linear hubungan antara konsentrasi dengan absorbansi. Nilai r yang diperoleh menggambarkan linearitas.

### **6.2. Penentuan Limit Deteksi (LoD) dan Limit Kuantifikasi (LoQ)**

Penentuan LoD dan LoQ untuk ion logam Cu(II) diperoleh dari pengukuran blanko kemudian hasil pengukuran dihitung berdasarkan persamaan kurva kalibrasi yang diperoleh.

### **6.3. Penentuan Presisi**

Penentuan presisi dilakukan dengan mengukur konsentrasi sampel dengan 5 kali pengulangan. Nilai absorbansi yang telah diperoleh ditentukan nilai konsentrasi, simpangan baku (SD) serta nilai relatif standar deviasi (RSD). Metode dengan presisi yang baik ditunjukkan dengan perolehan relatif standar deviasi (RSD) < 5 %.

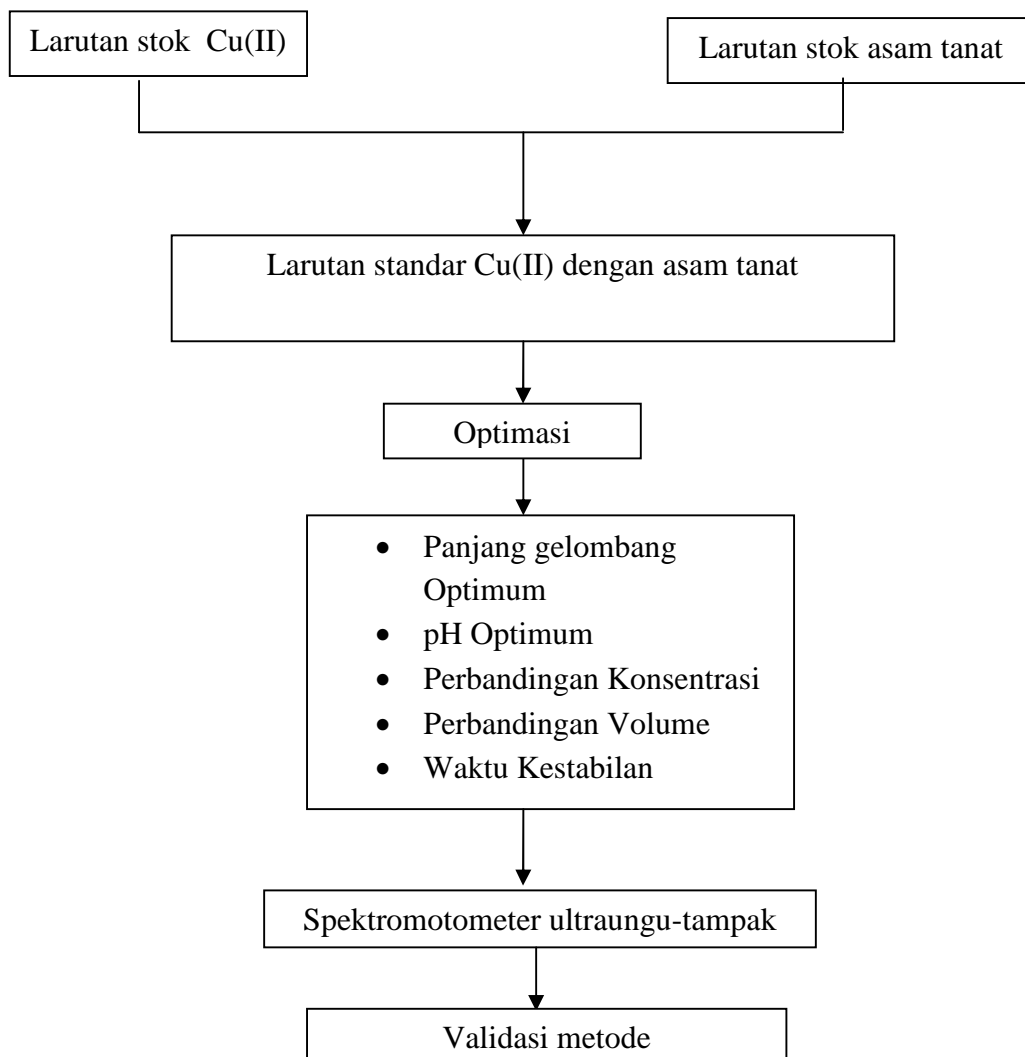
### **6.4. Penentuan Akurasi**

Penentuan akurasi dilakukan dengan menambahkan sejumlah analit murni ke dalam campuran. Kemudian campuran dianalisis dan hasilnya dibandingkan terhadap kadar analit yang ditambahkan (kadar sebenarnya). Jumlah analit yang ditambahkan ke dalam sampel atau selisih antara rata-rata dan nilai sebenarnya yang dapat didapat

menunjukkan ketepatan. Ketepatan dihitung sebagai *persen recovery* (perolehan kembali).

#### D. Diagram Alir

Langkah-langkah yang dilakukan dalam penelitian ini dapat dilihat dalam diagram alir sebagai berikut pada Gambar 5.



**Gambar 5. Diagram Alir Penelitian**

## V. SIMPULAN

### A. SIMPULAN

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa:

1. Senyawa asam tanat dapat digunakan sebagai senyawa pengompleks pada analisis ion logam Cu(II).
2. Panjang gelombang optimum asam tanat diperoleh sebesar 275,4 nm dan panjang gelombang optimum ion logam Cu(II) sebesar 235,8 nm
3. Reaksi antara asam tanat dengan ion logam Cu(II) mencapai kondisi maksimum yaitu pada panjang gelombang 473,5 nm dengan absorbansi 0,939 pada pH 11.
4. Optimasi pengukuran ion logam Cu(II) diperoleh pH optimum 11, perbandingan stoikiometri dengan variasi konsentrasi ion logam Cu(II) : Asam Tanat yaitu 1:4 , perbandingan stoikiometri variasi volume ion logam Cu(II) : Asam Tanat yaitu 1:1 yang diukur pada panjang gelombang 473,5 nm dengan waktu kestabilan pada menit ke-30.
5. Pada uji linearitas diperoleh nilai r sebesar 0,9997, pada uji presisi nilai SD yang diperoleh 0,0124 dan nilai RSD yang diperoleh sebesar 1,4277. Batas deteksi (LoD) yang diperoleh sebesar 0,2953 dan batas kuantitasi (LoQ) yang

diperoleh sebesar 0,9845 serta nilai persen *recovery* yang dihasilkan pada analisa ion logam Cu(II) sebesar 94,54%.

## **B. SARAN**

Penulis menyarankan agar dalam penelitian selanjutnya untuk menambahkan variasi lainnya seperti penambahan ion logam pengganggu.

## DAFTAR PUSTAKA

- Agustina, Laelatri., Suhartana dan Sriatun. 2013. *Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Cu(II)-8-Hidroksikuinolin dan Co(II)-8-Hidroksikuinolin*. Jurnal Penelitian Universitas Diponegoro. Semarang.
- Ali, M. F. 2005. *Handbook of Industrial Chemistry Organic Chemicals*. The McGraw-Hill Companies, Inc. Sydney.
- Andarani, P dan R. Dwina. 2009. *Profil Pencemaran Logam Berat (Cu, Cr, dan Zn) pada Air Permukaan dan Sedimen di Sekitaran Industri Tekstil PT X Sungai Cikijing*. Skripsi Institut Teknologi Bandung. Bandung.
- Andriani, Mertiana. 2011. *Skripsi : Studi Analisis Spesiasi Ion Logam Cr(III) Dan Cr(IV) Dengan Asam Tanat Dari Ekstrak Gambir Menggunakan Spektrofotometri Ultraungu-Tampak*. Universitas Lampung. Bandar Lampung.
- AOAC. 2002. *Guidelines for Single Laboratory Validation of Chemical Methods for Dietary Supplements and Botanical*. AOAC International. Gaithersburg.
- Christian, G.D. 1986. *Analytical Chemistry: Fourth Edition*. John Wiley and Sons Inc. University of Washington.
- Cheng, K. L., Ueno, K dan T. Imamura. 1982. *Handbook of Organic Analytical Reagents*. CRC Press, Boca Raton. Florida.
- Cotton, F. A dan G. Wilkinson. 1984. *Kimia Anorganik Dasar*. UI Press. Jakarta.
- Darmayanti, Rahman, N dan Supriadi. 2012. *Adsorpsi timbal (Pb) dan zink (Zn) dari larutannya menggunakan arang hayati (biocharcoal) kulit pisang kapok berdasarkan variasi pH*. Jurnal Akademika Kimia, I (4) : 159-165.
- Day, R. A., dan A. L. Underwood. 2002. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Erlangga. Jakarta.
- Denny. 2007. *Pemanfaatan Tannin Sebagai Perekat*. Jurnal Penelitian Fakultas Teknologi Pertanian. Bogor.
- Dharma, A.P. 1987. *Indonesian Medicinal Plants*. Balai Pustaka. Jakarta.

- Dirjen POM. 1985. *Farmakope Indonesia*. Departemen Kesehatan Republik Indonesia. Jakarta.
- Dirjen POM. 1995. *Farmakope Indonesia Edisi IV*. Departemen Kesehatan Republik Indonesia. Jakarta.
- Dudka, S dan D. C. Adriano. 1997. *J. Environ. Qual.*
- Endermoglu, S. B., dan S. Gucer. 2005. Selective Determination of Aluminium Boud with Tannin in Tea Infusion. *Analytical Science*. 21(8): 1005-1008.
- Fifield, F. W dan D. Kealey. 2000. *Principles and Practice of Analytical Chemistry*. Champman & Hall. England.
- Fu, J., Y. Zhang., and X. Lu. 2015. A Greener Process for Gallic Acid Production from Tannic Acid Hydrolysis with Hydrochloric Acid. *Asian Journal of Chemistry*. 27(9): 3328-3332.
- Gandjar, Ibnu Gholib dan Abdul Rohman. 2009. *Kimia Farmasi Analisis*. Pustaka Pelajar. Yogyakarta.
- Goh, T.B., and P.M. Huang. 1986. Influence of Citric and Tnnic Acids on Hydroxy-Al Interlayering in Montmorillonite. *Clays and Clay Minerals*. 34(1): 37-44.
- Gumbira-Sa'id, E., K. Syamsu, E. Mardliyati, A. Herryandie, N. A. Evalia, D. L. Rahayu, A. A. A. R. Puspitarini, A. Ahyarudin, A. Hadiwijoyo. 2009. *Agroindustri dan Bisnis Gambir Indonesia*. IPB Press. Bogor.
- Hadad, M. A., N. R. Ahmad, M. Herman, H. Supriadi dan A. M. Hasibuan. 2007. Teknologi Budidaya dan Pengolahan Hasil Gambir. [http://balitri.litbag.go.id/database/Teknologi%20Budidaya%20Dan%20Pengolahan %Hasil %20Ggambir.pdf](http://balitri.litbag.go.id/database/Teknologi%20Budidaya%20Dan%20Pengolahan%20Hasil%20Ggambir.pdf). Diakses pada tanggal 06 Juni 2017 pukul 22.00 WIB.
- Harjadi, W. 1985. *Ilmu Kimia Analitik Dasar*. PT Gramedia. Jakarta.
- Harmita. 2006. *Analisa Fisikokimia*. UI Press. Jakarta.
- Harvey, David. 1956. *Modern Analytical Chemistry*. McGraw-Hill. Amerika Utara.
- Hayani, Eni. 2003. *Analisis Kadar Catechin Dari Gambir Dengan Berbagai Metode*. Balai Teknik Pertanian. Bogor. 8 (1).
- Horvart. 1981. *Tannins: Definition*. Animal Science Webmaster. Cornert University.

- Housecroft, E. C dan Sharpe, A. D. 2005. *Inorganic Chemistry, 2<sup>nd</sup> edition*. Pearson Education Limited.
- Jahninra, R., Anita, S dan Itnawita. 2016. *Analisis Tembaga (Cu), Besi (Fe) dan Karbon (C) Pada Sedimen Kolam Instalasi Pengolahan Air Limbah (IPAL) TPA Muara Fajar Pekanbaru*. Fakultas matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Jurusan Kimia Universitas Binawidya. Pekanbaru.
- Khopkar, S. M. 1990. *Konsep Dasar Kimia Analitik Edisi Kedua*. UI Pres. Jakarta.
- Khopkar, S. M. 2003. *Konep Dasar Kimia Analitik*. UI Pres. Jakarta.
- Lee, J. D. 1994. *Concise Inorganic Chemistry Fourth Edition*. Chapman and Hall. London.
- Masoud, M.S., S.S. Hagagg., A.I. Ali., and N.M. Nasr. 2012. Syintesis and Spectroscopic Characteriization of Gallic Acid and Some of its Azo Complexes. *Journal of Molekular Structure*. 1014: 17-25.
- Mulja, H dan S. Suharman. 1995. *Analisis Instrumental*. Airlangga University Press. Surabaya.
- Nazir, N. 2000. *Gambir, Budidaya, Pengolahan Hasil dan Prospek Diversifikasinya*. Yayasan Hutanku. Padang.
- Notodarmojo, S. 2005. *Pencemaran Media dan Air Media*. ITB. Bandung.
- Palar, H. 1994. *Pencemaran dan Teknologi Logam Berat*. Rineka Cipta. Jakarta.
- Parker, S. 1993. *Enciclopedia of Chemistry, 2<sup>nd</sup> ed*. Mc Graw Hill Book Co. New York.
- Paul, Dewick, M., dan Medical Natural Product. 1977. *A Biosynthetic*. John Willey & Sons. New York.
- Prakash, S. 2001. *Antioxidant Activity*. Medallion Laboratories Analitical Progress. Volume 9. Number 2.
- Risnasari, Iwan. 2002. *Tanin*. Universitas Sumatera Utara. Medan.
- Satrohamidjojo, H. 1999. *Spektroskopi*. Liberty. Yogyakarta.
- Sudjadi. 1983. *Kimia Farmasi Analisis*. Pustaka Pelajar. Yogyakarta.



Supriyanto, R. 2011. *Studi Analisis Spesiasi Ion Logam Cr(III) dan Cr(IV) dengan Asam Tanat dari Ekstrak Gambir Menggunakan Spektrometri UV-Vis*. Jurnal Sains MIPA. 17 (1) : 35-42.

Vogel. 1985. *Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semi Mikro*. PT Kalman Media Pustaka. Jakarta.