

**Analisis Sistem Alir Menggunakan Dua Detektor untuk Mendeteksi Besi(II) ( $Fe^{2+}$ ) dan Nitrat ( $NO_3^-$ ) Secara Simultan**  
*(Flow Analysis System Using Two Detectors to Detect Iron(II) ( $Fe^{2+}$ ) and Nitrat ( $NO_3^-$ ) Simultaneously)*

Lusi Ike Nurjanah, Tri Mulyono, Asnawati  
Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Jember (UNEJ)  
Jln. Kalimantan 37, Jember 68121  
E-mail: lusiikenurjanah@yahoo.co.id

### Abstrak

Artikel ini melaporkan tentang analisis besi(II) dan nitrat secara simultan dengan Flow Injection Analysis (FIA). Metode ini menggunakan dua detektor yang dihubungkan dengan satu komputer. *Flow Injection Analysis* dirangkai dengan menghubungkan *Three-Way Solenoid Valve*, pompa peristaltik, detektor spektrofotometri dan potensiometri serta komputer. Sinyal FIA spektrofotometri didasarkan pada reaksi pembentukan senyawa kompleks antara besi(II) dengan reagen 1.10-fenantrolin. Sinyal FIA potensiometri didasarkan pada keberadaan nitrat yang diperkuat dengan larutan ISA 2M ( $(NH_4)_2SO_4$ ). Salah satu parameter yang mempengaruhi metode ini yaitu volume reagen. Kinerja sistem injeksi alir didasarkan pada linieritas, limit deteksi, sensitivitas, keterulangan dan uji recovery. Hasil penelitian menunjukkan bahwa volume reagen yang optimum pada penentuan besi(II) dan nitrat yaitu 0,20 mL. Persamaan kurva kalibrasi yang diperoleh dari analisis besi(II) yaitu menunjukkan nilai linieritas sebesar 0.997, sensitivitas sebesar 0.123, limit deteksi sebesar 0.016 ppm dan nilai ketelitian terendah 99.20% serta uji recovery sebesar 98.00%. Persamaan kurva kalibrasi yang diperoleh dari analisis nitrat yaitu menunjukkan nilai linieritas sebesar 0.999, sensitivitas sebesar -96.77 mV per dekade, limit deteksi sebesar 0.36 ppm dan nilai ketelitian terendah sebesar 98.22% serta uji recovery sebesar 96.00%.

**Kata Kunci:** Besi(II), nitrat, penentuan simultan, FIA, spektrofotometri, potensiometri.

### Abstract

*This article reports on the simultaneous analysis of iron (II) and nitrate with Flow Injection Analysis (FIA). This method used two detectors that are connected with a single computer. Flow Injection Analysis was assembled by connecting the three-way solenoid valve, peristaltic pumps, detector spectrophotometry and potentiometry with computer. Spectrophotometry FIA signal is based on a complex compound forming reaction of iron (II) and an 1.10-phenanthroline reagent. Potentiometry FIA signal is based on the presence of nitrate which is reinforced with a solution of ISA ( $(NH_4)_2SO_4$ ) 2 M. One of the parameters that affect this method is the volume of reagents. The flow injection system performance was based on linearity, limit of detection, sensitivity, repeatability and recovery test. The results showed that the optimum volume of reagents in the determination of iron (II) and nitrate is 0.20 mL. The equation of calibration curve from the analysis of iron (II) indicates the value of the linearity of 0.997, a sensitivity of 0.123, the detection limit of 0.016 ppm and of the lowest precision values of 99.20% and %recovery of 98.00%. The equation of that from the analysis of nitrate gives the value of the linearity of 0.999, a sensitivity of -96.77 mV per decade, the detection limit of 0.36 ppm and of the lowest precision values of 98.22% and %recovery of 96.00%.*

**Keywords:** Iron(II), nitrate, simultaneous determination, FIA, spectrophotometry, potentiometric.

## PENDAHULUAN

Air merupakan senyawa yang sangat penting bagi makhluk hidup di muka bumi ini. Penggunaan air yang utama bagi kehidupan yaitu digunakan sebagai air minum. Berdasarkan kebutuhan air tersebut, komponen yang terkandung di dalamnya juga akan berperan penting bagi kesehatan makhluk hidup yang mengkonsumsinya. Besi(II) dan nitrat merupakan komponen yang terdapat di dalam air. Keberadaan besi(II) dan nitrat tidak berbahaya selama tidak melebihi ambang batas. Kadar besi(II) yang berlebihan dapat menyebabkan bau, rasa tidak enak, warna dan kekeruhan yang tinggi serta keracunan. Kadar nitrat yang melebihi ambang batas pada air minum sangat berbahaya bila dikonsumsi karena dapat menyebabkan kanker dan

penyakit *methemoglobinemia* pada bayi [1]. Besi(II) yang terdapat di dalam air sebaiknya memiliki kadar sebanyak 0.3 mg/L, sedangkan kadar nitrat pada air sebesar 50 mg/L [2]. Oleh karena itu, diperlukan suatu metode analisa untuk menentukan kadar besi(II) dan nitrat pada air.

Salah satu teknik analisa yang dapat digunakan untuk menentukan kadar besi(II) dan nitrat yaitu *Flow Injection Analysis* (FIA). FIA adalah suatu metode analisis kimia dengan cara menyuntikkan sejumlah volume sampel ke dalam suatu aliran *carrier* yang kemudian membawanya ke suatu detektor yang tanggap terhadap analit. Metode FIA telah banyak digunakan oleh peneliti untuk mengukur logam, ion, senyawa organik dan senyawa anorganik. Penelitian sinyal tersebut hanya digunakan untuk mendeteksi satu analit dalam satu waktu, sehingga kurang

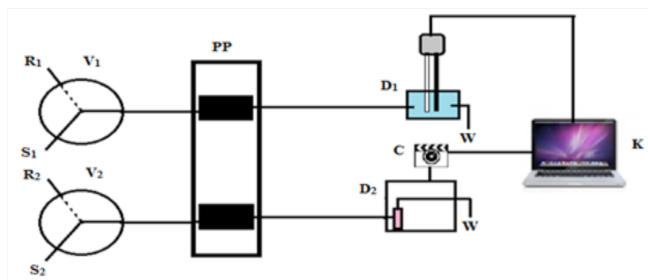
efisien maka perlu dikembangkan metode yang lebih efisien yaitu metode pengukuran FIA dengan dua detektor. Metode pengukuran FIA dengan dua detektor telah dilakukan untuk mengukur fosfat dalam larutan nutrisi hidroponik [3] dan juga dikembangkan untuk penentuan tiol dan asam askorbat dalam campuran [4]. Metode ini memiliki keunggulan yaitu dalam waktu yang bersamaan dapat mendeteksi analit lebih dari satu.

Berdasarkan penelitian dua detektor tersebut di atas, penentuan besi(II) dan nitrat secara simultan dengan metode FIA dikembangkan. Kadar besi(II) ditentukan oleh detektor spektrofotometri visibel, sedangkan kadar nitrat ditentukan oleh detektor potensiometri. Kedua detektor tersebut dihubungkan pada satu komputer. Metode ini telah diuji cobakan pada penentuan besi(II) dan nitrat dalam air sumur serta menunjukkan hasil analisis secara cepat dan efisien.

## METODE PENELITIAN

### Peralatan

Desain alat yang dirancang pada penelitian ini secara simultan seperti yang ditampilkan pada gambar 1.



Gambar 1. Desain Instrumen FIA (*Flow Injection Analysis*), R<sub>1</sub>: Larutan ISA (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, R<sub>2</sub>: Larutan 1.10-Fenantrolin, S<sub>1</sub>: Sampel/larutan standar Nitrat, S<sub>2</sub>: Sampel/larutan standar Besi(II), V<sub>1</sub>, V<sub>2</sub>: *Three-Way Solenoid Valve*, PP : Pompa.

Rangkaian alat tersebut terdiri dari beberapa komponen yaitu dua *Three-Way Solenoid Valve* (Bio-Chem), pompa peristaltik (Tecator), detektor spektrofotometri dan detektor potensiometri serta komputer. Pompa peristaltik untuk menggerakkan cairan dengan laju alir sebesar 0.89 mL/min, sehingga sampel mengalir melalui S<sub>1</sub> dan S<sub>2</sub> pada Gambar 1, reagen 1.10-fenantrolin dan larutan ISA di *input* dengan menggantikan jalannya sampel dan mengalir melalui R<sub>1</sub> dan R<sub>2</sub>. Sampel dan reagen masuk melalui *Three-Way Solenoid Valve* yang kemudian cairan mengalir melalui pipa silikon yang berdiameter 0.8 mm dengan panjang koil 1.5 m dan dilanjutkan menuju ke detektor. Nilai absorbansi yang diperoleh pada spektrofotometer visibel dengan rentang panjang gelombang 400-800 nm akan di rekam oleh *web camera* dan dicatat menggunakan *Software LabVIEW 2012* pada komputer. Potensiometer dengan elektroda selektif ion nitrat (ELIT 2233) dan *lithium acetate* (ELIT 003) yang dihubungkan dengan menggunakan konektor elektroda ganda (ELIT 201) untuk mengubah data *analog* menjadi data *digital* sebagai *output* data yang juga diolah menggunakan komputer (*Software LabVIEW 2012*).

### Bahan

Larutan buffer asetat pH 4 dibuat dari 36 mL larutan CH<sub>3</sub>COONa 0.1 M dan 164 mL larutan CH<sub>3</sub>COOH 0.1 M. Diukur dengan menggunakan pH meter yang sudah dikalibrasi untuk memastikan pHnya. Larutan Hidroksilamin hidroklorida 10% (Merck) dibuat dengan cara melarutkan 50 g NH<sub>2</sub>OH.HCl (Merck) yang dilarutkan dalam aquades 500 mL. Larutan induk besi(II) 200 ppm dibuat dari 0.7 g Fe(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O (Merk) yang dilarutkan dengan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>(p.a) sebanyak 10 mL diencerkan ke dalam 50 mL aquades) dan diencerkan sampai 500 mL dengan aquades, kemudian diencerkan untuk pembuatan konsentrasi 1; 2; 3; 4 dan 5 ppm dengan menambahkan 1 mL Hidroksilamin hidroklorida dan buffer asetat 5 mL dan diencerkan ke dalam 100 mL aquades. Reagen 1.10-fenantrolin dibuat dari 0.1 g 1.10-fenantrolin monohidrat (RdH) dalam 100 mL aquades. Larutan induk nitrat 1000 ppm dibuat dari NaNO<sub>3</sub> anhidrat sebanyak 1.371 gram, dilarutkan dengan aquademin sampai 1000 mL, kemudian diencerkan untuk pembuatan konsentrasi 0.3; 1; 10; 100 dan 1000 ppm. Larutan ISA dibuat dari 26.4 g (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (Merk) yang dilarutkan dalam 100 mL aquademin.

### Prosedur

Tahap pertama yang dilakukan yaitu menentukan panjang gelombang maksimum yang dilakukan secara manual dengan menggunakan spektrofotometri visibel. Pengukuran panjang gelombang maksimum menggunakan larutan standar besi (II) 5 ppm pada rentang 400-650 nm dengan jarak tiap pengukuran 10 nm. Setelah diperoleh panjang gelombang maksimum maka rentangnya diperkecil menjadi 2 nm pada 10 nm di bawah dan 10 nm di atas panjang gelombang maksimum yang diperoleh.

Optimasi volume reagen dilakukan dengan menggunakan larutan standar besi(II) 5 ppm dan nitrat 10 ppm. Larutan standar ini sebagai larutan yang mengalir, sedangkan reagen 1.10-Fenantrolin diinjeksikan pada larutan standar besi(II) dan larutan ISA (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> diinjeksikan pada larutan standar nitrat. Larutan diukur secara simultan dengan panjang gelombang maksimum besi(II). Volume injeksi divariasikan menjadi 0.10 mL, 0.20 mL, 0.30 mL, 0.40 mL dan 0.50 mL. Kemudian ditentukan volume injeksi yang paling optimum.

Pembuatan kurva kalibrasi menggunakan larutan standar besi(II) 1 ppm dan larutan standar nitrat 0.3 ppm, diinjeksikan reagen 1.10-fenantrolin dan (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dengan volume injeksi yang maksimum. Absorbansi diukur pada panjang gelombang maksimum. Pengukuran yang sama dilakukan pada larutan standar besi(II) 2; 3; 4 dan 5 ppm sedangkan untuk nitrat 1; 10; 100 dan 1000 ppm. Kurva kalibrasi dibuat dengan hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi untuk besi(II) dan hubungan antara beda potensial dengan Log konsentrasi untuk nitrat.

Penentuan besi(II) dan nitrat pada sampel air sumur. Penentuan besi(II) dilakukan dengan cara mengambil sampel sebanyak 100 mL dan disaring, sampel yang sudah disaring dimasukkan ke dalam beaker glass. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat ditambahkan sebanyak 1 mL, lalu di aduk sampai larut.

Hidroksilamin-HCl ditambahkan sebanyak 1 mL dan buffer asetat sebanyak 5 mL ke dalam sampel. Penentuan nitrat dengan cara mengambil sampel sebanyak 100 mL dan disaring. sampel besi(II) dan nitrat siap di ukur dengan  $\lambda$  maksimum dan volume injeksi maksimum. Sampel besi(II) dan nitrat di ukur dengan metode *Flow Injection Analysis* menggunakan detektor spektrofotometri visibel untuk besi(II) dan detektor potensiometri untuk nitrat. Sampel dialirkan, reagen 1.10-fenantrolin untuk besi(II) dan  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  untuk nitrat di *input* dengan menggantikan jalannya sampel. Sampel dan reagen akan bertemu dan terjadi pencampuran di dalam koil yang kemudian akan menuju ke detektor.

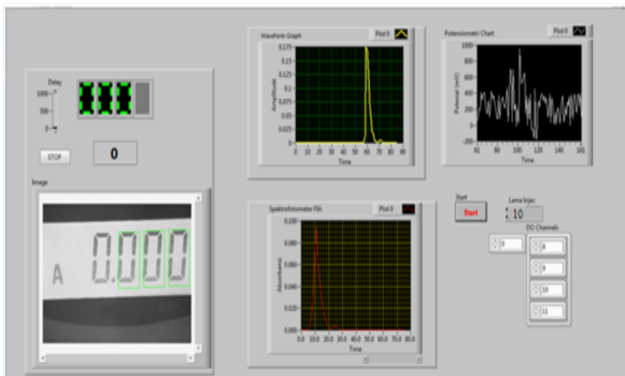
Karakterisasi pengukuran dari metode ini dengan menentukan daerah linier, limit deteksi, sensitivitas, keterulangan dan uji *recovery*.

## HASIL PENELITIAN

### Desain Instrumen Pengukuran Simultan

Desain alat analisis besi(II) dan nitrat secara simultan dengan analisis sistem alir menggunakan dua detektor yaitu spektrofotometri dan potensiometri ditunjukkan pada Gambar 1.

Nilai absorbansi dan beda potensial yang diperoleh diolah menggunakan *software* LabVIEW yang didesain secara *parallel* sehingga mampu membaca instruksi dalam waktu yang bersamaan. Desain pada jendela *front panel* ditunjukkan pada Gambar 2.

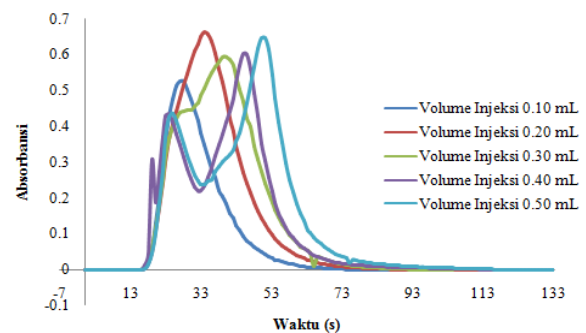


Gambar 2. Tampilan *Front Panel* secara simultan

Gambar 2 menunjukkan 2 tempat pembacaan sinyal yaitu sinyal absorbansi dan beda potensial. Jendela *front panel* tersebut dapat membaca sinyal karena di dalamnya terdapat kontrol (*input*) dan indikator (*output*) sebagai masukan dan keluaran instrumen. Kontrol dan indikator tersebut merupakan instrumen yang menampilkan data dari *block diagram*. *Block diagram* adalah jendela tempat menuliskan perintah dan fungsi yang berupa kode seperti simbol-simbol dan garis untuk menunjukkan aliran data.

### Volume Reagen yang Diinjeksikan

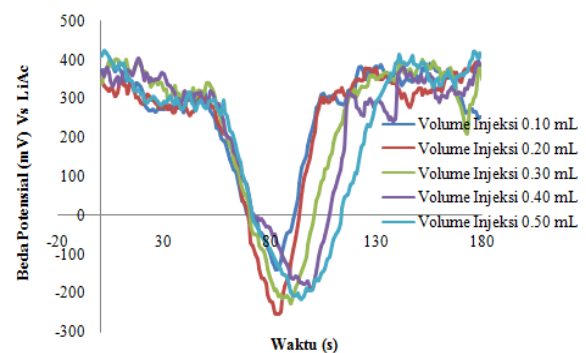
Hasil yang diperoleh dari variasi volume 1.10-fenantrolin dengan metode spektrofotometri dapat ditunjukkan pada Gambar 3.



Gambar 3. Kurva penentuan volume 1.10-Fenantrolin yang diinjeksikan dengan metode Spektrofotometri pada laju alir = 0.89 mL/min

Berdasarkan Gambar 3 diketahui bahwa variasi volume 1.10-Fenantrolin berpengaruh terhadap sinyal yang diperoleh. Variasi volume 1.10-Fenantrolin memberikan nilai absorbansi puncak yang naik dari volume 0.10 mL sampai 0.20 mL dan mengalami penurunan setelah volume 0.20 mL. Penyebab nilai absorbansi yang menurun yaitu karena kompleks besi(II) yang terbentuk mengalami proses dispersi, dan juga menyebabkan molekul analit dipertahankan terlalu lama dalam koil sehingga menyebabkan pendakian puncak lebih lambat sehingga nilai absorbansi kecil dan terjadi pelebaran puncak. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa variasi volume 1.10-Fenantrolin yang maksimum yaitu terdapat pada volume 0.20 mL dengan nilai absorbansi puncak tertinggi yaitu 0.662 dan tidak terjadi pelebaran puncak.

Penentuan variasi volume larutan ISA  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  dengan metode potensiometri diperoleh data hasil penelitian yang ditunjukkan pada Gambar 4.



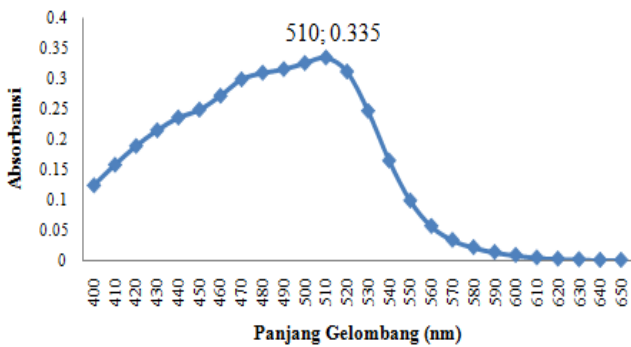
Gambar 4. Kurva penentuan volume larutan ISA  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  yang diinjeksikan dengan metode potensiometri pada laju alir = 0.89 mL/min

Berdasarkan Gambar 4 diketahui bahwa variasi volume larutan ISA  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  berpengaruh terhadap nilai beda potensial. Larutan ISA  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  yang digunakan berfungsi untuk menguatkan ion yang terdapat di dalam larutan. Gambar 4 tersebut menunjukkan bahwa volume larutan ISA  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  0.10 mL sampai 0.20 mL

mengalami penurunan nilai puncak dan nilai puncak mengalami kenaikan ketika volume larutan ISA ((NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) 0.30 mL sampai 0.50 mL. Penyebab dari nilai beda potensial yang semakin menurun dan melebar yaitu karena volume larutan ISA yang ditambahkan terlalu banyak atau terlalu sedikit yang menyebabkan elektroda kerja dan elektroda pembanding tidak dapat membaca respon nitrat dengan optimal. Hasil pada Gambar 4 menunjukkan volume larutan ISA ((NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) yang optimal yaitu 0.20 mL dengan nilai puncak sebesar -254.842 mV. Volume larutan ISA ((NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) tersebut menghasilkan nilai puncak terendah yang dianggap sebagai respon optimum sehingga dapat meningkatkan kekuatan ion pada tingkat yang optimum dan tidak mengalami pelebaran puncak. Elektroda kerja dan elektroda pembanding dapat merespon nitrat dengan baik pada jumlah volume tersebut.

**Kurva Kalibrasi Besi(II) dengan Detektor Spektrofotometri**

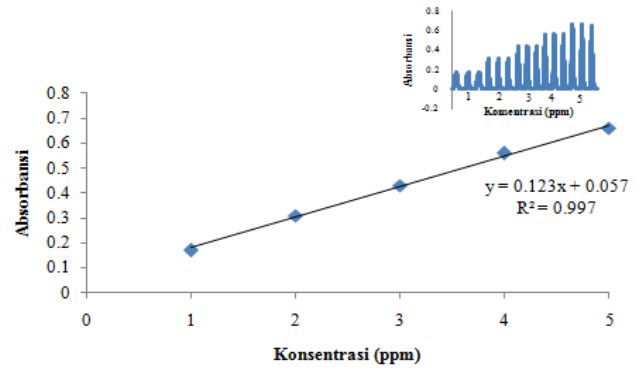
Hasil yang diperoleh dari penentuan panjang gelombang maksimum ( $\lambda_{max}$ ) yang menggunakan larutan standar besi(II) dengan konsentrasi 5 ppm dengan rentang 10 nm pada panjang gelombang 400-650 yaitu diperoleh puncak tertinggi 510 nm yang ditunjukkan pada Gambar 5.



Gambar 5. Profil serapan panjang gelombang maksimum senyawa kompleks [Fe(phen)<sub>3</sub>]<sup>2+</sup> pada panjang gelombang 400-650 nm

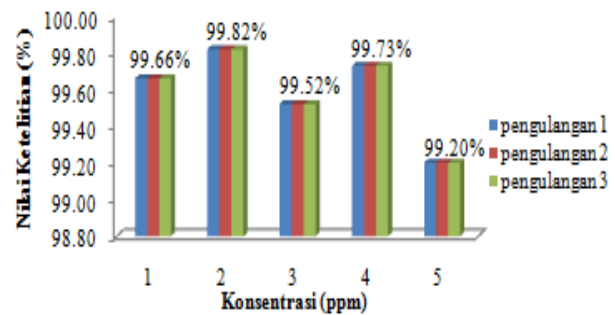
Puncak tertinggi pada Gambar 5 diperkecil rentangnya menjadi 2 nm antara panjang gelombang 500-520 nm. Panjang gelombang tersebut diperoleh puncak tertinggi 510 nm dengan nilai absorbansi 0.335. Berdasarkan scanning diperoleh panjang gelombang maksimum 510 nm dengan absorbansi 0.335, maka panjang gelombang maksimum yang diperoleh tersebut yang selanjutnya akan digunakan untuk mencari absorbansi dari deret larutan standar dan sampel.

Kurva kalibrasi untuk Fe(II) yang diperoleh menunjukkan nilai absorbansi dan konsentrasi berbanding lurus yaitu semakin besar konsentrasi besi, maka semakin tinggi puncak dari kurva tersebut. Hasil tersebut sesuai dengan hukum Lambert-Beer,  $A = \epsilon bc$ . Kurva kalibrasi antara konsentrasi terhadap absorbansi ditunjukkan pada Gambar 6.



Gambar 6. Kurva larutan standar Fe(II) dengan metode Flow Injection Analysis pada  $\lambda=510$  nm dengan volume 1.10-Fenantrolin maksimum = 0.20 mL dan laju alir = 0.89 mL/min

Berdasarkan kurva kalibrasi pada Gambar 6 tersebut dapat diperoleh nilai linieritas sensitivitas, limit deteksi dan keterulangan. Nilai korelasi (r) yang diperoleh sebesar 0.997, artinya  $\pm 99.7\%$  perubahan absorbansi dipengaruhi konsentrasi sedangkan  $\pm 0.3\%$  dipengaruhi oleh faktor lain. Hasil tersebut menunjukkan nilai korelasi (r) yang linier. Nilai sensitivitas ditentukan oleh besarnya nilai slope yaitu sebesar 0.123. Limit deteksi yang diperoleh pada pengukuran besi(II) dengan metode analisis sistem alir yaitu 0.016 ppm. Apabila konsentrasi analit lebih rendah dari batas tersebut, maka spektrofotometer visibel tidak dapat menghasilkan respon yang signifikan. Keterulangan pada Gambar 6 dapat diperoleh nilai ketelitian yang ditunjukkan pada Gambar 7.

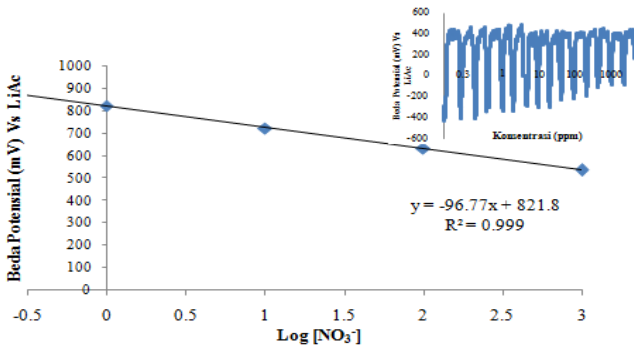


Gambar 7. Nilai ketelitian Besi(II) pada masing-masing konsentrasi

Hasil penelitian pada Gambar 7 menunjukkan bahwa nilai absorbansi yang dihasilkan bersifat reproduisibel terhadap variasi konsentrasi besi(II), karena nilai ketelitian dari tiga kali pengulangan memberikan nilai terendah 99.20% pada konsentrasi 5 ppm. Berdasarkan nilai ketelitian tersebut menunjukkan bahwa alat yang digunakan cukup baik karena memberikan nilai ketelitian  $\geq 98\%$  yang berarti memiliki nilai  $K_v < 2\%$  dari setiap pengulangan. Hasil tersebut menunjukkan perbedaan yang diperoleh dari setiap pengukuran cukup kecil, sehingga hasil tersebut sesuai dengan literatur bahwa nilai  $K_v \leq 2\%$  [5].

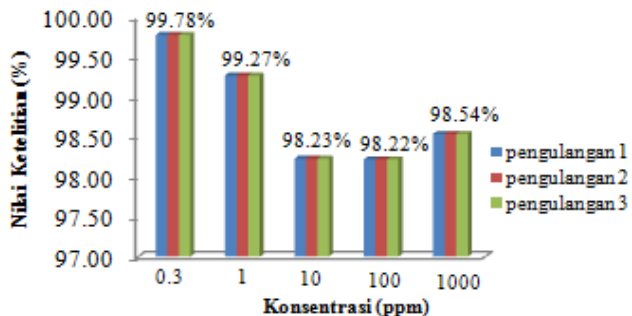
**Kurva Kalibrasi Nitrat dengan Detektor Potensiometri**

Kurva kalibrasi untuk nitrat (NO<sub>3</sub><sup>-</sup>) yang diperoleh menunjukkan hubungan antara log [NO<sub>3</sub><sup>-</sup>] terhadap nilai beda potensial ditunjukkan pada Gambar 8.



Gambar 8. Kurva kalibrasi larutan standar nitrat dengan metode *Flow Injection Analysis* dengan volume (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> maksimum = 0.20 mL

Berdasarkan Gambar 8 diketahui hubungan antara log konsentrasi dengan beda potensial menghasilkan garis yang mengalami penurunan. Berdasarkan persamaan tersebut, penyebab beda potensial pada pengukuran nitrat mengalami penurunan seiring dengan meningkatnya konsentrasi yaitu dikarenakan nilai z<sub>i</sub> pada persamaan Nernst. Dimana nilai z<sub>i</sub> (muatan analit) pada nitrat bernilai -1 sehingga akan memberikan nilai *slope* (-) pada persamaan kurva kalibrasi. Berdasarkan kurva kalibrasi tersebut dapat diperoleh nilai linieritas, sensitivitas, limit deteksi dan keterulangan. Nilai korelasi (r) sebesar 0.999, artinya ±99.9% perubahan potensial dipengaruhi oleh konsentrasi sedangkan ±0.1% dipengaruhi oleh faktor lain. Hal ini menunjukkan bahwa nilai korelasi yang diperoleh mendekati 1 sehingga hubungan antar kedua peubah linier. Nilai sensitivitas ditentukan oleh besarnya nilai *slope* yaitu sebesar -96.77 mV per dekade konsentrasi. Limit deteksi diperoleh pada pengukuran nitrat dengan metode analisis sistem alir yaitu 0.36 ppm. Apabila konsentrasi analit lebih rendah dari batas tersebut maka elektroda tidak dapat menghasilkan respon yang signifikan. Keterulangan pada Gambar 8 dapat diperoleh nilai ketelitian yang ditunjukkan pada Gambar 9.



Gambar 9. Nilai kebenaran pada masing-masing konsentrasi

Gambar 9 menunjukkan bahwa nilai beda potensial yang dihasilkan juga bersifat reproduibel terhadap variasi konsentrasi nitrat, karena nilai ketelitian terendah yang diperoleh yaitu 98.22% pada konsentrasi 100 ppm. Berdasarkan nilai ketelitian tersebut menunjukkan bahwa alat yang digunakan cukup baik karena memberikan nilai ketelitian ≥ 98% yang berarti memiliki nilai K<sub>v</sub> < 2% dari setiap pengulangan. Hasil tersebut menunjukkan perbedaan yang diperoleh dari setiap pengukuran cukup kecil, sehingga hasil tersebut sesuai dengan literatur bahwa nilai K<sub>v</sub> ≤ 2% [5].

**Uji Recovery**

Penentuan suatu zat dengan menggunakan suatu metode tertentu selalu terbuka kemungkinan adanya pengganggu komponen dalam suatu campuran, sehingga kadar analit sebenarnya dalam sampel tidak dapat diketahui secara pasti. %*recovery* adalah salah satu validasi yang dilakukan dalam metode ini dengan tujuan untuk melihat kemampuan kadar analit sebenarnya dan ketepatan suatu metode untuk campuran. Persen *recovery* yang dapat diterima yaitu sekitar 80%-120% [6]. Uji *Recovery* sampel besi(II) dan nitrat di *spike* dengan larutan standar besi(II) dan nitrat dengan perbandingan 1:1 sebagai konsentrasi total sampel. Hasil dari suatu penelitian besi(II) dan nitrat (NO<sub>3</sub><sup>-</sup>) dapat ditunjukkan pada Tabel 3.

Tabel 3. Hasil pengukuran Besi(II) dan Nitrat (NO<sub>3</sub><sup>-</sup>) dalam sampel air sumur

Komponen	[S]	L. Standar	S + L. Standar	Recovery (%)
Besi(II)	1.06 ppm	1 ppm	1.02 ppm	98.00
Nitrat	16.12 ppm	10.72 ppm	13.18 ppm	96.00

Hasil dari Tabel 3 menunjukkan data konsentrasi yang digunakan untuk mencari %*recovery*. Nilai *recovery* yang diperoleh untuk penentuan besi(II) dengan analisa sistem alir menggunakan metode spektrofotometri yaitu sebesar 98.00%. Nilai *recovery* untuk penentuan nitrat (NO<sub>3</sub><sup>-</sup>) dengan analisa sistem alir menggunakan metode potensiometri juga diperoleh sebesar 96.00%. Uji *recovery* ini juga dilakukan untuk mengetahui kemampuan desain alat yang digunakan dalam mendeteksi keberadaan besi(II) dan nitrat. Berdasarkan hasil yang diperoleh %*recovery* menggunakan metode analisis sistem alir untuk spektrofotometri dan potensiometri dapat diterima karena nilai %*recovery* tersebut > 80%.

**KESIMPULAN**

Kesimpulan yang didapat dari penelitian ini antara lain: variasi volume reagen yang diinjeksikan berpengaruh terhadap nilai absorbansi dan nilai beda potensial serta puncak yang dihasilkan. Volume reagen yang baik untuk besi(II) dan nitrat yaitu 0.20 mL.

Hasil analisis data penentuan besi(II) diperoleh linieritas dengan persamaan  $y = 0.123x + 0.057$  dengan koefisien korelasi sebesar 0.997, limit deteksi 0.016 ppm, sensitivitas 0.123 dan keterulangan diperoleh nilai ketelitian terendah dari pengukuran yaitu 99.20% dan nilai ketelitian tertinggi 99.82% serta *recovery* yang diperoleh yaitu 98.00%. Hasil analisis data penentuan nitrat diperoleh linieritas dengan persamaan  $y = -96.77x + 821.8$  dengan koefisien korelasi sebesar 0.999, limit deteksi 0.36 ppm, sensitivitas -96.77 mV per dekade dan keterulangan diperoleh nilai ketelitian tertinggi dari pengukuran yaitu 99.78% sedangkan nilai ketelitian terendah yaitu 98.22% serta *recovery* sebesar 96.00%.

Kadar besi(II) yang terdapat dalam air sumur sebesar 1.06 ppm dan kadar nitrat dalam sampel yang sama yaitu 16.12 ppm.

Saran dari penelitian ini yaitu perlu dikembangkan lebih lanjut mengenai optimasi laju alir agar mampu memberikan hasil yang lebih optimal dari suatu pengukuran.

### UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Bapak Tri Mulyono S.Si., M.Si dan Ibu Asnawati S.Si., M.Si yang telah membimbing dalam pelaksanaan penelitian. Terimakasih juga kepada jurusan KIMIA FMIPA Universitas Jember yang telah memberikan izin dan fasilitas atas terlaksananya penelitian ini.

### DAFTAR PUSTAKA

- [1] Manampiring, A. E. 2009. Studi Kandungan Nitrat ( $\text{NO}_3^-$ ) Pada Sumber Air Minum Masyarakat Kelurahan Rurukan Kecamatan Tomohon Timur Kota Tomohon. *Skripsi*. Manado: Departemen Pendidikan Nasional RI Fakultas Kedokteran Universitas Samratulangi.
- [2] Keputusan Menteri Kesehatan Republik Indonesia. Nomor 907/MENKES/SK/VII/2002. Syarat-Syarat dan Pengawasan Kualitas Air Minum. 29 Juli 2002. Jakarta.
- [3] Marco, R. D., dan C. Phan. 2003. Determination of phosphate in hydroponic nutrient solutions using flow injection potentiometry and a cobalt-wire phosphate ion-selective electrode. *Talanta*. 60(1): 1215-1221.
- [4] Martinovic, A., S. C. Stefenovic, dan N. Radic. 2008. Flow injection analysis with two parallel detectors: potentiometric and spectrophotometric determination of thiols and ascorbic in mixture. *J. Chem. Metrl.* 2(1): 1-12.
- [5] Riyanto. 2014. *Validasi dan Verifikasi Metode Uji*. Yogyakarta: CV Budi Utama.
- [6] Harmita. 2004. *Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya*. 1 (3): 117-135.