TSAQOFAH
Jurnal Penelitian Guru Indonesia

p-ISSN: 2810-0395
e-ISSN: 2810-0042

Terindeks : Dimensions, Scilit, Lens, Semantic, Garuda, Google Scholar, Base, etc

https://doi.org/10.58578/tsaqofah.v6i3.9789

VERIFIKASI METODE PENGUJIAN KADAR BESI (FE) DALAM ASAM KLORIDA TEKNIS SESUAI SNI 2557-2015

Verification of the Test Method for Iron (Fe) Content in Technical Hydrochloric Acid in Accordance with SNI 2557-2015

Atiqah Fajriani & Deski Beri
Universitas Negeri Padang
deski.beri@fmipa.unp.ac.id

Article Info:

Submitted:	Revised:	Accepted:	Published:
Mar 12, 2026	Apr 9, 2026	Apr 21, 2026	Apr 26, 2026

Abstract

Analysis of metal content in industrial chemicals has been widely studied, but research that specifically discusses the verification of the UV-Vis spectrophotometric method in determining iron (Fe) content in technical-grade hydrochloric acid according to national standards remains limited. This study aims to verify the feasibility of the UV-Vis spectrophotometric method in analyzing iron (Fe) content based on method validation parameters. This study employed a quantitative approach with a laboratory experimental design. The research sample consisted of technical-grade hydrochloric acid selected through the purposive sampling technique. Data were collected using a UV-Vis spectrophotometer and supporting laboratory equipment and were then analyzed using linear regression through a calibration curve, as well as testing of precision, accuracy, and recovery parameters. The results show that the method used had very good linearity, with an r^2 value of 0.9993, precision that met the criterion of %RSD < 2/3 Horwitz CV, and recovery values in the range of 89–104%, which were in accordance with the acceptance standards. These findings indicate that the UV-Vis spectrophotometric method is valid and feasible for use in analyzing iron content in

Tsaqofah journal is licensed under a Creative Commons Attribution-NonCommercial-ShareAlike 4.0 International License

technical-grade hydrochloric acid according to SNI 2557:2015. This study contributes to the development of spectrophotometry-based chemical analysis methods and broadens understanding of method verification in the context of industrial laboratories. The conclusion of the study emphasizes that method validation parameters play an important role in ensuring the accuracy of analytical results. The practical implication is that industrial laboratories need to consistently implement verification procedures to maintain the quality and reliability of testing results.

Keywords: UV-Vis Spectrophotometry; Iron Content; Method Verification; Technical-Grade Hydrochloric Acid; Analytical Validation.

Abstrak: Analisis kadar logam dalam bahan kimia industri telah banyak dikaji, tetapi kajian yang secara khusus membahas verifikasi metode spektrofotometri UV-Vis dalam penentuan kadar besi (Fe) pada asam klorida teknis sesuai standar nasional masih terbatas. Penelitian ini bertujuan untuk memverifikasi kelayakan metode spektrofotometri UV-Vis dalam analisis kadar besi (Fe) berdasarkan parameter validasi metode. Penelitian ini menggunakan pendekatan kuantitatif dengan desain eksperimen laboratorium. Sampel penelitian berupa asam klorida teknis yang dipilih melalui teknik *purposive sampling*. Data dikumpulkan menggunakan instrumen spektrofotometer UV-Vis dan peralatan laboratorium pendukung, kemudian dianalisis menggunakan regresi linear melalui kurva kalibrasi serta pengujian parameter presisi, akurasi, dan *recovery*. Hasil penelitian menunjukkan bahwa metode yang digunakan memiliki linearitas sangat baik dengan nilai r^2 = 0,9993, presisi yang memenuhi kriteria %RSD < 2/3 CV Horwitz, serta nilai *recovery* pada rentang 89–104% yang sesuai dengan standar keberterimaan. Temuan ini menunjukkan bahwa metode spektrofotometri UV-Vis valid dan layak digunakan untuk analisis kadar besi dalam asam klorida teknis sesuai SNI 2557:2015. Penelitian ini memberikan kontribusi terhadap pengembangan metode analisis kimia berbasis spektrofotometri serta memperluas pemahaman tentang verifikasi metode dalam konteks laboratorium industri. Simpulan penelitian menegaskan bahwa parameter validasi metode berperan penting dalam menjamin keakuratan hasil analisis. Implikasi praktisnya, laboratorium industri perlu menerapkan prosedur verifikasi secara konsisten untuk menjaga mutu dan reliabilitas hasil pengujian.

Kata Kunci: Spektrofotometri UV-Vis; Kadar Besi; Verifikasi Metode; Asam Klorida Teknis; Validasi Analisis.

PENDAHULUAN

Asam klorida teknis merupakan salah satu bahan kimia anorganik yang banyak digunakan dalam kegiatan industri, terutama pada proses pengolahan logam, industri kimia, pengolahan air, dan kegiatan laboratorium. Penggunaan asam klorida teknis dalam skala industri menuntut adanya pengendalian mutu yang baik karena kualitas bahan kimia dapat memengaruhi efektivitas proses produksi dan mutu produk akhir. Salah satu aspek penting dalam pengendalian mutu asam klorida teknis adalah keberadaan logam pengotor, khususnya besi (Fe), yang dapat memengaruhi kestabilan dan kualitas bahan kimia tersebut.

Kandungan besi dalam asam klorida teknis dapat berasal dari bahan baku, peralatan produksi, proses pemanasan, penyimpanan, maupun kontaminasi selama penanganan sampel. Keberadaan besi pada kadar tertentu dapat menyebabkan perubahan warna, meningkatkan risiko korosi, dan mengganggu proses industri yang membutuhkan bahan kimia dengan tingkat kemurnian tertentu. Oleh karena itu, kadar besi dalam asam klorida teknis perlu dianalisis secara tepat agar mutu produk dapat dipastikan sesuai dengan standar yang berlaku. Analisis besi juga menjadi perhatian dalam berbagai kajian kimia analitik karena Fe merupakan logam yang banyak ditemukan dalam berbagai matriks sampel dan memerlukan metode penentuan yang sensitif serta selektif (Nurchi et al., 2021; Cappai et al., 2024).

Pengujian kadar besi dalam asam klorida teknis di Indonesia mengacu pada Standar Nasional Indonesia, yaitu SNI 2557:2015. Standar ini menjadi pedoman dalam menentukan mutu asam klorida teknis, termasuk metode pengujian kadar Fe sebagai salah satu parameter penting. Penerapan metode standar tidak hanya membutuhkan prosedur yang jelas, tetapi juga memerlukan pembuktian bahwa metode tersebut mampu memberikan hasil yang sesuai ketika diterapkan pada kondisi laboratorium tertentu. Setiap laboratorium dapat memiliki perbedaan kondisi instrumen, analis, reagen, lingkungan kerja, dan penanganan sampel, sehingga verifikasi metode menjadi tahap penting sebelum metode digunakan secara rutin.

Metode spektrofotometri UV-Vis merupakan salah satu metode yang banyak digunakan dalam analisis kadar logam karena prosedurnya relatif sederhana, biaya operasionalnya lebih rendah, dan mampu menghasilkan data kuantitatif. Prinsip dasar metode ini adalah pengukuran absorbansi suatu larutan pada panjang gelombang tertentu, kemudian nilai absorbansi tersebut dikaitkan dengan konsentrasi analit berdasarkan hukum Beer-Lambert (Harris, 2020). Metode spektrofotometri juga masih banyak dikembangkan dalam analisis Fe karena dapat memberikan hasil yang sensitif, akurat, dan praktis apabila didukung oleh pembentukan kompleks berwarna yang stabil (Vargas-Muñoz et al., 2021; Suryawanshi et al., 2024; Wang et al., 2025).

Pengujian kadar besi menggunakan spektrofotometri UV-Vis umumnya dilakukan melalui pembentukan kompleks berwarna antara ion besi dan pereaksi pengompleks. Pada penelitian ini, ion Fe(III) direduksi menjadi Fe(II) menggunakan hidroksilamina hidroklorida, kemudian direaksikan dengan 1,10-phenantrolin monohidrat dalam suasana larutan penyangga asetat pada pH 3,5–4,0. Reaksi tersebut menghasilkan kompleks berwarna merah-jingga yang diukur pada panjang gelombang 510 nm. Penggunaan 1,10-phenantrolin dalam

analisis Fe telah banyak digunakan karena mampu membentuk kompleks Fe(II)-phenantrolin yang berwarna dan stabil, sehingga sesuai untuk pengukuran secara spektrofotometri (Sugiarso et al., 2023; Fernandes et al., 2023; Cappai et al., 2024).

Keandalan metode spektrofotometri tidak hanya ditentukan oleh terbentuknya kompleks berwarna, tetapi juga oleh kinerja analitik metode tersebut. Metode yang digunakan dalam pengujian laboratorium harus mampu menunjukkan hubungan yang linear antara konsentrasi dan absorbansi, menghasilkan pengukuran yang konsisten, serta memberikan hasil yang mendekati nilai sebenarnya. Oleh karena itu, parameter seperti linearitas, presisi, akurasi, dan *recovery* menjadi bagian penting dalam proses verifikasi metode. Pedoman validasi analitik terbaru juga menekankan bahwa karakteristik kinerja metode perlu dievaluasi agar hasil pengujian dapat dipercaya dan sesuai dengan tujuan penggunaannya (International Council for Harmonisation [ICH], 2023; Eurachem, 2025).

Linearitas menunjukkan kemampuan metode untuk memberikan respons yang sebanding dengan konsentrasi analit dalam rentang tertentu. Presisi menunjukkan kedekatan hasil pengukuran yang dilakukan secara berulang, sedangkan akurasi menunjukkan kedekatan hasil pengujian dengan nilai sebenarnya. Nilai *recovery* digunakan untuk mengetahui kemampuan metode dalam memperoleh kembali analit yang telah ditambahkan ke dalam sampel. Beberapa penelitian terbaru menunjukkan bahwa metode spektrofotometri UV-Vis untuk analisis Fe dapat dinyatakan layak apabila memenuhi parameter validasi seperti linearitas yang baik, nilai %RSD yang rendah, serta *recovery* yang berada dalam rentang keberterimaan (Agustina & Widhihastuti, 2024; Suryawanshi et al., 2024; Cappai et al., 2024).

Presisi dalam pengujian kadar besi pada asam klorida teknis dapat dinilai melalui nilai *relative standard deviation* (%RSD). Nilai %RSD yang semakin kecil menunjukkan bahwa hasil pengukuran berulang memiliki tingkat keterulangan yang semakin baik. Pada penelitian ini, presisi dievaluasi dengan membandingkan nilai %RSD terhadap 2/3 CV Horwitz. Pendekatan ini digunakan untuk memastikan bahwa variasi hasil pengukuran masih berada dalam batas keberterimaan. Penggunaan parameter presisi dan *recovery* menjadi penting karena keduanya dapat menunjukkan konsistensi metode serta kemampuan metode dalam mengukur kadar analit secara akurat pada matriks sampel yang diuji (Meelapsom et al., 2022; Masawat et al., 2022; ICH, 2023).

Kajian mengenai penentuan kadar besi dengan spektrofotometri UV-Vis telah banyak dilakukan pada berbagai sampel, seperti air, sediaan farmasi, bahan pangan, dan material alam. Akan tetapi, penelitian yang secara khusus membahas verifikasi metode

pengujian kadar besi dalam asam klorida teknis sesuai SNI 2557:2015 masih relatif terbatas. Padahal, asam klorida teknis memiliki karakteristik matriks yang berbeda dari sampel umum lainnya karena bersifat sangat asam dan mudah menguap saat proses pemanasan. Kondisi ini menuntut adanya prosedur preparasi dan pengendalian kondisi analisis yang tepat agar hasil pengujian tidak bias.

Berdasarkan uraian tersebut, penelitian ini dilakukan untuk memverifikasi metode pengujian kadar besi (Fe) dalam asam klorida teknis sesuai SNI 2557:2015 menggunakan spektrofotometri UV-Vis. Verifikasi dilakukan dengan menilai parameter linearitas, presisi, dan *recovery*. Hasil penelitian diharapkan dapat membuktikan bahwa metode yang digunakan mampu menghasilkan data yang akurat, presisi, dan dapat dipertanggungjawabkan. Selain itu, penelitian ini diharapkan dapat memberikan kontribusi praktis bagi laboratorium industri dalam menerapkan metode pengujian kadar Fe secara andal untuk mendukung pengendalian mutu asam klorida teknis.

METODE

Instrumen penelitian meliputi peralatan gelas laboratorium seperti gelas piala, pipet volume, pipet ukur, dan labu ukur, serta alat utama berupa spektrofotometer UV-Vis yang digunakan untuk mengukur absorbansi larutan. Bahan yang digunakan antara lain larutan standar Fe, larutan penyangga ammonium asetat, ammonium hidroksida, hidroksilamina hidroklorida, 1,10-phenantrolin monohidrat, dan asam sulfat. Pengumpulan data dilakukan melalui prosedur eksperimental yang meliputi pembuatan pereaksi, preparasi sampel, pembentukan kompleks berwarna, serta pengukuran absorbansi untuk penyusunan kurva standar dan penentuan kadar Fe dalam sampel. Teknik analisis data dilakukan secara kuantitatif dengan menggunakan kurva kalibrasi untuk menentukan hubungan antara konsentrasi dan absorbansi, kemudian dihitung kadar Fe dalam sampel berdasarkan persamaan regresi linear. Analisis ini mengacu pada prinsip spektrofotometri UV-Vis yang menekankan hubungan antara absorbansi dan konsentrasi sesuai hukum Beer-Lambert (Harris, 2020; Shrivastava & Gupta, 2017).

HASIL

Pada verifikasi pengujian kadar besi (Fe) dalam asam klorida teknis bertujuan untuk memastikan bahwa hasil pengujian yang dilakukan benar dan sesuai dengan cara yang sudah ditentukan. Verifikasi dilakukan berulang kali sebanyak 15 kali, yang mana 10 kali untuk spike

dan 5 kali untuk non spike juga 7 larutan standar Fe dengan konsentrasi yang berbeda. Pengujian dilakukan dengan spektrofotometri UV-VIS dengan panjang gelombang 510 nm. Syarat untuk menggunakan spektrofotometri UV-VIS adalah bersifat stabil dan berwarna. Prinsip pengujian kadar Fe dengan spektrofotometri yaitu Fe (III) direduksi dengan hidroksilamina hidroklorida Fe (II) dengan penambahan o-phenantrolin berlebih, dalam suasana larutan penyangga asetat pH 3,5-4,0 akan terbentuk ikatan komplek yang berwarna merah-jingga. Intensitas warna yang terbentuk diukur dengan spektrofotometri pada panjang gelombang 510 nm.

Pada penentuan kadar besi (Fe) dilakukan 10 kali pengulangan dengan penambahan standar 0,2 ml dari 10 ppm. Pengambilan contoh asam klorida dalam bentuk larutan ditimbang 25 gram sama dengan 21,5 ml. Penambahan H_2SO_4 (1:1) berguna agar HCl tidak menguap pada suhu tinggi ketika pemanasan. Suhu yang digunakan 220 ℃, agar proses pemanasan sampai hampir kering tidak terlalu lama. Proses pemanasan selama ± 4 jam. Penambahan Fe sebanyak 0,2 ml pada setiap gelas kimia dari 10 ppm.

Penambahan air sebelum ditambahkan pereaksi berguna untuk mencegah reaksi yang terlalu cepat dan membantu melarutkan zat terlarut secara merata. Sebagian besar besi dalam sampel berbentuk Fe (III), agar menjadi Fe (II) perlu direduksi dengan menambahkan hidroksilamina hidroklorida. Pada dasarnya, larutan besi tidak berwarna sehingga ketika ditambahkan 1,10 phenantrolin monohydrate akan terbentuk senyawa kompleks berwarna merah jingga. 1, 10 phenantrolin dapat bereaksi jika larutan sudah mengandung Fe (II).

$$\text{Reaksi : } Fe^{3+} + e^{-} \rightarrow Fe^{2+}$$

Ketika mengukur pH didapatkan pH larutan antara 1 dan 2 sedangkan pH diatur antara 3,5 - 4,0. Maka perlu ditetesi dengan NH_4OH (1:1) untuk membasakan larutan hingga mencapai pH 3,5 – 4,0 dilakukan dengan tetes demi tetes agar tidak terlalu basa. Ketika didapatkan terlalu basa atau melebihi pH 4,0 dapat diasamkan kembali dengan NaOH 25%. Penambahan larutan penyangga asetat dilakukan agar pH tetap stabil sampai melakukan pengujian dengan spektrofotometri. Jika larutan memiliki pH yang rendah atau tinggi dapat membuat senyawa kompleks terurai. Pada setiap penambahan pereaksi di aduk menggunakan batang pengaduk agar larutan nya homogen. Begitu pun dengan pengulangan sebanyak 5 kali tanpa menggunakan standar Fe.

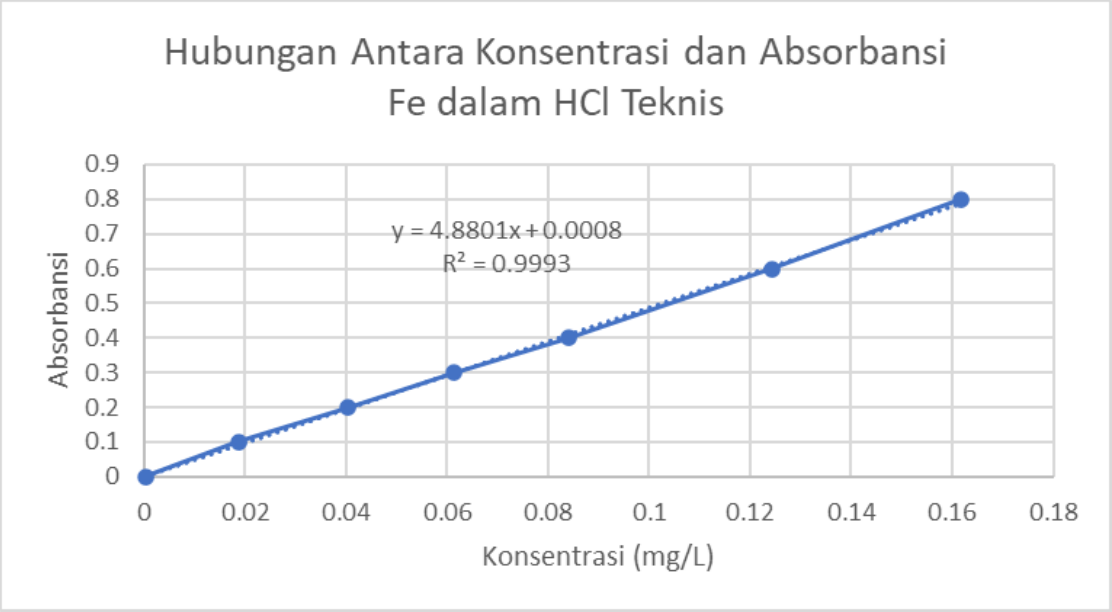
Selanjutnya pembuatan larutan standar Fe, larutan standar adalah larutan yang konsentrasi zat terlarutnya diketahui secara pasti dan akurat. Larutan ini kemudian digunakan sebagai acuan dalam berbagai analisis kimia, seperti pembuatan kurva standar. Dengan

adanya larutan standar berfungsi sebagai titik acuan atau patokan untuk mengukur konsentrasi suatu zat dalam sampel. Pembuatan larutan standar dengan memipet larutan standar Fe dengan konsentrasi yang berbeda-beda dari 10 ppm menjadi 0,1 ppm, 0,2 ppm, 0,3 ppm, 0,4 ppm, 0,6 ppm dan 0,8 ppm (1 ml, 2ml, 3 ml, 4 ml, 6 ml, dan 8 ml). Pada pembuatan larutan standar Fe ini tidak menggunakan contoh dikarenakan kemurnian zatnya sudah sangat terjamin. Pada saat mengukur pH larutan standar ini sudah masuk ke dalam rentang 3,5-4,0 sehingga tidak diperlukan penambahan NH_4OH (1:1). Setelah diukur larutan standar, dapat dilihat bahwa semakin besar konsentrasi larutan standar, semakin besar pula absorbansinya.

Setelah dilakukan pengujian di Laboratorium, berikut ini didapat hasil pengujian :

Tabel 1 Larutan Standar

Larutan Standar	C (mg/L)	Absorbansi
Standar 1	0	0,0003
Standar 2	0,1	0,0187
Standar 3	0,2	0,0403
Standar 4	0,3	0,0612
Standar 5	0,4	0,0840
Standar 6	0,6	0,1243
Standar 7	0,8	0,1618



Gambar 1 Kurva Kalibrasi Larutan Standar Fe

Berdasarkan dari tabel 1 dan gambar 1 menunjukkan bahwa kurva kalibrasi diperoleh persamaan linear yaitu y = 4,8801x + 0,0008 dengan nilai koefisien korelasi regresi linear (r^2)

sebesar 0,9993. Ketelitian pengukuran analisis suatu metode dapat digambarkan melalui linieritas dengan ditandai nilai koefisien relasi $r^2 > 0,995$, sehingga dapat disimpulkan pada kurva kalibrasi larutan standar besi (Fe) sudah memenuhi batas keberterimaan uji linieritas (Badan Standarisasi Nasional, 2009).

Pada pengujian presisi dilakukan sebanyak 10 sampel spike, data yang didapatkan:

Sampel	C (mg/L)	Absorbansi	Berat Contoh (gram)	Kadar Fe (mg)
Blanko	0	0,0003	0	0
Sampel 1	0,3366	0,0688	24,679	1,3639
Sampel 2	0,2247	0,0459	24,654	0,9114
Sampel 3	0,2189	0,0447	25,086	0,8726
Sampel 4	0,2418	0,0494	25,046	0,9654
Sampel 5	0,2204	0,0450	25,079	0.8788
Sampel 6	0,2130	0,0435	25,031	0,8509
Sampel 7	0,2282	0,0466	25,040	0,9113
Sampel 8	0,2120	0,0433	25,077	0,8454
Sampel 9	0,2204	0,0450	24,885	0,8857
Sampel 10	0,2184	0,0446	25,046	0,8720
Rata-Rata				0,9358
SD				0,1544
C				0,0000
%RSD				16,4999
%CVHorwitz				16,1607
2/3%CVHorwitz				10,7738

Hasil 2/3% CV Horwitz kecil dari %RSD maka kadar Fe yang lebih besar pada sampel 1 dapat dihapus atau tidak digunakan agar bisa mendapatkan %RSD kecil dari 2/3% CV Horwitz.

Selanjutnya diolah dengan menggunakan data seperti ini:

Sampel	C (m/L)	Absorbansi	Berat Contoh (gram)	Kadar Fe (mg/kg)
Blanko	0	0,0003	0	0
Sampel 2	0,2247	0,0459	24,654	0,9114
Sampel 3	0,2189	0,0447	25,086	0,8726
Sampel 4	0,2418	0,0494	25,046	0,9654
Sampel 5	0,2204	0,0450	25,079	0.8788
Sampel 6	0,2130	0,0435	25,031	0,8509
Sampel 7	0,2282	0,0466	25,040	0,9113
Sampel 8	0,2120	0,0433	25,077	0,8454
Sampe 9	0,2204	0,0450	24,885	0,8857
Sampel 10	0,2184	0,0446	25,046	0,8720
Rata-Rata				0,8882

Sampel	C (m/L)	Absorbansi	Berat Contoh (gram)	Kadar Fe (mg/kg)
SD				0,0368
C				0,0000
%RSD				4,1481
%CVHorwitz				16,2881
2/3%CVHorwitz				10,8588

Dengan mengolah data diatas didapatkan %RSD lebih kecil dari 2/3%CVHorwitz, yang mana %RSD nya 4,1481 dan 2/3%CVHorwitz nya 10,8588.

Pada pengujian recovery dilakukan pengulangan sebanyak 5 sampel non spike, data yang didapatkan:

Sampel	C (mg/L)	Absorbansi	Berat Contoh (gram)	Kadar Fe (mg/kg)
Sampel 11	0,0870	0,0177	25,145	0,3460
Sampel 12	0,0465	0,0094	25,037	0,1857
Sampel 13	0,0734	0,0149	25,034	0,2932
Sampel 14	0,0338	0,0068	25,080	0,1348
Sampel 15	0,0333	0,0067	25,025	0,1331
Rata-Rata				0,2186

Setelah diolah didapatkan data seperti ini:

Sampel	C (mg/L)	Absorbansi	Berat Contoh (gram)	Kadar Fe (mg/kg)	Spike Teoritis (mg/L)	Spike Teoritis (mg/kg)	Non Spike	% Recovery
Sampel 2	0,2247	0,0459	24,654	0,9114	0,2	0,8112	0,2186	85,409
Sampel 3	0,2189	0,0447	25,086	0,8726	0,2	0,7973	0,2186	82,037
Sampel 4	0,2418	0,0494	25,046	0,9654	0,2	0,7985	0,2186	93,531
Sampel 5	0,2204	0,0450	25, 079	0,8788	0,2	0,7975	0,2186	82,795
Sampel 6	0,2130	0,0435	25,031	0,8509	0,2	0,7990	0,2186	79,147
Sampel 7	0,2282	0,0466	25,040	0,9113	0,2	0,7987	0,2186	86,737
Sampel 8	0,2120	0,0433	25,077	0,8454	0,2	0,7975	0,2186	78,597
Sampel 9	0,2204	0,0450	24,885	0,8857	0,2	0,8037	0,2186	83,007
Sampel 10	0,2184	0,0446	25,046	0,8720	0,2	0,7985	0,2186	81,831

Hasil yang didapatkan tidak sesuai karena:

1. % recovery yang didapatkan hanya 3 yang sesuai dengan syarat % recovey. Selebihnya tidak sesuai, karena % recovery nya rendah, tidak mencapai target yaitu 85-120.
2. Hasil penjumlahan spike teoritis (mg/kg) dengan non spike harus mendekati nilai kadar Fe.

Maka dari 5 data sampel non spike dapat diambil 2 data saja yang kadar Fe nya mendekati yaitu sampel 4 dan sampel 5.

Sampel	C (mg/L)	Absorbansi	Berat Contoh (gram)	Kadar Fe (mg/kg)
Sampel 14	0,0338	0,0068	25,080	0,1348
Sampel 15	0,0333	0,0067	25,025	0,1331
Rata-Rata				0,1339

Selanjutnya diolah menggunakan data tersebut, maka didapatkan:

Sampel	C (mg/L)	Absorbansi	Berat Contoh (gram)	Kadar Fe (mg/kg)	Spike Teoritis (mg/L)	Spike Teoritis (mg/kg)	Non Spike	% Recovery
Sampel 2	0,2247	0,0459	24,654	0,9114	0,2	0,8112	0,1339	95,8420
Sampel 3	0,2189	0,0447	25,086	0,8726	0,2	0,7973	0,1339	92,6528
Sampel 4	0,2418	0,0494	25,046	0,9654	0,2	0,7985	0,1339	104,1295
Sampel 5	0,2204	0,0450	25, 079	0,8788	0,2	0,7975	0,1339	93,4074
Sampel 6	0,2130	0,0435	25,031	0,8509	0,2	0,7990	0,1339	89,7396
Sampel 7	0,2282	0,0466	25,040	0,9113	0,2	0,7987	0,1339	97,3336
Sampel 8	0,2120	0,0433	25,077	0,8454	0,2	0,7975	0,1339	89,2086
Sampel 9	0,2204	0,0450	24,885	0,8857	0,2	0,8037	0,1339	93,5373
Sampel 10	0,2184	0,0446	25,046	0,8720	0,2	0,7985	0,1339	92,4295

Pada data diatas % recovery sesuai dan mencapai target yaitu sekitaran 89-104.

PEMBAHASAN

Dalam pengolahan data, diperlukan rata-rata, standar deviasi, % RSD, %CVHorwitz dan 2/3CVHorwitz. Rata-rata dapat dilakukan dengan menjumlahkan semua nilai pengukuran dan membaginya dengan jumlah nilai pengukuran. Rata-rata yang didapatkan dalam percobaan ini yaitu 0,8882. Menurut Surya (2024), Standar deviasi menunjukkan seberapa jauh nilai pengukuran individual menyimpang dari nilai rata-rata. Dalam presisi, semakin kecil standar deviasi, semakin presisi pengukurannya. Ini berarti hasil pengukuran lebih konsisten dan dapat diandalkan. Standar deviasi yang didapatkan yaitu 0,0368.

%RSD (Persentase Relative Standar Deviation) merupakan ukuran dispersi atau sebaran data. Maksudnya yaitu semakin kecil nilai %RSD, semakin presisi pengukuran yang dilakukan. Secara umum, nilai %RSD yang dapat diterima untuk verifikasi Fe dalam HCl teknis adalah antara 2-5%. Menurut Yulianti (2023), dalam presisi, nilai %RSD yang rendah menunjukkan bahwa pengukuran dilakukan secara presisi, artinya hasil pengukuran berulang pada sampel yang sama memberikan nilai yang sangat dekat. Dalam akurasi, meskipun %RSD yang sangat rendah tidak menjamin akurasi, nilai %RSD yang tinggi mengindikasikan adanya masalah dalam metode analisis yang dapat mempengaruhi akurasi hasil.

Faktor yang mempengaruhi %RSD yaitu kualitas reagen, kalibrasi instrumen, pengukuran dan stabilitas larutan standar. Jika %RSD tinggi dapat diturunkan dengan

menggunakan reagen yang berkualitas tinggi, melakukan pengukuran berulang, gunakan metoda yang berulah dan kontrol suhu. Dalam percobaan ini %RSD yang didapatkan 4,1481% . Nilai ini dianggap sebagai variabilitas yang sedang. Artinya, hasil pengukuran cukup konsisten tetapi masih terdapat beberapa variasi lainnya. Presisi nya jika semakin kecil nilai %RSD, semakin tinggi presisi pengukuran. Dengan nilai 4,1481% presisi ini cukup tergolong baik.

%CVHorwitz atau Horwitz Variation adalah alat yang digunakan untuk mengevaluasi presisi metode analisis Fe dalam HCl. Dengan membandingkan %CVHorwitz, dapat memastikan bahwa hasil analisis memiliki tingkat presisi yang dapat diandalkan. Nilai %CVHorwitz memberikan batas atas yang diharapkan untuk %RSD suatu metode analisis, berdasarkan konsentrasi analit dalam sampel. %RSD adalah ukuran dispersi relatif data yang diperoleh dengan membagi standar deviasi dengan rata-rata dan dikalikan 100%. Nilai %RSD yang lebih rendah menunjukkan presisi yang lebih tinggi.

Ketentuan umum %CVHorwitz yaitu batas atas, yang mana nilai %RSD diperoleh dari hasil analisis tidak boleh melebihi nilai %CVHorwitz yang dihitung berdasarkan persamaan Horwitz. Presisi, semakin rendah nilai %RSD, semakin tinggi presisi metode analisis. Ketergantungan pada konsentrasi, nilai %CVHorwitz bergantung pada konsentrasi analit dalam sampel. Semakin rendah konsentrasi, semakin besar nilai %CVHorwitz yang dapat diterima.

Syarat penerimaannya %CV≤ %CVHorwitz dengan nilai koefisien yang diperoleh harus lebih kecil atau sama dengan nilai %CVHorwitz yang dihitung. Nilai %CVHorwitz yang diterima sangat bergantung pada konsentrasi analit dan matriks sampel. Namun, semakin rendah konsentrasi analit, semakin besar nilai %CVHorwitz yang dapat diterima. %CVHorwitz yang didapatkan yaitu 16.2881.

Penggunaan 2/3%Horwitz dalam verifikasi ini merupakan suatu pendekatan yang umum digunakan untuk memastikan bahwa hasil analisis yang diperoleh memiliki tingkat presisi yang cukup baik. Nilai 2/3%CVHorwitz ini memberikan margin keamanan yang lebih besar dibandingkan jika hanya membandingkan nilai %RSD yang diperoleh dari %CVHorwitz. Dalam penerapannya, dihitung terlebih dahulu nilai %CVHorwitz berdasarkan konsentrasi Fe dalam sampel. Bandingkan nilai %RSD yang diperoleh dari hasil analisis dengan 2/3 dari nilai %CVHorwitz. Jika nilai %RSD yang diperoleh lebih kecil atau sama dengan batas yang ditentukan, maka hasil analisis sudah memenuhi kriteria. Dengan membatasi %RSD pada 2/3%Horwitz dapat memastikan bahwa data yang dihasilkan

memiliki kualitas yang cukup baik. Jika nilai %RSD melebihi batas yang ditentukan, maka perlu dilakukan evaluasi terhadap metode analisis dan upaya untuk meningkatkan presisinya (Laela, 2025).

%Recovery dalam Fe dalam asam klorida bertujuan untuk memastikan keakuratan metode analisis yang digunakan dalam menentukan kadar besi dalam suatu sampel. Proses ini melibatkan penambahan standar besi yang diketahui konsentrasinya ke dalam sampel sebelum dilakukan pencernaan dengan asam klorida. Selanjutnya, sampel dianalisis dan dibandingkan jumlah besi yang ditemukan dengan jumlah yang seharusnya. Syarat utama dalam verifikasi ini adalah penggunaan standar referensi yang murni dan stabil, serta optimasi kondisi analisis seperti panjang gelombang dan waktu integrasi. Menurut Hadi (2017), laboratorium harus memastikan keabsahan metode melalui proses validasi serta pengendalian faktor-faktor yang mempengaruhi hasil seperti peralatan, reagen, dan kompetensi analis. Secara umum, dalam praktik validasi metode analisis, nilai recovery yang dapat diterima sering berada pada kisaran 90–110%, meskipun batas ini dapat bervariasi tergantung pada metode dan pedoman yang digunakan.

KESIMPULAN

Penelitian ini menunjukkan bahwa metode spektrofotometri UV-Vis yang digunakan dalam verifikasi penentuan kadar besi (Fe) dalam asam klorida teknis telah memenuhi parameter kinerja analisis yang dipersyaratkan, yaitu presisi, akurasi, dan recovery. Hasil pengujian menunjukkan bahwa nilai presisi berada dalam batas yang dapat diterima, akurasi metode menunjukkan kedekatan hasil dengan nilai sebenarnya, serta nilai recovery mengindikasikan tingkat perolehan kembali analit yang optimal. Dengan demikian, metode yang diterapkan dinyatakan valid dan sesuai dengan ketentuan dalam Standar Nasional Indonesia (SNI) 2557:2015. Temuan ini secara langsung menjawab tujuan penelitian, yaitu untuk memverifikasi kelayakan metode spektrofotometri UV-Vis dalam analisis kadar besi pada asam klorida teknis di lingkungan laboratorium industri.

Secara ilmiah, penelitian ini memberikan kontribusi praktis dan metodologis dalam bidang analisis kimia industri, khususnya dalam penerapan dan verifikasi metode spektrofotometri UV-Vis sesuai standar nasional. Penelitian ini juga memperkuat penerapan teknik analisis laboratorium yang berstandar dalam menjamin kualitas hasil pengujian. Meskipun demikian, penelitian ini masih memiliki keterbatasan pada ruang lingkup sampel dan parameter uji yang terbatas. Oleh karena itu, penelitian selanjutnya disarankan untuk

mengembangkan metode dengan variasi matriks sampel yang lebih kompleks, melakukan validasi metode secara lebih komprehensif (termasuk batas deteksi dan batas kuantitasi), serta membandingkan dengan metode analisis lain seperti Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS) atau Inductively Coupled Plasma (ICP) untuk meningkatkan akurasi dan reliabilitas hasil analisis.

DAFTAR PUSTAKA

Agustina, N. F., & Widhihastuti, E. (2024). Validation study of the method of analysis of Fe(II) levels in blood addition tablet preparations by wet destruction and dry destruction methods by UV-Vis spectrophotometry. *Journal of Science and Technology Research for Pharmacy, 4*(2), 46–53. https://doi.org/10.15294/jstrp.v4i2.10006

Badan Standardisasi Nasional. (2015). *Asam klorida teknis* (SNI 2557:2015). https://pesta.bsn.go.id/produk/detail/10220-sni25572015

Cantwell, H. (Ed.). (2025). *The fitness for purpose of analytical methods: A laboratory guide to method validation and related topics* (3rd ed.). Eurachem. https://www.eurachem.org/index.php/3-publications/guides/144-gdmv2014

Cappai, R., Fantasia, A., Melchior, A., Crisponi, G., & Nurchi, V. M. (2024). One-step determination of total iron using deferiprone or kojic acid as colorimetric reagents. *Results in Chemistry, 7*, Article 101353. https://doi.org/10.1016/j.rechem.2024.101353

Fernandes, S., Tlemçani, M., Bortoli, D., Feliciano, M., & Lopes, M. E. (2023). A portable measurement device based on phenanthroline complex for iron determination in water. *Sensors, 23*(3), Article 1058. https://doi.org/10.3390/s23031058

Harris, D. C., & Lucy, C. A. (2020). *Quantitative chemical analysis* (10th ed.). Macmillan Learning.

International Council for Harmonisation. (2023). *ICH Q2(R2) guideline: Validation of analytical procedures*. https://database.ich.org/sites/default/files/ICH_Q2%28R2%29_Guideline_2023_1130.pdf

Masawat, P., Yenkom, T., Sitsirat, C., & Thongmee, T. (2022). Smartphone-based digital image colorimetry for determination of iron in cereals and crispy seaweed using *Terminalia chebula* Retz. extract as a natural reagent. *Analytical Methods, 14*(43), 4321–4329. https://doi.org/10.1039/D2AY01345B

Meelapsom, R., Rattanakaroonjit, W., Prakobkij, A., Malahom, N., Supasorn, S., Ruangchai, S., & Jarujamrus, P. (2022). Smartphone-assisted colorimetric determination of iron ions in water by using anthocyanin from *Ruellia tuberosa* L. as a green indicator and application for hands-on experiment kit. *Journal of Chemical Education, 99*(4), 1660–1671. https://doi.org/10.1021/acs.jchemed.1c01120

Nurchi, V. M., Cappai, R., Spano, N., & Sanna, G. (2021). A friendly complexing agent for spectrophotometric determination of total iron. *Molecules, 26*(11), Article 3071. https://doi.org/10.3390/molecules26113071

Shrivastava, A., & Gupta, V. B. (2011). Methods for the determination of limit of detection and limit of quantitation of the analytical methods. *Chronicles of Young Scientists, 2*(1), 21–25. https://doi.org/10.4103/2229-5186.79345

Sugiarso, D., Widianti, R., Zahranisa, K., Suprapto, Putro, H. S., & Ediati, R. (2023). An analysis of Pb(IV) ion effects in determining Fe(II) with 1,10-phenanthroline at pH 4.5 using UV-Vis spectrophotometer. *Akta Kimia Indonesia, 8*(1), 1–11. https://doi.org/10.12962/j25493736.v8i1.9777

Suryawanshi, M., Jailani, S., & Patil, N. (2024). Development and validation of visible spectrophotometric method for determination of ferrous bisglycinate in bulk and formulation. *Discover Chemistry, 1*, Article 43. https://doi.org/10.1007/s44371-024-00045-3

Vargas-Muñoz, M. A., Danchana, K., Cerdà, V., & Palacio, E. (2021). Field-deployable method for iron analysis using a simple preconcentration procedure and a 3D portable spectrophotometric system. *Microchemical Journal, 170*, Article 106774. https://doi.org/10.1016/j.microc.2021.106774

Wang, D., Yang, G., Shi, W., & Wang, Y. (2026). Feasibility study for determination of trace iron in red sandstone via o-phenanthroline spectrophotometry. *Applied Sciences, 16*(1), Article 243. https://doi.org/10.3390/app16010243