

ANALISIS KANDUNGAN ION FLUORIDA PADA SAMPEL AIR MINUM DALAM KEMASAN SECARA SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS

Hesty Nuur Hanifah, Hilma Hendrayanti, Selvi Ratnasari

Jurusan Farmasi, FMIPA, Universitas Al-Ghifari

ABSTRAK

Air minum dalam kemasan (AMDK) adalah air baku yang telah diproses, dikemas, dan aman diminum mencakup air mineral dan demineral/air murni (SNI 01-3553-2006). Menurut KEPMENKES RI No. 907/2002 dinyatakan bahwa fluorida lebih dari 1,5 mg/L dapat menyebabkan dental fluorosis, dan skeletal tulang fluorosis. Penelitian ini bertujuan untuk mengidentifikasi dan mengukur kadar ion fluorida pada air minum dalam kemasan yang dibeli dari pedagang kaki lima dan air minum dalam kemasan yang diproduksi oleh SMK di Kecamatan Subang. Metode yang digunakan adalah metode spektrofotometri UV-Vis dengan reagen SPADNS-asam zirkonil berdasarkan prinsip pembentukan kompleks $(ZrF_6)^{2-}$. Hasil penelitian kadar ion fluorida air minum dalam kemasan yang diperoleh dari pedagang kaki lima menunjukkan hasil negatif mengandung ion fluorida, dengan nilai pH berkisar 7,61-8,49. Sedangkan air minum dalam kemasan yang diproduksi oleh SMK menunjukkan hasil antara 0,0192-0,0608 dengan nilai pH 7,86-8,25. Dari hasil penelitian validasi metode memberikan hasil akurasi 96,886-105,88 %, presisi 0,589158 % , batas deteksi 10,1164 mg/L , batas kuantifikasi 33,7210 mg/L, linearitas $R^2 = 0,9925$ telah memenuhi syarat yang ditetapkan dan diperoleh kadar fluorida tertinggi 0,8004, terendah 0,0128 dengan pH antara 6,47 s/d 7,84.

Kata kunci: Ion flourida, air minum dalam kemasan, SPADNS-asam zirkonil, spektrofotometri UV-Vis

ABSTRACT

Bottled water is the raw water that has been processed, packaged, and is safe to drink, including mineral water and demineralized/pure water (SNI 01-3553-2006). According KEPMENKES No. 907/2002, declared that fluoride more than 1.5 mg / L can cause dental fluorosis and skeletal fluorosis. This study aims to identify and measure the levels of fluoride ions in bottled water purchased from street vendors and bottled drinking water produced by vocational schools in the District Subang. The determination used a Spectrophotometric UV-Vis method, with SPADNS-zirconil acid reagent based on the formation of complex $(ZrF_6)^{2-}$. The results of fluoride ion levels on bottled drinking water obtained from street vendors showed the negative results, with pH values ranging from 7,61-8,49. While bottled drinking water which produced by CMS, showed the results of 0,0192-0,0608 mg/L, with a pH value of 7,86-8,25. The test of validation method for accuracy was 96,886-105,88%, precision 1,8099%, limit of detection 10,1164 mg/L, the limit of quantification 33,7210 mg/L and linearity with R^2 0,9925.

Keywords: Ion Fluoride, Bottled Water, SPADNS-Zirconil Acid, Spectrophotometric UV-VIS.

PENDAHULUAN

Air merupakan senyawa kimia yang sangat penting bagi kehidupan manusia dan makhluk hidup lainnya, dan fungsinya bagi kehidupan tersebut tidak akan dapat digantikan oleh senyawa lainnya. Berdasarkan SNI 01-3553-2006 air minum dalam kemasan (AMDK) adalah air baku yang telah diproses, dikemas, dan aman diminum mencakup air mineral dan demineral/air murni. Air yang digunakan sebagai sumber air minum harus memiliki kualitas yang baik, sesuai dengan

Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia No. 492/MENKES/PER/IV/2010 tentang persyaratan kualitas air minum, dimana air minum tersebut dikatakan aman apabila memenuhi persyaratan fisika, mikrobiologis, kimiawi, dan radioaktif. Beberapa parameter kimiawi diduga berpengaruh terhadap kesehatan gigi, antara lain unsur fluorida, kalium, kalsium, dan keasaman (pH) air.

Air merupakan salah satu sumber asupan fluorida yang cukup tinggi. Fluorida adalah salah satu senyawa kimia yang terbukti dapat

menyebabkan efek terhadap kesehatan melalui air minum. Menurut KEPMENKES RI No. 907/2002 dinyatakan bahwa fluorida merupakan bahan kimia anorganik yang memiliki pengaruh langsung pada kesehatan dengan kadar maksimum yang dipersyaratkan adalah 1,5 mg/L. Menurut World Health Organization (WHO) tahun 1985 bahwa ion fluorida memiliki efek menguntungkan untuk memperkuat enamel gigi apabila kadarnya sekitar 0,7 mg/L, tapi sangat berbahaya apabila lebih dari 1,5 mg/L yaitu dapat menyebabkan dental fluorosis, dan skeletal tulang fluorosis. Bila kadar kurang dari 0,7 mg/L dapat menyebabkan karies gigi serta penipisan tulang. Oleh karena itu, asupan fluorida haruslah dibatasi agar dapat mencegah karies namun tidak menimbulkan terjadinya fluorosis.

Jenis penelitian ini adalah deskriptif, dengan metode kalorimetri menggunakan spektrofotometri setelah penambahan pereaksi SPADNS-asam zirkonil yang berdasarkan pada reaksi fluorida dan penyerapan warna zirkonium yang membentuk anion kompleks yang tidak berwarna $[\text{ZrF}_6]^{2-}$. Panjang gelombang maksimum pereaksi SPADNS-asam zirkonil berdasarkan literatur 570 nm (SNI 01-3554-2006).

METODOLOGI

Alat yang digunakan adalah Spektrofotometer UV-Vis 1601 (Shimadzu), kuvet kuarsa, pH meter (Mettler Toledo), tabung nessler, alat-alat gelas. Bahan yang digunakan adalah Standard Solution Natrium Fluorida (Merck), *sodium 2-parasulfofenilazo 1,8-dihidroksi-3,6-naftalen disulfonat* (SPADNS) (J.T Baker), Zirkonil klorida oktahidrat (Merck), Asam Klorida Pekat (Merck), dan aquadest.

Larutan induk Standar Fluorida dibuat dengan cara memipet 5 mL Natrium Fluorida Standard Solution 1000 mg/L (1000 ppm) dimasukkan kedalam labu ukur 50 mL (100 ppm) kemudian dilarutkan dengan aquadest hingga tanda batas, dan kocok sampai homogen.

Larutan induk Standar Fluorida dipipet 10 mL dan dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL (10 ppm), kemudian dilarutkan dengan aquadest hingga tanda batas, dan kocok sampai homogen.

Larutan pereaksi *sodium 2-parasulfofenilazo 1,8-dihidroksi-3,6-naftalen*

disulfonat (SPADNS) dibuat dengan cara menimbang serbuk SPADNS sebanyak 0,958 mg, kemudian dilarutkan dengan 500 mL aquadest.

Larutan pereaksi asam zirkonil dibuat dengan cara menimbang zirkonil klorida $8\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 0,133 mg, kemudian dilarutkan dengan 25 mL aquadest, lalu ditambahkan 350 mL HCl p.a dan dilarutkan dengan aquadest hingga 500 mL.

Sejumlah volume yang sama antara larutan SPADNS dicampurkan dengan larutan asam zirkonil dengan perbandingan 1:1 dengan wadah penyimpanan yang terlindungi oleh cahaya matahari.

Larutan blanko pereaksi dibuat dengan cara, memipet 50 ml aquadest, kemudian dimasukkan kedalam tabung nessler, lalu ditambahkan 10 mL larutan pereaksi SPADNS-Asam Zirkonil, kocok hingga homogen.

Sampel air minum dalam kemasan diperoleh secara acak dari pedagang kaki lima (AMDK1/58, AMDK2/59, AMDK3/60, AMDK4/61, AMDK5/62, AMDK7/63, AMDK8/65, AMDK9/66, AMDK11/68, AMDK12/69, AMDK13/70, AMDK14/71) dan air minum dalam kemasan produksi SMK (AMDK6/64, AMDK10/67, AMDK15/72) yang berada di Kecamatan Subang. Sehingga total keseluruhan sampel sebanyak 15 (lima belas) sampel.

Optimasi Kondisi Analisis Fluorida dengan pereaksi SPADNS-Asam Zirkonil secara Spektrofotometri UV-Vis.

Larutan Standar Fluorida 10 ppm dipipet sebanyak 4,0 mL, kemudian dimasukkan kedalam tabung nessler dan dilarutkan dengan aquadest hingga 50 mL, lalu ditambahkan 10 mL larutan pereaksi SPADNS-Asam Zirkonil, kemudian dikocok hingga homogen dan diukur serapannya pada *range* panjang gelombang 400-800 nm menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

Penentuan Kestabilan Serapan

Larutan Standar Fluorida 10 ppm, dipipet sebanyak 4,0 mL, kemudian dilarutkan dengan 25 mL aquadest, lalu ditambahkan 25 mL sampel air bersih dimasukkan kedalam masing-masing tabung nessler sebanyak 6 tabung nessler, lalu ditambahkan 10 mL larutan pereaksi SPADNS-Asam Zirkonil, kemudian dikocok hingga homogen dan diukur

serapannya pada panjang gelombang maksimum setiap 5 menit selama 30 menit menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

Validasi Metode Analisis Fluorida Secara Spektrofotometri UV-Vis

Larutan Standar Fluorida 10 ppm dipipet sebanyak 1,0 mL, 2,0 mL, 3,0 mL, 4,0 mL, 5,0 mL, dan 7,0 mL kemudian masing-masing larutan dimasukkan kedalam tabung nessler, dan dilarutkan dengan aquadest hingga 50 mL (kadar 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 1,4 ppm), masing-masing tabung ditambahkan 10 mL larutan pereaksi SPADNS-Asam Zirkonil, kemudian dikocok hingga homogen dan diukur serapannya pada panjang gelombang maksimum.

Dari kurva kalibrasi yang diperoleh, dihitung konsentrasi terkecil yang masih dapat dideteksi (LOD) dan terdeteksi secara kuantitatif (LOQ) menggunakan perhitungan statistik.

Uji Presisi

Dibuat 6 larutan standar Fluorida dalam tabung Nessler dengan konsentrasi 0,8 mg/L (0,8 ppm) dengan cara memipet sebanyak 4,0 mL dari larutan standar 10 ppm, kemudian ditambahkan 10 mL larutan pereaksi SPADNS-Asam Zirkonil dan diukur serapannya pada panjang gelombang maksimum menggunakan spektrofotometri UV-Vis.

Uji Akurasi

Larutan standar Fluorida 10 ppm dipipet sebanyak 3,5 mL, 4,0 mL, dan 5,0 mL, masing-masing di larutkan dengan aquadest hingga 50 mL (kadar 0,7 ppm, 0,8 ppm, dan 1,0 ppm), lalu ditambahkan dengan 10 mL larutan pereaksi SPADNS-Asam Zirkonil dan diukur serapannya pada panjang gelombang maksimum menggunakan spektrofotometri UV-Vis.

Penentuan pH

Masing-masing sampel dipipet sebanyak 10 mL dimasukkan kedalam beaker glass, kemudian diukur menggunakan pH meter yang sudah ditara menggunakan larutan buffer pH 4 dan pH 7.

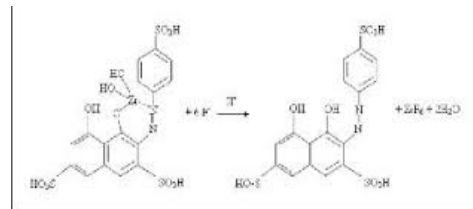
Penetapan Kadar Fluorida

Larutan sampel dipipet sebanyak 50 mL dan masing-masing dimasukkan kedalam

tabung nessler, kemudian ditambahkan 10 mL larutan pereaksi SPADNS-Asam Zirkonil dan diukur serapannya pada panjang gelombang maksimum menggunakan spektrofotometri UV-Vis.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Analisis Fluorida dilakukan dengan menggunakan metode kolorimetri, campuran larutan pereaksi SPADNS-asam zirkonil yang berdasarkan pada reaksi Fluorida dan penyerapan warna zirkonium yang berbentuk anion kompleks yang tidak berwarna (ZrF_6)²⁻. Model reaksi kimia pembentukan kompleks anion *heksafluoro zirkonat* (IV) yang dapat diajukan seperti ditunjukkan pada gambar 1.



Gambar 1.
Reaksi Kimia Pembentukan Anion Kompleks (ZrF_6)²⁻

Spektrum serapan untuk memperoleh panjang gelombang maksimum dibuat dari larutan standar ion fluorida dengan konsentrasi 0,8 mg/L (0,8 ppm) yang dicampurkan dengan pereaksi SPADNS-asam zirkonil. Panjang gelombang maksimum yang diperoleh dalam percobaan ini yaitu pada 570 nm. Pada penelitian ini dilakukan pengukuran menggunakan alat spektrofotometer pada daerah visible, dengan *range* pada 500 nm hingga 600 nm.

Penentuan kestabilan serapan dilakukan untuk mengetahui waktu optimum dimana analisis pada selang waktu tersebut masih diperoleh serapan yang cenderung stabil dan tidak terdapat perbedaan yang signifikan pada nilai serapan. Berdasarkan percobaan, diperoleh serapan warna kompleks hasil reaksi antara ion fluorida dengan pereaksi SPADNS-Asam Zirkonil yang cukup stabil hingga menit ke-15 setelah penambahan pereaksi.

Validasi metode analisis merupakan suatu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu, berdasarkan percobaan laboratorium, untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk penggunaannya (Harmita, 2004). Parameter validasi yang diuji

adalah linearitas, batas deteksi dan batas kuantitasi, presisi, dan akurasi.

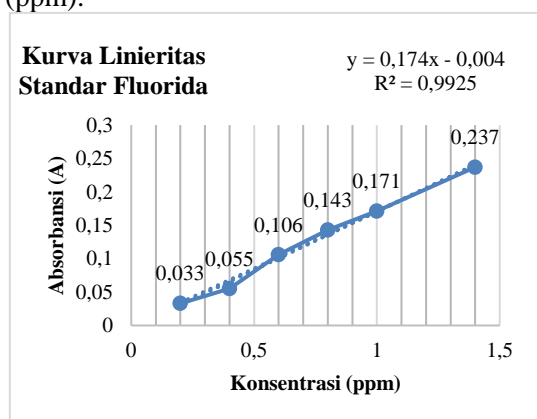
Linearitas merupakan kemampuan suatu metode untuk memperoleh hasil-hasil uji yang secara langsung proporsional dengan konsentrasi analit pada kisaran yang diberikan. Linearitas suatu metode merupakan ukuran seberapa baik kurva kalibrasi yang menghubungkan antara respon (y) dengan konsentrasi (x). dan data yang diperoleh selanjutnya dapat ditentukan nilai kemiringan (*slope*), *intersep*, dan koefisien korelasinya.

Kisaran (range) suatu metode didefinisikan sebagai konsentrasi terendah dan tertinggi yang mana suatu metode analisis menunjukkan akurasi, presisi, dan linearitas yang mencukupi.

Table 1
Hasil Pengukuran Linearitas

No.	Konsentrasi (ppm)	Abs
1	0.2000	0,033
2	0.4000	0,055
3	0.6000	0,106
4	0.8000	0,142
5	1.0000	0,171
6	1.4000	0,237

Kurva kalibrasi dibuat dengan menghubungkan nilai serapan yang dihasilkan oleh enam variasi konsentrasi yang berbeda. Pada penelitian ini, pembuatan kurva kalibrasi ion fluorida dilakukan dengan menghubungkan enam titik pada berbagai konsentrasi fluorida yaitu, 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; dan 1,4 mg/L (ppm).



Gambar 2.
Kurva Linieritas antara Konsentrasi dengan Absorbansi

Persamaan regresi linier dari kurva kalibrasi yang diperoleh adalah $y=0.174x-0.004$ dengan koefisien korelasi $R^2 =$

0.9925. Semakin tinggi konsentrasi Fluorida dalam larutan maka terjadi pengurangan serapan kompleks pereaksi SPADNS yang menyebabkan nilai serapannya juga menurun. Hal ini dipertegas dengan Gambar 2, bahwa dengan semakin meningkatnya kadar ion fluorida, maka besarnya serapan di daerah panjang gelombang maksimum semakin kecil.

Batas deteksi (*limit of detection / LOD*) adalah jumlah terkecil analit yang dapat dideteksi dan masih memberikan respon yang signifikan dibandingkan dengan pereaksi SPADNS-Asam Zirkonil. Batas deteksi merupakan parameter uji batas. Batas kuantitasi (*limit of quantitation / LOQ*) merupakan parameter analisis dan diartikan sebagai kuantitas terkecil analit dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama. Batas deteksi dan batas kuantitasi dapat dihitung secara statistik menggunakan persamaan regresi linier dari kurva kalibrasi yang telah diperoleh, adapun rumus perhitungan batas deteksi (*limit of detection / LOD*) adalah :

$$LOD = \frac{3\sigma}{S}$$

Rumus perhitungan batas kuantitasi (*limit of quantitation / LOQ*) yaitu :

$$LOQ = \frac{10\sigma}{S}$$

Keterangan :

σ = Simpangan Baku

S = Slope / Kemiringan

Berdasarkan pada perhitungan secara statistik menggunakan persamaan regresi linier dari kurva kalibrasi diperoleh batas deteksi ion fluorida sebesar 10,1164mg/L dan batas kuantitasi sebesar 33,7210 mg/L.

Uji presisi dilakukan dengan cara mengukur keterulangan pembentukan warna kompleks hasil reaksi antara ion fluorida dengan pereaksi SPADNS-asam zirkonil. Kriteria seksama atau presisi diberikan jika metode memberikan simpangan baku relatif (koefisien variasi atau KV) sebesar 2% atau kurang. Adapun rumus untuk mendapatkan nilai koefisien korelasi adalah :

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

$$\%RSD = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100$$

Keterangan :

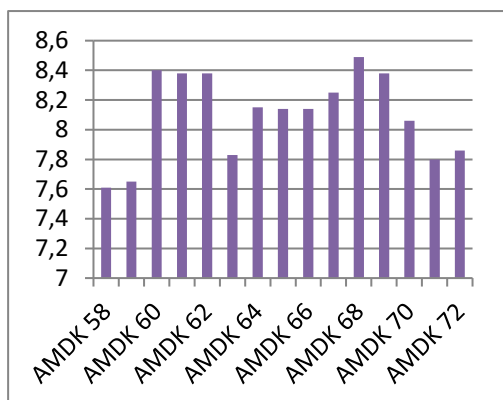
SD = Standar Deviasi

X = Rata-rata Kadar Analat

Nilai koefisien variasi yang diperoleh dalam penelitian ini yaitu 0,589158 %. Dari hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa metode analisis yang digunakan memenuhi kriteria seksama.

Uji perolehan kembali digunakan untuk memenuhi kecermatan atau akurasi dari suatu metode. Uji perolehan kembali dilakukan dengan larutan standar 0,7; 0,8; dan 1,0 mg/L (ppm) yang memberikan hasil pada rentang 96,886-105,88%.

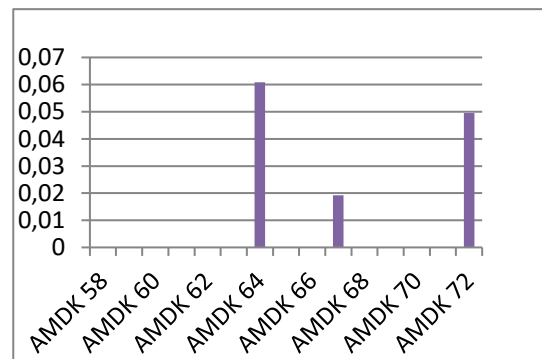
Uji penentuan pH masing-masing sampel menggunakan pH meter yang telah ditara menggunakan larutan buffer pH 4 dan pH 7. Dari penelitian ini diperoleh hasil bahwa air minum dalam kemasan yang diperoleh dari pedagang kaki lima sebanyak 12 sampel diperoleh rentang nilai pH sebesar 7,61-8,49. Sedangkan 3 sampel yang diperoleh dari produksi SMK rentang nilai pH nya sebesar 7,86-8,25. Hal ini dapat dibuktikan pada gambar no 3.



Gambar 3.
Hasil Perolehan Nilai pH

Uji penetapan kadar ion fluorida pada air mineral dalam kemasan yang diperoleh dari pedagang kaki lima menunjukkan hasil yang negatif terhadap ion fluorida, atau nilai ion fluoridanya dibawah batas LOD yang telah ditentukan. Sedangkan pada air mineral dalam kemasan yang diproduksi oleh SMK terdeteksi

ion fluorida dengan kisaran kadar sebesar 0,0192-0,0608 mg/L. Seperti yang ditunjukkan pada gambar 4.



Gambar 4.
Hasil Perolehan Kadar Fluorida pada Sampel

Menurut pedoman WHO yang dikeluarkan tahun 1984, untuk wilayah yang beriklim hangat konsentrasi fluorida optimal dalam air minum sebanyak 1 mg/L, sementara di wilayah yang iklim nya lebih dingin konsentrasinya 1,2 mg/L. Apabila kadar ion fluorida kurang dari 0,6 mg/L maka dianjurkan untuk meminum suplemen yang mengandung fluorida. Berdasarkan gambar diatas diketahui bahwa kadar ion fluorida yang terkandung dalam air minum dalam kemasan yang diuji jauh dibawah dari yang telah ditetapkan dalam Permenkes RI No.492/Menkes/Per/IV/2010 tentang kualitas air minum. Rendahnya kadar fluorida ini kemungkinan disebabkan oleh karakter geologis tanah di wilayah Indonesia, dan banyak nya proses yang telah dilakukan oleh produsen air minum dalam kemasan terhadap air minum tersebut.

Karena kadar ion fluorida yang teridentifikasi kurang dari 0,3 mg/L bahkan negatif, maka bagi konsumen dianjurkan untuk meminum suplemen tambahan fluorida. Kebutuhan suplemen fluorida dipengaruhi oleh usia dan kandungan fluorida dalam sumber air tersebut. Apabila kandungan fluorida pada sumber air kurang dari 0,3 mg/L, maka suplemen flourida yang dibutuhkan oleh anak usia 6 bulan – 3 tahun adalah 0,25 mg/hari, anak usia 3-6 tahun membutuhkan sebanyak 0,5 mg/hari, dan anak uia 6-16 tahun membutuhkan suplemen fluorida sebanyak 1 mg/hari.

SIMPULAN

1. Dari pengujian validasi metode, memberikan hasil akurasi 96,886-105,88 %,

presisi 0,589158 % , batas deteksi 10,1164 mg/L , batas kuantifikasi 33,7210 mg/L, linearitas $R^2 = 0,9925$.

2. Rata-rata kadar fluorida pada sampel air minum dalam kemasan, dibawah kadar yang telah ditetapkan oleh Permenkes RI No.492/Menkes/Per/IV/2010 tentang kualitas air minum.Kadar ion fluorida yang diperoleh dari pedagang kaki lima menunjukkan hasil yang negatif terhadap ion fluorida atau hasil identifikasinya dibawah dari nilai LOD dengan rentang nilai pH sebesar 7,61-8,49.Sedangkan air minum dalam kemasan yang diproduksi oleh SMK di Kabupaten Subang menunjukkan dalam kisaran 0,0192-0,0608 mg/L dengan rentang nilai pH sebesar 7,86-8,49.

DAFTAR PUSTAKA

Anonim., 2002., **Keputusan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 907/MENKES/SK/VII/2002 Tentang Syarat-Syarat dan Pengawasan Kualitas Air Minum.**, Jakarta., Kementerian Kesehatan Republik Indonesia.

Anonim., 2006., SNI 01-3554-2006., **Tentang Cara Uji Air Minum Dalam Kemasan.**, Jakarta: Badan Standarisasi Nasional.

Anonim., 2010., **Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 492/MENKES/ PER/IV/2010 Tentang Persyaratan Kualitas Air Minum Berdasarkan Keamanan dari Sumber Air yang di Gunakan.**, Jakarta : Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia.

Gede, A.B.W., dkk., 2014., **Analisis Ion Fluorida (F^-) dalam Air Minum Kemasan, PAM dan Mata Air di Wilayah Kecamatan Buleleng Bali.**, Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia dan Pendidikan Kimia VI “Pemantapan Riset Kimia dan Assesmen dalam Pembelajaran Berbasis Pendekatan Sainifik” 21 Juni 2014., UNS., Surakarta.

Ibnu, G.G., dan Abdul, R., 2007., **Kimia Farmasi Analisis.**, Yogyakarta:Pustaka Belajar.

Mawardi Ikhwanuddin. 2008. **Upaya Meningkatkan Daya Dukung Sumber Daya Air Pulau Jawa.** J. Teknik Lingkungan Vol. 9 No. 1 Hal. 98-107. Penelitian Pusat Teknik Lingkungan Badan Pengkajian dan Penerapan Teknik. Jakarta.

Peraturan Menteri Kesehatan RI No 492/MENKES/PER/IV/2010

Yodifita, A, dkk., 2010., **Analisis Kandungan Fluorida pada Sampel Air Tanah dan Air PAM Secara Spektrofotometri.**, Majalah Ilmu Kefarmasian, VOL.VIII, No. 2, AGUSTUS 2013, hal 57-124., Universitas Indonesia FMIPA, Jakarta.