



UNIVERSITAS INDONESIA

**ANALISIS KANDUNGAN ION FLUORIDA PADA SAMPEL
AIR TANAH DAN AIR PAM SECARA SPEKTROFOTOMETRI**

SKRIPSI

**YODIFTA ASTRININGRUM
0706265081**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI FARMASI
DEPOK
JULI 2011**



UNIVERSITAS INDONESIA

**ANALISIS KANDUNGAN ION FLUORIDA PADA SAMPEL
AIR TANAH DAN AIR PAM SECARA SPEKTROFOTOMETRI**

SKRIPSI

**Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Farmasi**

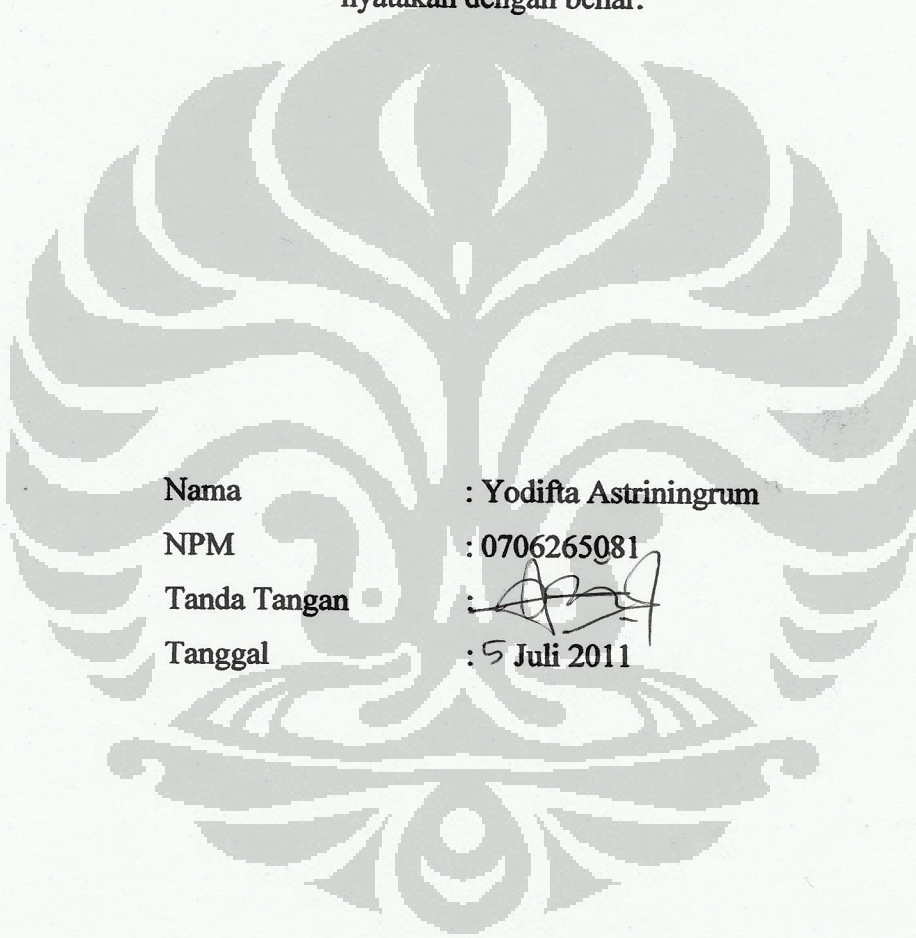
**YODIFTA ASTRININGRUM
0706265081**

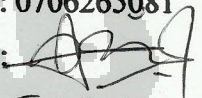
**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI FARMASI
DEPOK
JULI 2011**

ii

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

Skripsi ini adalah hasil karya saya sendiri, dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk telah saya nyatakan dengan benar.



Nama : Yodifta Astriningrum
NPM : 0706265081
Tanda Tangan : 
Tanggal : 5 Juli 2011


HALAMAN PENGESAHAN

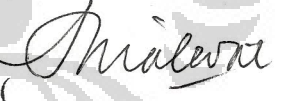
Skripsi ini diajukan oleh :

Nama : Yodifta Astriningrum
NPM : 0706265081
Program Studi : Farmasi
Judul Skripsi : Analisis Kandungan Ion Fluorida pada Sampel Air Tanah dan Air PAM secara Spektrofotometri


Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Sarjana Farmasi pada Program Studi Sarjana Farmasi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia


DEWAN PENGUJI

Pembimbing I : Dr. Herman Suryadi, M.S., Apt. ()

Pembimbing II : Dra. Azizahwati, M.S., Apt. ()

Penguji I : Dra. Maryati K., M.Si.Apt. ()

Penguji II : Santi Purna Sari, M.Si.Apt. ()

Penguji III : Dr. Berna Elya, M.Si, Apt. ()

Ditetapkan di : Depok

Tanggal : 5 Juli 2011

KATA PENGANTAR

Segala puji dan syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT yang telah memberikan rahmat, anugerah serta karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian dan menyusun skripsi ini. Shalawat dan salam tak lupa tercurah kepada Nabi Muhammad SAW.

Skripsi yang berjudul “Analisis Kandungan Ion Fluorida pada Sampel Air Tanah dan Air PAM secara Spektrofotometri” ini disusun sebagai syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Farmasi, Departemen Farmasi Universitas Indonesia. Penelitian dalam rangka penyusunan skripsi ini dilakukan sepenuhnya di Laboratorium Kimia Kuantitatif, Departemen Farmasi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia.

Pada kesempatan ini, penulis hendak mengucapkan terima kasih kepada :

1. Bapak Dr. Herman Suryadi, M. S. selaku pembimbing I yang telah bersedia meluangkan waktu, tenaga, dan pikiran untuk memberikan bimbingan dan pengarahan selama penelitian dan penyusunan skripsi ini.
2. Ibu Azizahwati, M.S., Apt. selaku pembimbing II yang telah berkenan memberikan waktu, tenaga, dan pikiran untuk memberikan bimbingan dan pengarahan selama penelitian dan penyusunan skripsi ini.
3. Ibu Prof. Dr. Yahdiana Harahap, M. S. selaku Ketua Departemen Farmasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.

4. Bapak Dr. Harmita, Apt. selaku pembimbing akademik yang telah memberikan bimbingan selama penulis menempuh pendidikan di Departemen Farmasi.
5. Bapak Drs. Hayun, M. Si., selaku kepala Laboratorium Kimia Kuantitatif Departemen Farmasi FMIPA UI.
6. Seluruh staff pengajar Departemen Farmasi FMIPA UI.
7. Para laboran serta karyawan Departemen Farmasi FMIPA UI yang telah membantu terlaksananya penelitian ini.
8. Keluargaku tercinta, Ayah, Ibu, adik-adikku Rian dan Dimas, kakak-kakakku Wawan, Irna, dan Angga, serta keponakanku Abiem atas semua dukungan, kasih sayang, perhatian, kesabaran, dorongan semangat, dan do'a yang tiada henti-hentinya.
9. Sahabat-sahabatku Anis, Fifi, Maya, Wulan, Kun, Nisa; teman-teman penelitian kimia farmasi Arif, Icha, Dewi, Lisa, Stella, Vera, Arya, Anne; seluruh teman-teman seperjuangan Farmasi 2007 yang telah memberikan dukungan serta semangat kepada penulis, serta Kak Ima atas ilmu dan saran yang diberikan.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih banyak kekurangannya, baik dari segi ilmiah maupun penyajiannya. Penulis berharap penelitian ini dapat bermanfaat bagi rekan-rekan Farmasi khususnya dan para pengembang ilmu pengetahuan pada umumnya.

Penulis

2011

**HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI
KARYA ILMIAH UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS**

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Yodifta Astriningrum
NPM : 0706265081
Program Studi : Farmasi
Departemen : Farmasi
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Jenis karya : Skripsi

demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non-exclusive Royalty Free Right*) atas karya ilmiah saya yang berjudul :

Analisis Kandungan Ion Fluorida pada Sampel Air Tanah dan Air PAM secara Spektrofotometri

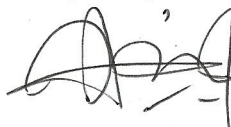
beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/format-kan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (*database*), merawat, dan memublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok

Pada tanggal : 5 Juli 2011

Yang menyatakan



(Yodifta Astriningrum)

ABSTRAK

Nama : Yodifta Astriningrum
Program studi : Farmasi
Judul : Analisis Kandungan Ion Fluorida pada Sampel Air Tanah dan Air PAM secara Spektrofotometri

Fluorida merupakan salah satu ion yang diketahui bermanfaat dalam pencegahan karies gigi jika digunakan pada konsentrasi tertentu, namun juga memiliki efek negatif yaitu menimbulkan terjadinya fluorosis pada gigi maupun tulang apabila konsentrasi asupannya berlebihan. Salah satu sumber asupan fluorida yaitu berasal dari air yang dikonsumsi. Penelitian ini bertujuan untuk mengidentifikasi dan mengukur kadar ion fluorida pada air tanah dan air PAM yang digunakan sebagai sumber air minum di masyarakat. Pengukuran kadar ion fluorida dilakukan dengan menggunakan spektrofotometri *visible* pada panjang gelombang maksimum 586 nm menggunakan pereaksi sodium 2-parasulfofenilazo 1,8-dihidroksi-3,6-naftalen disulfonat (SPADNS)-asam zirkonil. Metode ini dioptimasi dengan cara mencari rentang serapan yang paling stabil yaitu hingga menit ke-10 setelah penambahan pereaksi. Hasil validasi metode diperoleh batas deteksi sebesar 0,0452 mg/L, batas kuantitasi 0,1506 mg/L, koefisien variasi sebesar 0,63%, dan uji perolehan kembali ion fluorida berada dalam rentang 90,50-102,04%. Hasil pengukuran terhadap sampel menunjukkan kadar ion fluorida pada air tanah dan air PAM bervariasi antara 0,0459 hingga 0,7800 mg/L. Rentang konsentrasi ini masih dalam batas kadar yang diperbolehkan berdasarkan peraturan menteri kesehatan nomor 492/MENKES/PER/IV/2010 yaitu sebesar 1,5 mg/L.

Kata kunci : air tanah, air PAM, ion fluorida, SPADNS-asam zirkonil, spektrofotometri
xiv+61 halaman ; 17 gambar; 8 tabel; 6 lampiran
Daftar acuan : 26 (1984-2010)

ABSTRACT

Name : Yodifta Astriningrum
Program study : Pharmacy
Title : Analysis of Fluoride Ion Content in Samples of Ground Water and Piped Water by Spectrophotometry

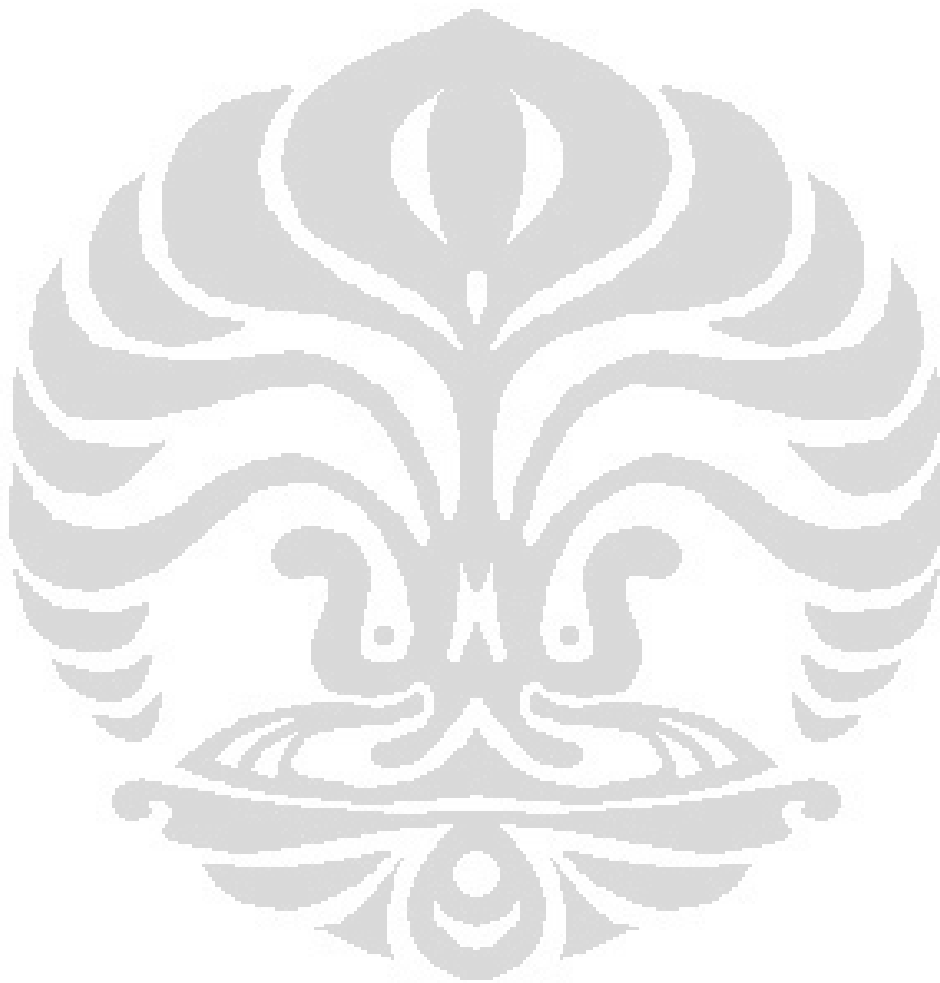
Fluoride ion is one of the compounds that are known to have benefits in the prevention of dental caries when used in certain concentrations, but also has negative effects that may cause the occurrence of dental and bone fluorosis when the intake was in excessive concentration. One of the fluoride intakes comes from water that is consumed. The aim of this research was to identify and measure fluoride ion levels in groundwater and piped water that used as drinking water consumption in the community. Measurement of fluoride ion concentration is done by using visible spectrophotometry at the maximum wavelength of 586 nm using the sodium 2-parasulfophenylazo 1,8-dihydroxy-naphthalene-3,6 disulfonate (SPADNS)-zirconil acid reagent. This method was optimized by the search of range of absorption which stable for 10 minutes after reagent addition. The limit of detection, limit of quantitation, and coefficient of variation for fluoride ion were 0.0452 mg/L, 0.1506 mg/L, and 0,63%, respectively. While the recovery of fluoride ion in sample were in the range of 90,50-102,04%. The measurement results of the samples showed levels of fluoride ions in groundwater and piped water varied between 0.05 to 0.78 mg/L. This range was still within allowed levels according the rules of Indonesian health ministers No. 492/MENKES/PER/IV/2010 where the maximum allowable fluoride concentration is 1.5 mg/L.

Keyword : acid zirconyl-SPADNS, ground water, fluoride ion, piped water, spectrophotometry
xiv+61 pages ; 17 figures; 8 tables; 6 appendices
Bibliography : 26 (1984-2010)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	ii
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS	iii
HALAMAN PENGESAHAN	iv
KATA PENGANTAR	v
HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS	vii
ABSTRAK	viii
ABSTRACT	ix
DAFTAR ISI	x
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
BAB 1 PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Tujuan Penelitian.....	3
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1 Ion Fluorida.....	4
2.2 Air Tanah.....	6
2.3 Air PAM.....	7
2.4 Air Minum.....	8
2.5 Spektrofotometer UV-Vis.....	12
2.6 Validasi Metode Analisis.....	15
2.7 Analisis kuantitatif fluorida dalam air dengan spektrofotometri menggunakan pereaksi spadns-asam zirkonil.....	17
BAB 3 METODE PENELITIAN	18
3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian.....	18
3.2 Bahan.....	18
3.3 Alat.....	18
3.4 Cara Kerja.....	19
BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN	23
4.1 Pembuatan larutan induk dan larutan standar ion fluorida.....	23
4.2 Pembuatan Larutan Pembanding (<i>reference solution</i>).....	23
4.3 Optimasi kondisi analisis ion fluorida dengan pereaksi SPADNS-asam zirkonil secara spektrofotometri.....	23
4.4 Validasi metode analisis ion fluorida dengan pereaksi SPADNS-asam zirkonil secara spektrofotometri.....	24
4.5 Penetapan kadar ion fluorida pada sampel air tanah dan air PAM.....	27

BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN.....	29
5.1 Kesimpulan.....	29
5.2 Saran.....	29
DAFTAR ACUAN.....	30



DAFTAR GAMBAR

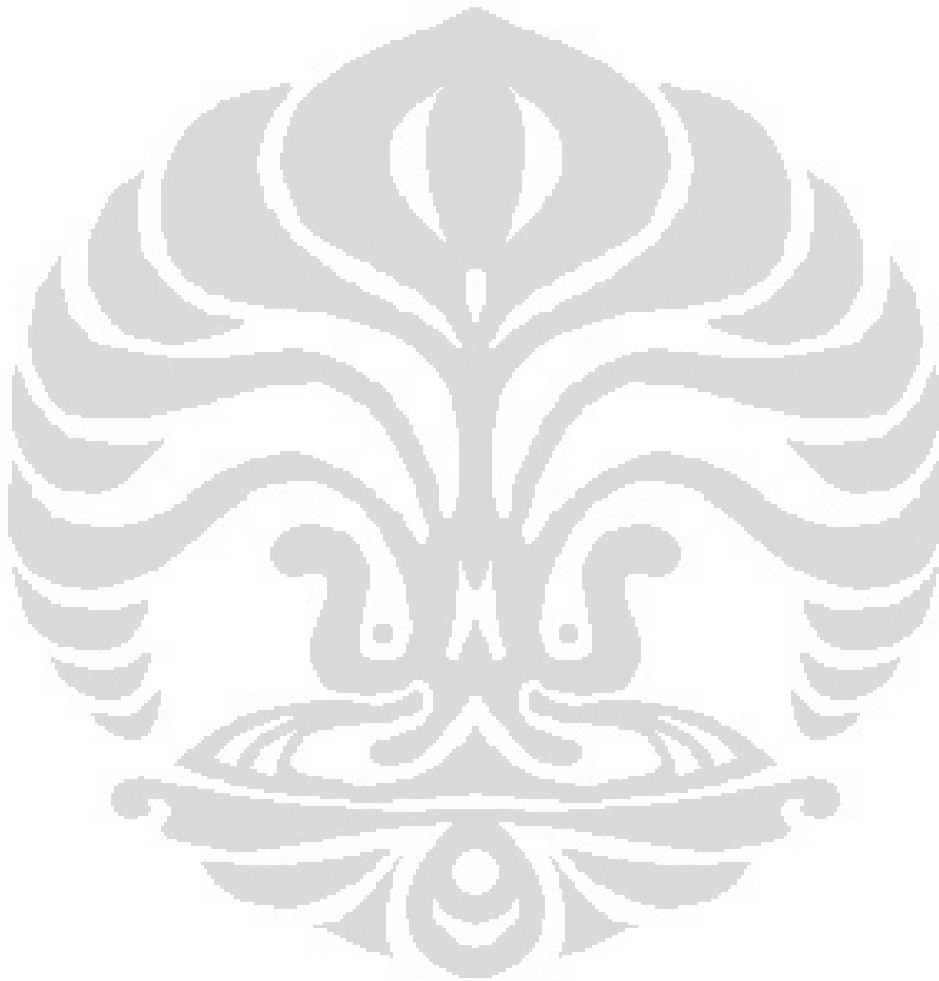
Gambar 4.1	Spektrofotometer UV-Vis (Jasco V-630).....	33
Gambar 4.2	Larutan standar ion fluorida yang telah ditambahkan dengan pereaksi SPADNS-asam zirkonil.....	33
Gambar 4.3	Spektrum serapan blanko larutan pembanding.....	34
Gambar 4.4	Spektrum serapan standar ion fluorida 0,1 mg/L terhadap blanko pada panjang gelombang maksimum 586 nm.....	35
Gambar 4.5	Spektrum serapan standar ion fluorida 0,2 mg/L terhadap blanko pada panjang gelombang maksimum 586 nm.....	36
Gambar 4.6	Spektrum serapan standar ion fluorida 0,4 mg/L terhadap blanko pada panjang gelombang maksimum 586 nm.....	37
Gambar 4.7	Spektrum serapan standar ion fluorida 0,6 mg/L terhadap blanko pada panjang gelombang maksimum 586 nm.....	38
Gambar 4.8	Spektrum serapan standar ion fluorida 0,8 mg/L terhadap blanko pada panjang gelombang maksimum 586 nm.....	39
Gambar 4.9	Spektrum serapan standar ion fluorida 1,0 mg/L terhadap blanko pada panjang gelombang maksimum 586 nm.....	40
Gambar 4.10	Spektrum serapan standar ion fluorida 1,4 mg/L terhadap blanko pada panjang gelombang maksimum 586 nm.....	41
Gambar 4.11	Overlay spektrum serapan standar ion fluorida 0-1,4 mg/L terhadap blanko pada panjang gelombang maksimum 586 nm.....	42
Gambar 4.12	Kurva kestabilan warna senyawa kompleks antara pereaksi SPADNS-asam zirkonil dengan larutan ion fluorida konsentrasi 0,8 mg/L.....	43
Gambar 4.13	Kurva kalibrasi senyawa kompleks hasil reaksi antara ion fluorida dengan pereaksi SPADNS-asam zirkonil pada panjang gelombang 586 nm	43
Gambar 4.14	Spektrum serapan sampel T ₁₀ terhadap blanko pada panjang gelombang maksimum 586 nm.....	44
Gambar 4.15	Spektrum serapan sampel P ₂ terhadap blanko pada panjang gelombang maksimum 586 nm	45
Gambar 4.16	Reaksi pembentukan kompleks SPADNS-ZrOCl ₂ yang berwarna merah.....	46
Gambar 4.17	Reaksi pembentukan zirkonil-fluorida dan penurunan intensitas warna kompleks	46

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Persyaratan kualitas air minum berdasarkan Peraturan Menteri Kesehatan nomor 492/MENKES/PER/IV/2010 tanggal 19 April 2010.....	9
Tabel 4.1	Hubungan waktu terhadap kestabilan warna senyawa kompleks antara pereaksi SPADNS-asam zirkonil dengan larutan ion fluorida konsentrasi 0,8 mg/L	48
Tabel 4.2	Data kurva kalibrasi larutan standar ion fluorida dengan pereaksi SPADNS-asam zirkonil	49
Tabel 4.3	Data batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) pereaksi SPADNS asam zirkonil	50
Tabel 4.4	Data uji keterulangan pembentukan warna kompleks hasil reaksi antara ion fluorida dengan pereaksi SPADNS-asam zirkonil	51
Tabel 4.5	Data uji perolehan kembali ion fluorida pada sampel T1	52
Tabel 4.6	Data nilai serapan terhadap blanko dan konsentrasi ion fluorida pada air tanah	53
Tabel 4.7	Data nilai serapan terhadap blanko dan konsentrasi ion fluorida pada air PAM	54

LAMPIRAN

Lampiran 1	Cara memperoleh persamaan garis linier	56
Lampiran 2	Cara perhitungan batas deteksi dan batas kuantitasi	57
Lampiran 3	Cara perhitungan simpangan baku dan koefisien variasi	58
Lampiran 4	Cara perhitungan uji perolehan kembali	59
Lampiran 5	Cara perhitungan penetapan kadar ion fluorida	60
Lampiran 6	Tabel rentang kesalahan yang diijinkan pada setiap konsentrasi analit dalam matriks.....	61



BAB 1

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Fluorida adalah salah satu senyawa kimia yang terbukti dapat menyebabkan efek terhadap kesehatan melalui air minum. Fluorida memiliki efek yang bermanfaat terhadap pencegahan karies gigi pada konsentrasi tertentu, namun pada keterpaparan yang berlebihan dapat meningkatkan terjadinya efek yang tidak diinginkan. Efek buruk tersebut dapat bervariasi dari fluorosis gigi ringan (keadaan dimana gigi menjadi kekuningan atau kecoklatan dan terdapat bintik-bintik pada enamel gigi) hingga fluorosis skeletal seiring dengan meningkatnya kadar dan lamanya paparan. Oleh karena itu, asupan fluorida haruslah dibatasi agar dapat mencegah karies namun tidak menimbulkan terjadinya fluorosis. Fluorida terdapat luas di alam, baik di udara maupun di berbagai sumber lainnya seperti makanan dan minuman yang dikonsumsi sehari-hari. Adanya asupan fluorida dari berbagai sumber pangan diantaranya seperti air, daging, dan ikan menyebabkan asupan fluorida meningkat (Fawell, Bailey, Chilton, Dahi, Fewtrell, & Magara, 2006).

Air merupakan salah satu komponen lingkungan yang memiliki peranan penting dalam kehidupan. 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.

Berdasarkan data dari Badan Pusat Statistik (BPS) DKI Jakarta 2007 sekitar 34,26% rumah tangga menggunakan air PAM atau air ledeng, 32,16% air tanah dengan menggunakan pompa, 1,35% sumur gali, 31,26% air kemasan, dan 0,95% sumber lainnya. Terlihat bahwa sumber air minum yang banyak digunakan di masyarakat diantaranya adalah air tanah dan air PAM. Air baku sebagai sumber air yang digunakan PAM dapat berasal dari air tanah dalam, mata air, dan sungai. Air tanah dalam dan mata air biasanya berkualitas baik dan hanya memerlukan

pengolahan sederhana untuk dapat digunakan sebagai air minum yang memenuhi syarat (Raini, 2004). Hampir semua sumber atau persediaan air dalam tanah mengandung ion fluorida, meskipun dengan kadar yang berbeda-beda. Ion fluorida merupakan elemen yang sangat elektronegatif dan aktif sehingga terdistribusi di alam secara meluas dan ditemukan dalam mineral-mineral di tanah, udara, air, tumbuhan, dan juga binatang (Ekstrand, 1988).

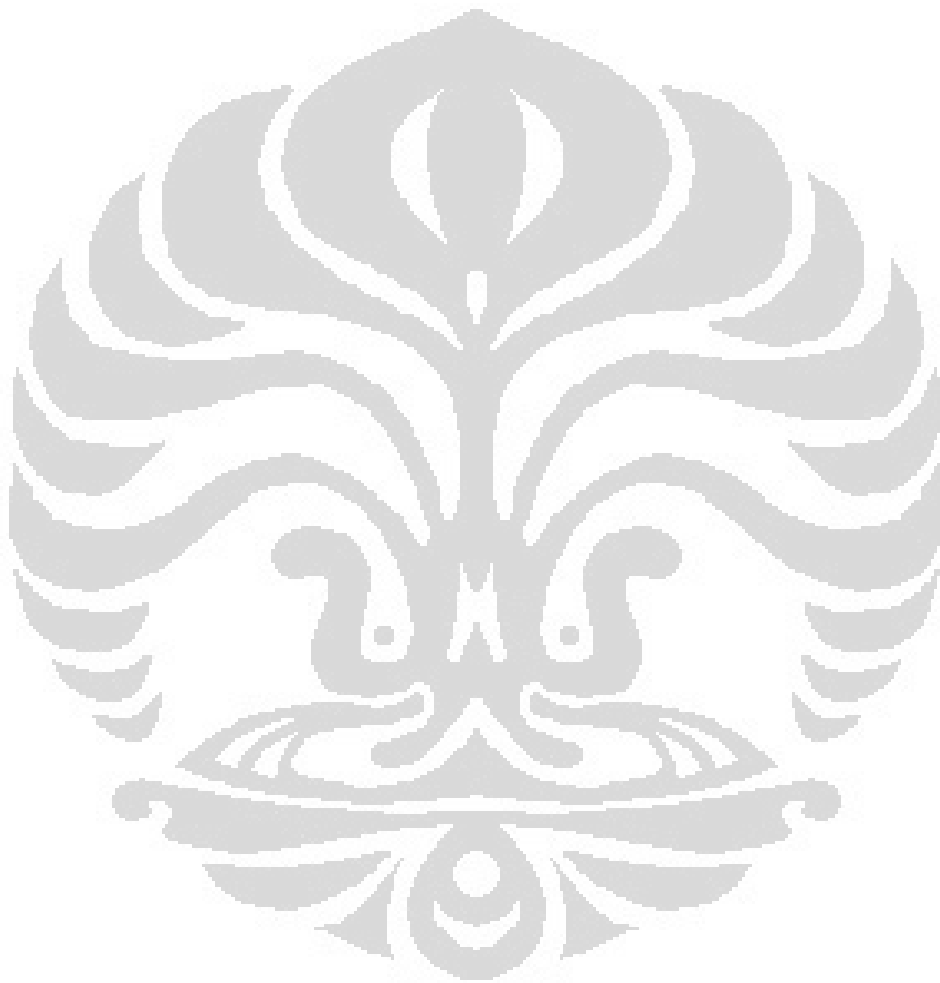
Air merupakan salah satu sumber asupan fluorida yang cukup tinggi. Dengan demikian, kadar fluorida dalam air yang digunakan untuk dikonsumsi haruslah diperhatikan agar tidak berlebihan. Air minum dengan kadar fluorida \pm 0,4 ppm pada daerah tropis sudah dapat menimbulkan fluorosis, terkait dengan konsumsi air yang lebih tinggi dibandingkan dengan daerah beriklim dingin (Munadzirah, 1997).

Adanya penelitian terhadap kualitas air minum dari sumber air tanah dan air PAM penting untuk dilakukan terutama di daerah Jakarta dan sekitarnya yang merupakan daerah industri serta padat penduduk. Tingginya kemungkinan terjadinya pencemaran pada air tanah di daerah industri dapat mempengaruhi kualitas air tersebut untuk penggunaan sehari-hari terutama sebagai sumber air minum. Hal ini berdasarkan penelitian bahwa Fluorida juga dilepaskan sebagai limbah dari berbagai proses industri seperti pabrik yang memproduksi baja, aluminium, tembaga, dan nikel, serta pabrik lainnya seperti pengolahan fosfat, pupuk, gelas/kaca, pembuatan keramik dan bata, serta produksi lem. (WHO,2002).

Penetapan kadar fluorida dapat dilakukan dengan berbagai metode, antara lain dengan kromatografi-ion, *ion-selective electrode*, dan kolorimetri (Fawell, Bailey, Chilton, Dahi, Fewtrell, & Magara, 2006). Diantara metode yang disarankan untuk penentuan ion fluorida dalam air, metode elektroda dan kolorimetri merupakan metode yang paling memuaskan pada saat ini (Pudjianto, 1984). Pada penelitian ini digunakan metode kolorimetri dengan spektrofotometer setelah penambahan pereaksi SPADNS-asam zirkonil untuk mengetahui kadar fluorida dalam air tanah dan air PAM.

1.2. Tujuan Penelitian

- a. Mendapatkan kondisi yang optimum dan valid untuk analisis ion fluorida secara spektrofotometri dengan pereaksi SPADNS.
- b. Mengetahui kandungan ion fluorida yang terdapat dalam sampel air tanah dan air PAM di masyarakat secara spektrofotometri dengan pereaksi SPADNS.



BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Ion fluorida

Fluorida merupakan komponen dalam tanah dengan kadar total berkisar antara 20 hingga 1000 µg/g pada daerah tanpa adanya simpanan/sumber fluorida alami, dan dapat meningkat hingga ribuan mikrogram per gram pada tanah dengan sumber fluorida. Kandungan fluorida yang berpengaruh secara biologis pada tanaman dan hewan merupakan komponen fluorida yang terlarut (WHO, 2002).

Kadar ion fluorida dalam air tanah bergantung pada sifat geologis, kimia, dan fisika, serta iklim dari suatu area. Umumnya, mata air dan air sumur mengandung konsentrasi ion fluorida yang lebih tinggi dibanding air permukaan seperti danau dan sungai. Kandungan ion fluorida dalam air dapat meningkat oleh adanya kegiatan manusia seperti fluoridasi pada air, pembuangan limbah, dan pengaruh dari kegiatan industri. Kontaminan dalam limbah dan pembuangan industri juga dapat meningkatkan konsentrasi ion fluorida dalam air (Weinstein & Davison, 2004)

Fluorida dilepaskan sebagai limbah dari berbagai proses industri seperti pabrik yang memproduksi baja, aluminium, tembaga, dan nikel, serta pabrik lainnya seperti pengolahan fosfat, pupuk, gelas/kaca, pembuatan keramik dan bata, serta produksi lem. Penggunaan pestisida yang mengandung fluorida juga mempengaruhi fluorida pada sumber tanah. Produksi fosfat dan pabrik aluminium merupakan industri yang utama dalam pelepasan fluorida ke lingkungan (WHO, 2002).

2.1.1 Metabolisme fluorida

2.1.1.1 Absorpsi

75-90 persen dari fluorida yang masuk ke dalam pencernaan akan diabsorpsi. Dalam suasana lambung yang asam, ± 40 persen dari fluorida yang masuk ke saluran pencernaan diabsorpsi sebagai HF. Peningkatan pH lambung akan menurunkan absorpsi dengan cara menurunkan konsentrasi ambilan HF. Fluorida yang tidak diabsorpsi di lambung akan diabsorpsi di dalam usus, dimana

pada usus absorpsi tidak dipengaruhi oleh pH (Fawell, Bailey, Chilton, Dahi, Fewtrell, & Magara, 2006). Fluor yang dapat larut dalam air hampir seluruhnya diabsorpsi, sedangkan dalam makanan hanya 50-80 persen (Andajani, 1995).

2.1.1.2 Distribusi

Setelah diabsorpsi ke dalam darah, fluorida didistribusikan secara cepat ke seluruh tubuh dan hingga 99 persen fluorida bertahan pada daerah yang kaya kalsium seperti tulang dan gigi (dentin dan enamel). Pada bayi, sekitar 80-90 persen dari fluorida yang diabsorpsi akan tersimpan namun pada orang dewasa hanya sekitar 60 persen. Fluorida dapat menembus plasenta dan juga ditemukan pada ASI dengan kadar rendah. Tingkat kadar fluorida yang ditemukan dalam tulang bervariasi bergantung pada bagian tulang, usia, dan jenis kelamin masing-masing individu. Fluorida yang terdapat dalam tulang merupakan hasil paparan fluorida jangka panjang (Fawell, Bailey, Chilton, Dahi, Fewtrell, & Magara, 2006).

2.1.1.3 Ekskresi

Tiga jalan utama pengeluaran fluorida dari tubuh ialah melalui urin, tinja, dan keringat. Saliva dan ASI merupakan jalur ekskresi yang dapat diabaikan. Fluorida diekskresi terutama melalui urin (90-95%). Selebihnya melalui tinja dan sedikit melalui keringat. Ekskresi fluorida ini dipengaruhi juga oleh aktivitas pertumbuhan tulang. Pada anak yang sedang aktif tumbuh, ekskresi fluorida lebih sedikit dibandingkan dengan orang dewasa yang pertumbuhan tulangnya sudah matang dan mineralisasi giginya sudah lengkap (Nizel, 1981; Kuriyama dkk, 1977 *cit.* Wei dan Hattab, 1988) (Andajani, 1995).

Senyawa fluorida yang tidak larut dan tidak diserap di saluran cerna akan dikeluarkan dalam keadaan tidak berubah melalui tinja. Dalam keadaan normal kira-kira 10 persen dari pemasukan total fluorida dalam tubuh akan dikeluarkan melalui tinja (Andajani, 1995).

2.1.2 Efek pada manusia

2.1.2.1 Efek pada gigi

Kadar fluorida yang tinggi memiliki kaitan dengan terjadinya dental fluorosis (suatu keadaan dimana gigi menjadi kekuningan atau kecoklatan dan terdapat bintik-bintik pada enamel gigi) sementara kadar yang rendah yaitu kurang dari 0,1 mg/L memiliki kaitan dengan tingginya kejadian kerusakan gigi (karies), meskipun status nutrisi juga merupakan faktor yang berpengaruh (Fawell, Bailey, Chilton, Dahi, Fewtrell, & Magara, 2006). Kadar fluorida sekitar 1,0 mg/L dapat mencegah keroposnya gigi (*caries dentis*) secara efektif tanpa pengaruh yang berbahaya pada kesehatan. Jika kadar fluorida melampaui batas yang dianjurkan bisa menyebabkan fluorosis (Pudjianto, 1984).

2.1.2.2 Efek pada tulang

Terjadinya skeletal fluorosis endemik telah dilaporkan di berbagai belahan dunia termasuk India, China, dan Afrika. Hal ini berkaitan dengan konsumsi air yang mengandung fluorida berlebih. Skeletal fluorosis yang terjadi karena tingginya paparan fluorida dapat mengakibatkan kalsifikasi ligamen dan tendon, serta kelainan bentuk tulang yang parah (Fawell, Bailey, Chilton, Dahi, Fewtrell, & Magara, 2006).

Salah satu bentuk fluorosis yang mungkin terjadi adalah kerapuhan tulang, dimana dalam penelitian epidemiologi di China menunjukkan hubungan antara asupan fluorida dari air dan sumber lainnya dengan respon dosis dimana terdapat kejadian kerapuhan tulang pada asupan fluorida yang sangat rendah yaitu di bawah 0,34 mg/L dan asupan fluorida yang sangat tinggi yaitu di atas 4,32 mg/L (Fawell, Bailey, Chilton, Dahi, Fewtrell, & Magara, 2006).

2.2 Air Tanah

Berdasarkan Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia No. 528/MEN.KES/PER/XII/1982 tentang kualitas air tanah yang berhubungan dengan kesehatan, yang dimaksud dengan air tanah adalah semua air yang terdapat dalam lapisan pengandung air di bawah permukaan tanah, baik sebagai air tanah bebas maupun sebagai air artesis. Menurut Kadek D. Harmayani (2007),

Universitas Indonesia

air tanah adalah air yang tersimpan/terperangkap di dalam lapisan batuan yang mengalami pengisian/penambahan secara terus menerus oleh alam.

2.2.1 Sifat-Sifat Air Tanah

Air tanah secara umum mempunyai sifat-sifat yang menguntungkan, namun dari segi kimiawi air tanah mempunyai beberapa karakteristik tertentu tergantung pada lapisan kesadahan, kalsium, magnesium, sodium, bikarbonat, pH, dan lain-lainnya. Keuntungan pemanfaatan air tanah diantaranya pada umumnya bebas dari bakteri patogen, dapat dipakai tanpa pengolahan lebih lanjut, serta praktis dan ekonomis untuk mendapatkan dan membagikannya. Sementara itu kerugiannya antara lain sering kali mengandung banyak mineral-mineral seperti Fe, Mn, Ca dan sebagainya, serta membutuhkan pemompaan untuk memperolehnya (Harmayani, 2007).

2.3 Air PAM

PAM atau Perusahaan Air Minum merupakan suatu lembaga yang dibentuk oleh pemerintah sebagai wadah dalam usaha-usaha persiapan, pengendalian dan pengawasan, serta pembinaan proyek air bersih sehingga akan diperoleh hasil pelayanan yang baik kepada masyarakat. Perusahaan air minum dalam usahanya memenuhi kebutuhan air bersih menggunakan berbagai sumber air yang dikenal sebagai air baku. Air baku tersebut dapat berasal dari :

- a. Air sumber, yaitu air yang berasal dari mata air
- b. Air tanah, yang biasanya diperoleh dari sumur artesis
- c. Air permukaan, yaitu air yang berasal dari sungai, danau, dan sebagainya.

(Mangkoesoebroto, 1987)

Air baku tersebut akan digunakan sebagai *input* utama yang akan dikelola atau diproses lebih lanjut sehingga dihasilkan air bersih yang memenuhi syarat untuk dikonsumsi (Mangkoesoebroto, 1987). Kualitas air yang dihasilkan oleh PAM masih merupakan air bersih yang harus dipanaskan terlebih dahulu untuk dapat dikonsumsi (Kodoatie dan Sjarief, 2005).

Proses pengolahan air minum merupakan proses perubahan sifat fisik, kimia, dan biologi air baku agar memenuhi syarat untuk digunakan sebagai air minum. Tujuan dari pengolahan air minum adalah :

- a. Menurunkan tingkat kekeruhan
- b. Mengurangi bau, rasa, dan warna
- c. Menurunkan jumlah atau mematikan mikroorganisme
- d. Mengurangi kadar bahan-bahan yang terlarut dalam air
- e. Menurunkan kesadahan
- f. Memperbaiki derajat keasaman (pH).

(Kusnaedi, 1997).

2.4 Air minum

Berdasarkan Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia No. 492/MENKES/PER/IV/2010 tentang persyaratan kualitas air minum disebutkan bahwa yang dimaksud dengan air minum adalah air yang melalui proses pengolahan atau tanpa proses pengolahan yang memenuhi syarat kesehatan dan dapat langsung diminum. Air minum tersebut dikatakan aman apabila memenuhi persyaratan fisika, mikrobiologis, kimiawi, dan radioaktif.

Tabel 2.1 Persyaratan kualitas air minum berdasarkan peraturan menteri kesehatan nomor 492/MENKES/PER/IV/2010 tanggal 19 April 2010

No.	Jenis parameter	Satuan	Kadar maksimum yang diperbolehkan	
1.	Parameter yang berhubungan langsung			
	a. Parameter Mikrobiologi			
	E.Coli	Jumlah per 100 mL sampel	0	
	Total Bakteri Koliform	Jumlah per 100 mL sampel	0	
	b. Kimia anorganik			
	Arsen	mg/L	0,01	
	Fluorida	mg/L	1,5	
	Total Kromium	mg/L	0,05	
	Kadmium	mg/L	0,003	
	Nitrit (Sebagai NO ₂)	mg/L	3	
	Nitrat (Sebagai NO ₃)	mg/L	50	
	Sianida	mg/L	0,07	
	Selenium	mg/L	0,01	
	2.	Parameter yang tidak langsung berhubungan dengan		
	a. Parameter Fisik			
	Bau		Tidak berbau	
	Warna	TCU	15	
Total zat padat terlarut (TDS)	mg/L	500		
Kekeruhan	NTU	5		
Rasa		Tidak berasa		
Suhu	°C	suhu udara ± 3		
b. Parameter Kimiawi				
Aluminium	mg/L	0,2		
Besi	mg/L	0,3		
Kesadahan	mg/L	500		
Klorida	mg/L	250		
Mangan	mg/L	0,4		
pH		6,5-8,5		
Seng	mg/L	3		
Sulfat	mg/L	250		
Tembaga	mg/L	2		
Ammonia	mg/L	1,5		

Kualitas air yang digunakan sebagai air minum sebaiknya memenuhi persyaratan fisik, persyaratan kimia, dan persyaratan mikrobiologis.

2.4.1 Persyaratan fisik

Persyaratan fisik bagi air minum yang baik antara lain :

a. Tidak berwarna

Air untuk keperluan rumah tangga harus jernih. Air yang berwarna berarti mengandung bahan yang berbahaya bagi kesehatan.

b. Temperaturnya normal

Air yang baik harus memiliki temperatur sama dengan temperatur udara (20-26 C). Air yang secara mencolok mempunyai temperatur diatas atau dibawah temperatur udara, berarti mengandung zat-zat tertentu atau sedang terjadi proses tertentu (proses dekomposisi oleh mikroorganisme yang menghasilkan energi) yang mengeluarkan atau menyerap energi dalam air.

c. Rasanya tawar

Air bisa dirasakan oleh lidah. air yang terasa asam, manis, pahit atau asin menunjukkan bahwa kualitas air tersebut tidak baik. Rasa asin disebabkan oleh adanya garam tertentu yang larut dalam air, sedangkan rasa asam diakibatkan adanya asam organik maupun asam anorganik.

d. Tidak berbau

Air yang baik memiliki ciri tidak berbau bila dicium dari jauh maupun dari dekat. Air yang berbau busuk mengandung bahan organik yang sedang mengalami dekomposisi (penguraian) oleh mikroorganisme air.

e. Jernih atau tidak keruh

Air yang keruh disebabkan oleh adanya butiran-butiran koloid dari bahan tanah liat. Semakin banyak kandungan koloid maka air semakin keruh. Derajat kekeruhan dinyatakan dengan satuan unit.

f. Tidak mengandung zat padatan

Air minum yang baik tidak boleh mengandung zat padatan. Walaupun jernih, air yang mengandung padatan yang terapung tidak baik digunakan sebagai air minum. Apabila air dididihkan, zat padat tersebut dapat larut sehingga menurunkan kualitas air minum.

2.4.2 Persyaratan Kimia

Kualitas air di tergolong baik bila memenuhi persyaratan kimia sebagai berikut:

a. pH netral

Derajat keasaman air minum harus netral, tidak boleh bersifat asam maupun basa. Air yang mempunyai pH rendah akan terasa asam. Contoh air alam yang terasa asam adalah air gambut. Air murni mempunyai pH 7.

b. Tidak mengandung bahan kimia beracun

Air yang berkualitas baik tidak mengandung bahan kimia beracun seperti sianida, sulfida dan fenolik.

c. Tidak mengandung garam atau ion-ion logam

Air yang berkualitas baik tidak mengandung garam atau ion logam seperti Hg (raksa/merkuri), Mn (mangan), dan Cr (kromium).

d. Kesadahan rendah

Tingginya tingkat kesadahan berhubungan dengan garam-garam yang terlarut di dalam air terutama garam kalsium (Ca) dan magnesium (Mg).

e. Tidak mengandung bahan organik

Kandungan bahan organik dalam air dapat terurai menjadi zat-zat yang berbahaya bagi kesehatan. Bahan-bahan organik itu seperti NH_4 , H_2S , SO_4^{2-} , dan NO_3 .

2.4.3 Persyaratan mikrobiologis

a. Tidak mengandung bakteri patogen, misalnya bakteri golongan Coli, *Salmonella typhi*, dan *Vibrio cholera*. Kuman-kuman ini mudah menyebar melalui air.

b. Tidak mengandung bakteri nonpatogen seperti *Actinomyces*, *Phytoplankton coliform*, dan *Cladocera*.

(Kusnaedi, 1997)

2.5 Spektrofotometer UV-Vis

2.5.1 Dasar teori

Sinar ultraviolet dan sinar tampak merupakan suatu bentuk radiasi elektromagnetik dan dapat dianggap sebagai energi yang merambat dalam bentuk gelombang. Karena bersifat sebagai gelombang maka beberapa parameter perlu diketahui, misalnya panjang gelombang, frekuensi, bilangan gelombang, dan serapan.

Setiap molekul memiliki energi yang merupakan jumlah dari komponen energi translasional, vibrasional, rotasional, dan elektronik. Jika suatu molekul dikenai suatu radiasi elektromagnetik pada frekuensi yang sesuai maka akan terjadi penyerapan (absorpsi) energi yang sesuai oleh molekul. Sinar ultraviolet dan sinar tampak dapat memberikan energi yang cukup untuk menyebabkan terjadinya transisi elektronik. Terjadinya transisi elektronik tersebut akan meningkatkan energi molekuler dari keadaan yang paling rendah/keadaan dasar (*ground state*) ke tingkat energi tereksitasi.

Spektrofotometer UV-Vis dapat digunakan baik untuk informasi kualitatif maupun analisa kuantitatif. Dalam aspek kuantitatif, suatu berkas radiasi dikenakan pada cuplikan (larutan sampel) dan intensitas sinar radiasi yang diteruskan diukur besarnya. Radiasi yang diserap oleh cuplikan ditentukan dengan membandingkan intensitas sinar yang diteruskan dengan intensitas sinar yang diserap. Intensitas atau kekuatan radiasi cahaya sebanding dengan jumlah foton yang melalui satuan luas penampang perdetik. Serapan dapat terjadi jika radiasi yang mengenai cuplikan memiliki energi yang sama dengan energi yang dibutuhkan untuk menyebabkan terjadinya perubahan tenaga.

Lambert dan Beer telah menurunkan secara empirik hubungan antara intensitas cahaya yang ditransmisikan dengan tebalnya larutan dan hubungan antara intensitas tadi dengan konsentrasi zat.

Hukum Lambert-Beer :

$$A = abc$$

Dimana :

A = absorban

a = absorptivitas

Universitas Indonesia

b = tebal kuvet

c = konsentrasi

Hukum Lambert dan Beer menyatakan bahwa intensitas yang diteruskan oleh larutan zat penyerap berbanding lurus dengan tebal dan konsentrasi larutan.

Ada beberapa hal yang harus diperhatikan dalam analisis dengan spektrofotometri UV-Vis terutama untuk senyawa yang semula tidak berwarna yang akan dianalisis dengan spektrofotometri visibel karena senyawa tersebut harus diubah terlebih dahulu menjadi senyawa yang berwarna. Hal-hal yang harus diperhatikan tersebut diantaranya :

- a. Jika senyawa analisis tidak menyerap sinar UV-vis, maka dapat diubah menjadi senyawa lain atau direaksikan dengan pereaksi tertentu. Pereaksi yang digunakan harus memiliki reaksi yang selektif dan sensitif, serta reaksinya cepat, kuantitatif, dan reproduibel.
- b. Penentuan waktu operasional biasa ditetapkan untuk pengukuran hasil reaksi atau pembentukan warna. Hal ini bertujuan untuk mengetahui waktu pengukuran yang stabil. Semakin lama waktu pengukuran, maka ada kemungkinan senyawa yang berwarna tersebut menjadi rusak atau terurai sehingga intensitas warnanya turun, akibatnya absorbansinya juga turun.
- c. Pemilihan panjang gelombang yang digunakan untuk analisa adalah panjang gelombang yang mempunyai absorbansi maksimal. Ada beberapa alasan mengapa harus menggunakan panjang gelombang maksimal, yaitu pada panjang gelombang maksimum, kepekaannya juga maksimum karena perubahan absorbansi untuk setiap perubahan konsentrasi adalah yang paling besar, serta pada panjang gelombang maksimum, bentuk kurva absorbansi cenderung datar.

(Gandjar & Rohman, 2007)

2.5.2 Komponen instrumen

Spektrofotometer yang sesuai untuk pengukuran di daerah spektrum ultraviolet dan sinar tampak terdiri atas suatu sistem optik dengan kemampuan menghasilkan sinar monokromatis dalam jangkauan panjang gelombang 200-800

Universitas Indonesia

nm (Gandjar & Rohman, 2007). Terdapat komponen penting yang dibutuhkan dalam spektrofotometer. Diantaranya :

a. Sumber radiasi

Dua sumber radiasi digunakan dalam spektrofotometer uv/vis yang dapat mencakup rentang panjang gelombang antara 200 nm hingga 800 nm (Denney & Sinclair, 1987).

Sumber radiasi yang ideal untuk pengukuran serapan harus dapat menghasilkan intensitas yang seragam dan stabil untuk waktu tertentu pada panjang gelombang yang sedang diamati. Lampu deuterium dan lampu hidrogen digunakan untuk mendapatkan radiasi sinambung antara 180 nm hingga 350 nm dan sangat umum digunakan dalam spektrofotometri ultraviolet. Untuk sumber radiasi visible digunakan lampu filamen tungsten. Filamen tungsten menghasilkan radiasi kontinu pada daerah panjang gelombang antara 350 nm dan 900 nm (Sastrohamidjojo, 1991; Gandjar & Rohman, 2007).

b. Monokromator

Monokromator berfungsi untuk menentukan pita panjang gelombang yang akan melewati sel sampel (Denney & Sinclair, 1987).

Dalam spektrofotometri ada dua jenis alat yang digunakan untuk menguraikan radiasi polikromatik menjadi monokromatik, yaitu filter dan monokromator. Monokromator merupakan serangkaian alat yang optik yang menguraikan radiasi polikromatik menjadi panjang gelombang tunggalnya (monokromatik) (Sastrohamidjojo, 1991).

c. Tempat cuplikan

Kuvet untuk ultraviolet terbuat dari silika, sementara untuk visible terbuat dari kaca atau plastik (Denney & Sinclair, 1987).

Cuplikan yang akan diukur ditempatkan dalam sel atau kuvet. Kuvet yang terbuat dari kuarts atau silika lebur dapat digunakan untuk pengukuran di daerah UV-Vis. Kuvet untuk pengukuran bervariasi panjang jalurnya dari 1 cm sampai 10 cm (Sastrohamidjojo, 1991).

d. Detektor

Detektor menyerap tenaga foton yang mengenainya dan mengubah tenaga tersebut agar dapat terukur secara kuantitatif. Kebanyakan detektor menghasilkan sinyal listrik yang dapat mengaktifkan meter atau pencatat. Detektor yang digunakan dalam spektrofotometer ultraviolet dan tampak disebut detektor fotolistrik (Sastrohamidjojo, 1991).

2.6 Validasi metode analisis

Validasi metoda analisis adalah suatu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu, berdasarkan percobaan laboratorium, untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk penggunaannya (Harmita, 2004).

2.6.1 Kecermatan (*accuracy*)

Kecermatan adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Kecermatan dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*recovery*) analit yang ditambahkan. Kecermatan ditentukan dengan dua cara yaitu metode simulasi (*spiked-placebo recovery*) atau metode penambahan baku (*standard addition method*).

Dalam metode simulasi, sejumlah analit bahan murni ditambahkan ke dalam campuran bahan pembawa sediaan farmasi (placebo) lalu campuran tersebut dianalisis dan hasilnya dibandingkan dengan kadar analit yang ditambahkan (kadar yang sebenarnya). Dalam metode penambahan baku, sampel dianalisis lalu sejumlah tertentu analit yang diperiksa ditambahkan ke dalam sampel dicampur dan dianalisis lagi. Selisih kedua hasil dibandingkan dengan kadar yang sebenarnya (hasil yang diharapkan). Dalam kedua metode tersebut, persen perolehan kembali dinyatakan sebagai rasio antara hasil yang diperoleh dengan hasil yang sebenarnya (Harmita, 2004).

2.6.2 Keseksamaan (*precision*)

Keseksamaan adalah ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual. Keseksamaan diukur melalui penyebaran hasil individual dari

Universitas Indonesia

rata-rata dan dinyatakan sebagai simpangan baku atau simpangan baku relative (koefisien variasi) (Harmita, 2004; WHO, 1997).

Kriteria seksama diberikan jika metode memberikan simpangan baku relatif atau koefisien variasi 2% atau kurang. Akan tetapi kriteria ini sangat fleksible tergantung pada konsentrasi analit yang diperiksa, jumlah sampel, dan kondisi laboratorium. Dari penelitian ditemukan bahwa koefisien variasi meningkat seiring dengan menurunnya konsentrasi analit (Harmita, 2004).

2.6.3 Linearitas dan rentang

Linearitas adalah kemampuan metoda analisis yang memberikan respon yang proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Rentang metode adalah pernyataan batas terendah dan tertinggi analit yang sudah ditunjukkan dapat ditetapkan dengan kecermatan, keseksamaan dan linearitas yang dapat diterima (Harmita, 2004; WHO, 1997).

Sebagai parameter adanya hubungan linier digunakan koefisien korelasi r pada analisis regresi linier $Y = a + bX$. Hubungan linier 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 yaitu simpangan baku residual (S_y) (Harmita, 2004).

2.6.4 Batas Deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ)

Batas deteksi adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi yang masih memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blanko. Batas deteksi merupakan parameter uji batas. Batas kuantitasi merupakan parameter pada analisis renik dan diartikan sebagai kuantitas terkecil analit dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama.

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 ($S_{y/x}$) (Harmita, 2004).

2.7 Analisis kuantitatif fluorida dalam air dengan spektrofotometri menggunakan pereaksi spadns-asam zirkonil

Pada metode analisis fluorida secara spektrofotometri *visible* atau dengan spektrokolorimetri digunakan peraksi SPADNS (Sodium 2-parasulfofenylazo 20-1,8-dihidroksi-3,6-naftalen disulfonat). Metode ini didasarkan pada reaksi antara fluorida dengan zat warna zirkonium. SPADNS tidak bereaksi secara langsung dengan fluorida tetapi harus direaksikan terlebih dahulu dengan zirkonil klorida ($ZrOCl_2$) untuk membentuk suatu kompleks yang berwarna merah pekat. Fluorida dapat bereaksi dengan reagen tersebut, membentuk kompleks anion yang tidak berwarna yaitu ZrF_6^{2-} . Dengan adanya peningkatan kadar fluorida, maka warna yang terbentuk akan semakin pudar (Clesceri, Greenberg, & Trussell, 1989).

Metode pengamatan serapan fluorida secara spektrofotometri menggunakan peraksi SPADNS-asam zirkonil ini merupakan metode pengamatan secara tidak langsung dimana yang diamati adalah pengurangan serapan kompleks peraksi SPADNS-asam zirkonil tersebut, bukan serapan kompleks peraksi SPADNS-asam zirkonil yang ditambahkan dengan ion fluorida. Pengurangan serapan peraksi SPADNS-asam zirkonil klorida ini sebanding dengan konsentrasi fluorida dalam zat uji yang kemudian diukur dengan menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang 580 nm (Badan Standardisasi Nasional, 2005; Ghaderpoori, Khaniki, Dehghani, Shams, & Zarei, 2009).

Reaksi yang terjadi antara ion fluorida dengan peraksi SPADNS-asam zirkonil berlangsung cepat sehingga sampel dapat diuji dalam 10 menit setelah penambahan reagen. Metode ini dapat diterapkan secara langsung pada sampel air minum tanpa perlakuan khusus sebelumnya dan tidak terlalu sensitif terhadap ion lain yang biasanya terdapat dalam air (Rakshit, 2004).

Metode ini dipilih dengan berbagai pertimbangan, yaitu sederhana atau tidak melibatkan instrumen yang canggih, serta memberikan hasil yang cukup akurat (Nisa, 2010).

BAB 3 METODE PENELITIAN

3.1 Lokasi dan waktu penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Analisis Kuantitatif Departemen Farmasi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia pada bulan Maret hingga Mei 2011.

3.2 Bahan

3.2.1 Bahan kimia

Standard Natrium Fluorida (Merck diperoleh dari Departemen Kimia Universitas Indonesia), Sodium 2-parasulfofenilazo 1,8-dihidroksi-3,6-naftalen disulfonat (SPADNS) (Merck) , Zirkonil klorida oktahidrat (Merck), Asam klorida Pekat (Mallinckrodt), dan Aquadest.

3.2.2 Sampel air tanah dan air PAM

Sampel air tanah diperoleh dari berbagai kawasan industri yaitu daerah kawasan industri Cikarang (sampel T1, T2, dan T3), Jalan Raya Bogor (sampel T4, T5, dan T6), kawasan industri Pulo Gadung (sampel T7, T8, dan T9) dan kawasan Tanjung Priuk (sampel T10, T11, dan T12). Sampel air PAM diperoleh dari 3 lokasi perusahaan air minum di kawasan Jakarta (P1, P2, dan P3).

3.3 Alat

Spektrofotometer UV-Vis (Jasco V-630), Timbangan analitik (Acculab), mikro pipet (Socorex), lemari pendingin, alat-alat gelas.

3.4 Cara kerja

3.4.1 Pembuatan larutan induk dan larutan standar fluorida

3.4.1.1 Larutan induk fluorida

Larutan induk ion fluorida dibuat dengan cara menimbang secara seksama natrium fluorida 221,0 mg, dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL kemudian dilarutkan dengan aquadest hingga volume 100,0 mL dan kocok sampai homogen.

3.4.1.2 Larutan standar fluorida

Larutan induk ion fluorida dipipet 10,0 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL kemudian dilarutkan dengan aquadest hingga volume 100,0 mL dan kocok sampai homogen.

3.4.2 Pembuatan larutan pereaksi SPADNS

SPADNS (sodium 2-(parasulfophenylazo)-1,8- dihydroxy-3,6-naphthalene disulfonate) ditimbang seksama sebanyak 958 mg, lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 500,0 ml dan dilarutkan dengan aquadest hingga batas labu ukur. Larutan ini disimpan pada tempat yang terlindungi dari cahaya matahari langsung.

3.4.3 Pembuatan larutan asam zirkonil

Zirkonil klorida oktahidrat ($ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$) ditimbang sebanyak 133 mg, lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 500,0 ml dan dilarutkan dengan 25 ml aquadest. Kemudian ditambahkan 350 ml asam klorida pekat ke dalam labu ukur tersebut lalu dicukupkan volumenya hingga batas labu dengan aquadest.

3.4.4 Pembuatan pereaksi SPADNS- asam zirkonil

Sejumlah volume yang sama antara larutan SPADNS dicampurkan dengan larutan asam zirkonil (1:1). Pereaksi kombinasi tersebut stabil selama ± 2 tahun (Badan Standardisasi Nasional, 2005).

3.4.5 Pembuatan larutan pembanding (*reference solution*)

10 mL larutan SPADNS (sodium 2-parasulfofenylazo 1,8-dihidroksi-3,6-naftalen disulfonat) ditambahkan ke dalam 100 mL aquadest dan dicampurkan dengan 10 mL aquadest yang mengandung 7 mL asam klorida pekat.

3.4.6 Optimasi kondisi analisis ion fluorida dengan pereaksi SPADNS-asam zirkonil secara spektrofotometri

3.4.6.1 Penentuan panjang gelombang maksimum

Larutan standar ion fluorida dipipet 10,0 mL kemudian diencerkan dengan aquadest hingga volume 100,0 mL. Dari larutan ini dipipet 4,0 mL, dan diencerkan dengan aquadest hingga 50,0 mL. Setelah itu, diambil larutan tersebut sebanyak 10,0 ml kemudian tambahkan larutan pereaksi SPADNS-asam zirkonil sebanyak 2,0 mL kemudian kocok sampai homogen. Diukur serapan pada panjang gelombang 500-600 nm dengan menggunakan blanko larutan pembanding SPADNS.

3.4.6.2 Penentuan kestabilan serapan warna kompleks hasil reaksi ion fluorida dengan pereaksi SPADNS-asam zirkonil

Larutan standar ion fluorida dipipet 10,0 mL kemudian diencerkan dengan aquadest hingga volume 100,0 mL. Dari larutan ini dipipet 4,0 mL, dan diencerkan dengan aquadest hingga 50,0 mL. Setelah itu, diambil larutan tersebut sebanyak 10,0 ml kemudian tambahkan larutan pereaksi SPADNS-asam zirkonil sebanyak 2,0 mL kemudian kocok sampai homogen. Diukur serapannya pada panjang gelombang maksimum setiap 5 menit selama 30 menit dengan menggunakan blanko larutan pembanding SPADNS.

3.4.7 Validasi metode analisis fluorida secara spektrofotometri UV-Vis

3.4.7.1 Pembuatan kurva kalibrasi

Larutan standar ion fluorida dipipet 10,0 mL kemudian diencerkan dengan aquadest hingga volume 100,0 mL. Larutan tersebut dipipet 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; dan 7,0 mL, kemudian diencerkan kembali dengan aquadest hingga volume 50,0 mL (kadar 0,1 – 1,4 ppm). Setelah itu, diambil larutan tersebut masing-

masing sebanyak 10,0 ml kemudian tambahkan larutan pereaksi SPADNS-asam zirkonil sebanyak 2,0 mL dan dikocok sampai homogen. Serapannya diukur pada panjang gelombang maksimum dengan menggunakan blanko larutan pembanding SPADNS.

3.4.7.2 Penentuan batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ)

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

3.4.7.3 Uji keterulangan pembentukan warna hasil reaksi antara ion fluorida dengan pereaksi SPADNS-asam zirkonil

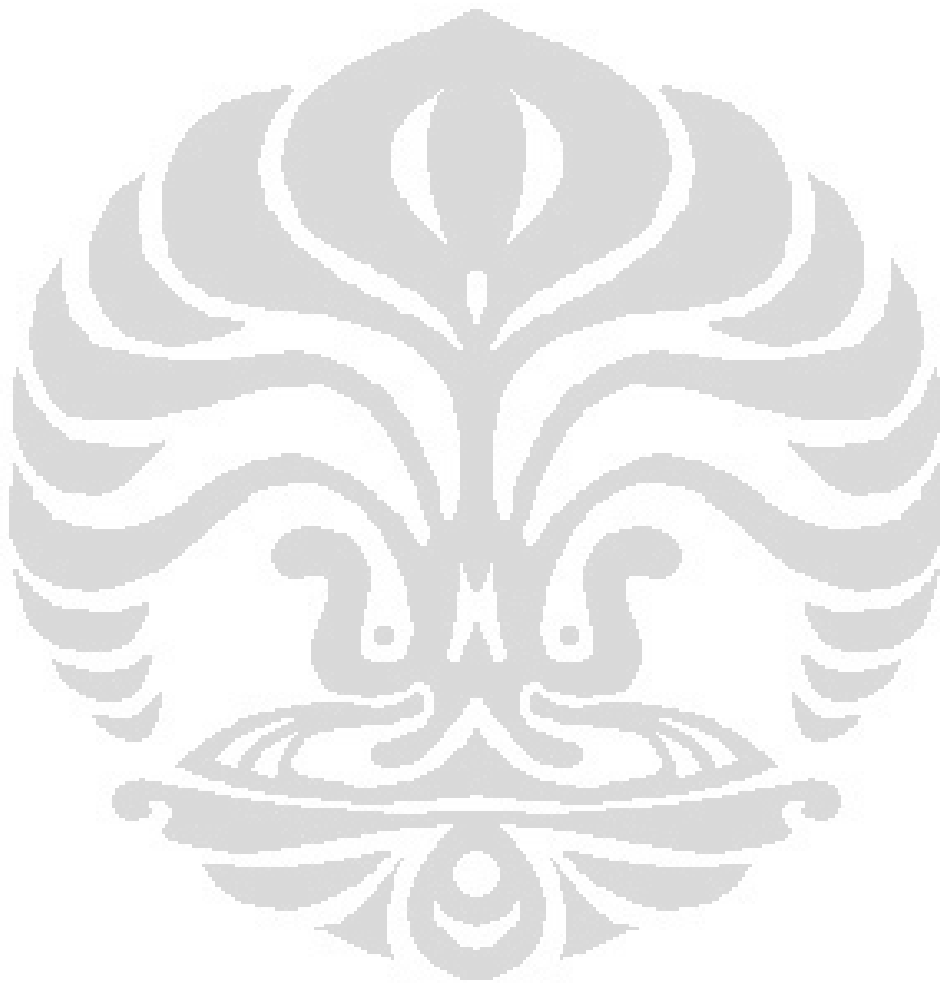
Dibuat 6 buah larutan ion fluorida dengan konsentrasi 0,8 mg/L kemudian diukur serapannya pada panjang gelombang maksimum dengan menggunakan blanko larutan pembanding SPADNS.

3.4.7.4 Uji perolehan kembali pada sampel air tanah dan air PAM

Pada uji perolehan kembali ion fluorida, larutan yang akan diuji dibagi menjadi tiga kelompok. Sampel dipipet sebanyak 10,0 mL. Kelompok pertama ditambahkan 10 ul larutan standar ion fluorida dengan konsentrasi 100 mg/L. Kelompok kedua ditambahkan 60 ul larutan standar ion fluorida dengan konsentrasi 100 mg/L. Kelompok ketiga ditambahkan 120 ul larutan standar ion fluorida dengan konsentrasi 100 mg/L. Setelah itu masing-masing larutan ditambahkan 2,0 mL pereaksi SPADNS-asam zirkonil dan kemudian kocok sampai homogen. Dibuat tiga kali ulangan untuk masing-masing kelompok. Masing-masing larutan diukur dengan menggunakan spektrofotometer kemudian serapannya dicatat.

3.4.8 Penetapan kadar fluorida pada sampel air tanah dan air PAM

Larutan sampel dipipet sebanyak 10,0 ml. Kemudian ditambahkan 2,0 ml pereaksi SPADNS-asam zirkonil dan dikocok sampai homogen. Lalu diukur serapannya pada panjang gelombang maksimum dengan menggunakan blanko larutan pembanding SPADNS.



BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Pembuatan larutan induk dan larutan standar ion fluorida

NaF sebanyak 221 mg yang dilarutkan dengan akuades menghasilkan larutan induk ion fluorida dengan konsentrasi sebesar 1000 mg/L. Kemudian pengenceran terhadap larutan induk tersebut menghasilkan larutan standar ion fluorida dengan konsentrasi 100 mg/L. Larutan standar tersebut selanjutnya digunakan untuk membuat larutan dengan konsentrasi yang diinginkan pada tahap-tahap berikutnya.

4.2 Pembuatan larutan pembanding (*reference solution*)

Larutan pembanding yang dibuat dengan mencampurkan larutan pereaksi SPADNS dengan asam klorida pekat menghasilkan larutan yang berwarna merah. Warna larutan ini lebih pudar jika dibandingkan dengan warna dari larutan pereaksi SPADNS- asam zirkonil.

4.3 Optimasi kondisi analisis ion fluorida dengan pereaksi SPADNS-asam zirkonil secara spektrofotometri

4.3.1 Penentuan panjang gelombang maksimum

Spektrum serapan untuk memperoleh panjang gelombang maksimum dibuat dari larutan ion fluorida dengan konsentrasi 0,8 mg/L yang dicampurkan dengan pereaksi SPADNS-asam zirkonil. Panjang gelombang maksimum yang diperoleh dalam percobaan ini yaitu pada 586 nm (Gambar 4.8). Pada penelitian ini pengukuran dilakukan dengan menggunakan alat spektrofotometer pada daerah *visible*, pada percobaan ini yaitu pada 500 nm hingga 600 nm. Panjang gelombang maksimum harus ditentukan untuk digunakan pada penetapan kadar sampel karena pada panjang gelombang maksimum tersebut diperoleh nilai serapan yang maksimum, dimana perubahan serapan karena konsentrasi juga maksimum (Gandjar & Rohman, 2007). Dari hasil penelitian diperoleh nilai serapan yang menurun sebanding dengan peningkatan konsentrasi ion fluorida, hal ini sesuai dengan prinsip pengamatan dimana semakin tinggi konsentrasi ion fluorida dalam

larutan maka terjadi pengurangan serapan kompleks pereaksi SPADNS-asam zirkonil (Gambar 4.4 - 4.10). Pereaksi SPADNS-asam zirkonil yang semula berwarna merah menjadi pudar dan cenderung menjadi jingga seiring dengan peningkatan jumlah ion fluorida yang ditambahkan, dengan demikian nilai serapannya pada pengamatan di daerah cahaya tampak juga menurun.

Panjang gelombang maksimum pereaksi SPADNS-asam zirkonil berdasarkan literatur adalah 580 nm (Ghaderpoori, Khaniki, Jahed, Dehghani, Shams, dan Zarei, 2009). Namun, pada penelitian ini diamati terjadinya pergeseran panjang gelombang maksimum ke arah yang lebih besar. Peristiwa bertambah besarnya panjang gelombang dari yang seharusnya disebut bathokromik (Gandjar dan Rohman, 2007). Bathokromik dapat disebabkan oleh perubahan pelarut dan pH larutan (Harmita, 2006).

4.3.2 Penentuan kestabilan serapan warna kompleks hasil reaksi ion fluorida dengan pereaksi SPADNS-asam zirkonil

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-10 setelah penambahan pereaksi. Data dapat dilihat pada Tabel 4.1. dan kestabilan serapan dapat dilihat pada Gambar 4.12.

4.4 Validasi metode analisis ion fluorida dengan pereaksi SPADNS-asam zirkonil secara spektrofotometri

Validasi metode analisis perlu dilakukan untuk membuktikan bahwa metode yang digunakan memenuhi persyaratan sehingga dapat dinyatakan bahwa data yang diperoleh selama penelitian merupakan hasil yang baik.

4.4.1 Pembuatan kurva kalibrasi

Kurva kalibrasi dibuat dengan menghubungkan nilai serapan yang dihasilkan oleh sedikitnya lima konsentrasi analit berbeda. Pada penelitian ini, pembuatan kurva kalibrasi ion fluorida dilakukan dengan menghubungkan delapan titik pada berbagai konsentrasi fluorida yaitu 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; dan 1,4 mg/L. Persamaan kurva kalibrasi merupakan hubungan antara sumbu x dan y. Deretan konsentrasi yang dibuat dinyatakan sebagai nilai sumbu x sedangkan nilai serapan yang diperoleh dari hasil pengukuran dinyatakan sebagai nilai sumbu y. Persamaan regresi linier dari kurva kalibrasi yang diperoleh adalah $y = -0,03787x + 0,06361$ dengan koefisien korelasi $r = -0,9996$. Harga koefisien korelasi (r) yang mendekati nilai 1 menyatakan hubungan yang linier antara konsentrasi dengan serapan yang dihasilkan. Hasil koefisien korelasi (r) yang diperoleh dari kurva kalibrasi tersebut dapat dikatakan memenuhi syarat kelinearan garis dimana $r \geq 0,9990$. Data nilai serapan untuk kurva kalibrasi dapat dilihat pada Tabel 4.2 dan kurva kalibrasi dapat dilihat pada Gambar 4.13. Bentuk kurva kalibrasi yang semakin menurun dengan adanya peningkatan nilai konsentrasi ion fluorida sesuai dengan prinsip pengamatan dimana semakin tinggi konsentrasi ion fluorida dalam larutan maka terjadi pengurangan serapan kompleks pereaksi SPADNS-asam zirkonil yang menyebabkan nilai serapannya juga menurun (Gambar 4.4 - 4.10). Pereaksi SPADNS-asam zirkonil yang semula berwarna merah menjadi pudar dan cenderung menjadi jingga seiring dengan peningkatan jumlah ion fluorida yang ditambahkan, dengan demikian nilai serapannya pada pengamatan di daerah cahaya tampak juga menurun.

4.4.2 Penentuan batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ)

Batas deteksi (*limit of detection*/LOD) adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi dan masih memberikan respon yang signifikan dibandingkan dengan blanko. Batas deteksi merupakan parameter uji batas. Batas kuantitasi (*limit of quantitation*/LOQ) merupakan parameter pada analisis renik 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 garis regresi linier dari kurva kalibrasi yang telah diperoleh.

Berdasarkan perhitungan secara statistik menggunakan persamaan regresi linier dari kurva kalibrasi, diperoleh batas deteksi ion fluorida sebesar 0,0452 mg/L dan batas kuantitasi ion fluorida sebesar 0,1506 mg/L. Data selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.3.

4.4.3 Uji keterulangan pembentukan warna kompleks hasil reaksi antara ion fluorida dengan pereaksi SPADNS-asam zirkonil

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. Nilai koefisien variasi yang diperoleh dalam penelitian ini yaitu 0,62%. Dari hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa metode analisis yang digunakan memenuhi kriteria seksama. Data selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.4.

4.4.4 Uji perolehan kembali ion fluorida pada sampel air minum dalam kemasan dengan pereaksi SPADNS-asam zirkonil

Uji perolehan kembali digunakan untuk penentuan kecermatan atau akurasi dari suatu metode. Uji perolehan kembali (UPK) dilakukan pada sampel T1 dengan penambahan larutan standar ion fluorida dengan konsentrasi 0,1; 0,6; dan 1,2 mg/L yang memberikan hasil yang berada pada rentang 90,50-102,04%. Hal ini dikarenakan konsentrasi standar sangat rendah, sehingga perbedaan serapan sedikit memberikan perbedaan hasil konsentrasi yang signifikan. Tetapi, hasil UPK tersebut masih dapat diterima karena semakin kecil jumlah analit dalam matriks, semakin besar rentang kesalahan yang diijinkan. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.5. Cara perhitungan selengkapnya dapat dilihat pada lampiran 4.

Akurasi atau kecermatan adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Kecermatan dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*recovery*) analit yang ditambahkan.

Universitas Indonesia

Uji perolehan kembali dalam penelitian ini menggunakan metode penambahan baku (*standard addition method*). Metode adisi merupakan metode penambahan standar dengan jumlah tertentu ke dalam sampel kemudian campuran tersebut dianalisis seperti perlakuan pada sampel. Serapan yang diperoleh kemudian dimasukkan ke dalam persamaan garis kurva kalibrasi dan didapatkan konsentrasi sampel yang ditambahkan dengan standar. Hasil tersebut dikurangi dengan konsentrasi sampel yang tidak ditambahkan dengan standar. Selisih yang didapat dibandingkan dengan konsentrasi standar yang ditambahkan ke dalam sampel (Harmita, 2004).

4.5 Penetapan kadar ion fluorida pada sampel air tanah dan air PAM

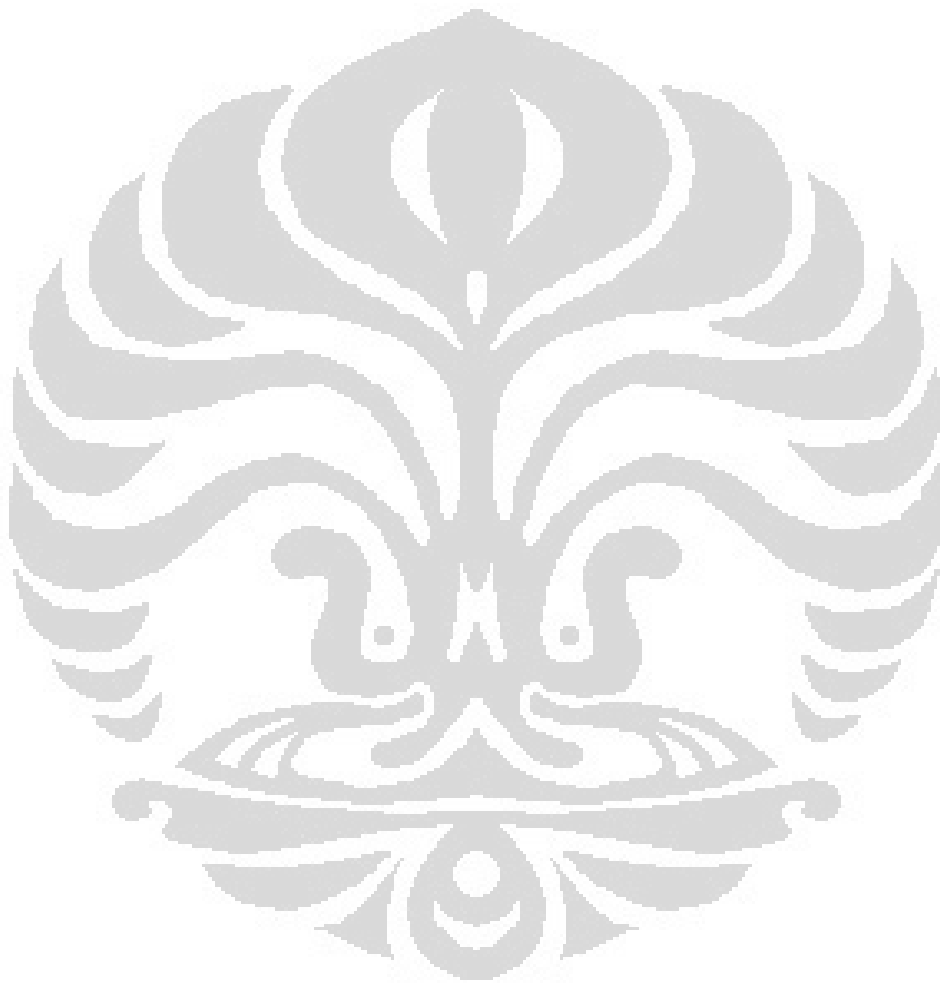
Sampel air tanah dan air PAM yang telah dikumpulkan dapat langsung dihitung kadar ion fluorida dengan menambahkan pereaksi SPADNS-asam zirkonil. Dalam penetapan kadar ion fluorida, sampel dipipet sebanyak 10,0 mL kemudian ditambahkan 2,0 mL larutan SPADNS-asam zirkonil. Penambahan pereaksi SPADNS-asam zirkonil ini akan menghasilkan pembentukan kompleks baru yang berwarna merah sehingga bisa diukur kadarnya dengan menggunakan alat spektrofotometer *visible*.

4.5.1 Analisis kuantitatif ion fluorida menggunakan pereaksi SPADNS-asam zirkonil

Pemeriksaan kuantitatif sampel air tanah dan air PAM dilakukan dengan spektrofotometer *visible* menggunakan pereaksi SPADNS-asam zirkonil pada panjang gelombang 586 nm. Kadar ion fluorida pada air tanah bervariasi antara 0,0459 mg/L sampai 0,7800 mg/L sementara untuk air PAM 0,1139 mg/L sampai 0,2220 mg/L. Secara keseluruhan, kadar ion fluorida pada sampel air tanah dan air PAM tersebut masih memenuhi syarat yang telah ditetapkan oleh kementerian kesehatan di Republik Indonesia. Perbedaan yang terdapat antara masing-masing sampel tidak terlalu signifikan, kecuali pada sampel T10, T11, dan T12 yang diperoleh dari lokasi Tanjung Priuk dimana kadar ion fluorida yang terdeteksi cukup tinggi, hal ini kemungkinan terjadi karena lokasi tersebut yang dekat dengan laut sehingga dapat terjadi pencampuran antara air tanah dengan air laut.

Universitas Indonesia

Kadar ion fluorida dalam air laut lebih tinggi dibanding air permukaan sehingga dapat mempengaruhi konsentrasi ion fluorida pada air tanah (Weinstein & Davison, 2004). Berdasarkan perhitungan batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) yang diperoleh, nilai konsentrasi ion fluorida sampel yang dibawah LOQ hasilnya dianggap kurang kuantitatif tetapi masih bisa ditentukan dengan menggunakan metode ini. Data selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.6 dan Tabel 4.7.



BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

1. Kondisi analisis optimum pada pengukuran ion fluorida diperoleh pada panjang gelombang 586 nm dengan waktu pengukuran antara menit ke-0 hingga menit ke-10 setelah penambahan pereaksi SPADNS. Hasil optimasi dan validasi dari metode untuk analisis ion fluorida menggunakan pereaksi SPADNS-asam zirkonil secara spektrofotometri menunjukkan bahwa kriteria validasi yaitu kurva kalibrasi, linieritas, uji presisi, dan uji perolehan kembali memenuhi syarat yang ditetapkan.
2. Hasil analisis ion fluorida terhadap 12 sampel air tanah dan 3 sampel air PAM menunjukkan hasil yang positif secara keseluruhan, dengan kadar antara 0,0459 mg/L sampai 0,7800 mg/L.

5.2. Saran

Perlunya dilakukan pengawasan yang baik terhadap air tanah yang digunakan masyarakat terutama untuk kawasan industri maupun padat penduduk.

DAFTAR ACUAN

- Andajani, Liane. (1995). Metabolisme Fluor dan Hubungannya dengan Kesehatan Umum. *Majalah Ilmiah Kedokteran Gigi Universitas Trisakti* (28), 35-43.
- Badan Pusat Statistik. (2008). *Profil Kesehatan Indonesia 2007*. Jakarta: Departemen Kesehatan RI.
- Badan Standardisasi Nasional. (1987). SNI 01-0220-1987. *Air Minum*. Jakarta: BSN.
- Badan Standardisasi Nasional. (2005). SNI 06-6989.29-2005. *Air dan air limbah - Bagian 29: Cara uji fluorida (F⁻) secara spektrofotometri dengan SPADNS*. Jakarta: BSN.
- Battaleb-Looie, S., dan Moore, F. (2010). A Study of Fluoride Groundwater Occurrence in Posht-e-Kooh-e-Dashtestan, South of Iran. *World Applied Sciences Journal* 8 (11), 1317-1321.
- Clesceri, L. S., Greenberg, A. E., dan Trussell, R. R.(Ed). (1989). *Standard Methods For The Examination of Water and Wastewater* (17th ed.). Washington DC: American Public Health Association.
- Denney, Ronald C., dan Sinclair, Roy. (1987). *Analytical Chemistry By Open Learning : Visible and Ultraviolet Spectroscopy*. London: John Wiley & Sons.
- Fawell, J., Bailey, K., Chilton, J., Dahi, E., Fewtrell, L., dan Magara, Y. (2006). *Fluoride in Drinking Water*. London: Iwa Publishing. (Published on behalf of the WHO).
- Ghaderpoori, M., Khaniki, Gh. R., Jahed, Dehghani M. H., Shams, M., dan Zarei, A. (2009). Determination of Fluoride in Bottled Water Sold in Tehran Market, Iran. *American-Eurasian Journal of Agricultural & Environmental Science* 6 (3), 324-327.
- Harmayani, K. D., dan Konsukharta, I. G. M. (2007). Pencemaran Air Tanah Akibat Pembuangan Limbah Domestik di Lingkungan Kumuh, Studi Kasus Banjar Ubung Sari, Kelurahan Ubung. *Jurnal Pemukiman Natah* 5 (2), 62-108.
- Harmita. (2004). Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian I* (3), 117 – 135.
- Harmita. (2006). *Buku Ajar Analisis Fisikokimia*. Depok: Departemen Farmasi FMIPA UI.
- Kodoatie, R. J., dan Sjarief, R. (2005). *Pengelolaan Sumber Daya Air Terpadu*. Yogyakarta: Penerbit Andi.
- Kusnaedi. (1997). *Mengolah Air Gambut dan Air Kotor Untuk Air Minum*. Jakarta: Penebar Swadaya.
- Mangkoesoebroto, G., dan Prasetyantono, T. (1987). *Analisa Statistik Air Minum*. Jakarta: kerjasama Biro Pusat Statistik dengan Penelitian dan Pengembangan Ekonomi Fakultas Ekonomi Universitas Gadjah Mada.
- Messaitfa, Amar. (2008). Fluoride Content in Groundwaters and the Main Consummed Food (Dates and Tea) in Southern Algeria Region. *Environment Geology* (55), 377-383.

- Munadziroh, Elly. (1997). Pengaruh Kadar Fluorida Dalam Air Minum Terhadap Terjadinya Fluorosis Gigi Pada Anak Usia 12-15 Tahun (Studi Kasus Kelola di Desa Kuala Tanjung, Kabupaten Asahan dan Desa-desa Sekitarnya, Sumatera Utara, 1996). *Jurnal kedokteran Gigi Universitas Indonesia (4) Edisi Khusus KPPIKG XI*, 381-386.
- Nisa, Muhimmatun. (2010). *Analisis Kandungan ion Fluorida Pada Sampel Air Minum Dalam Kemasan Secara Spektrofotometri*. Skripsi Sarjana Ekstensi Farmasi Universitas Indonesia.
- Pudjianto, Edi W. (1984). *Analisa Kualitas Air : Pengendalian dan Pemeriksaan Sampel Air*. Surabaya: Bina Indra Karya.
- Raini, Mariana., Isnawati, Ani., dan Kusniati. (2004). Kualitas Fisik dan Kimia Air PAM di Jakarta, Bogor, Tangerang, Bekasi Tahun 1999-2001. *Media Litbang Kesehatan XIV (3)*, 14-19.
- Rakshit, Pranab Kumar. (2004). *Studies on Estimation of Fluoride and Defluoridation of Drinking Water*. India: Department of Chemical Engineering Indian Institute of Science.
- Sastrohamidjojo, Hardjono. (1991). *Spektroskopi*. Yogyakarta: Liberty.
- Soegijono, K. R. (1985). Pengaruh Kadar Fluor Pada Karies Gigi Anak-Anak 10-14 Tahun, Yang Menggunakan Air Sumur Sebagai Persediaan Air Minum Di Dukuh Belahan Kecamatan Mojosari Kabupaten Mojokerto. *Forum Pasca Sarjana Ilmu Kesehatan Masyarakat Universitas Airlangga Vol. I No. 1*, 1-11.
- Weinstein, L.H, dan Davison, A. (2004). *Fluorides in the Environment*. Cambridge: CABI Publishing.
- WHO. (1997). *Quality assurance of pharmaceuticals : a compendium of guidelines and related materials : volume 1*. Geneva: WHO.
- WHO. (2002). *Environmental Health Criteria 227 : Fluorides*. Geneva: WHO.



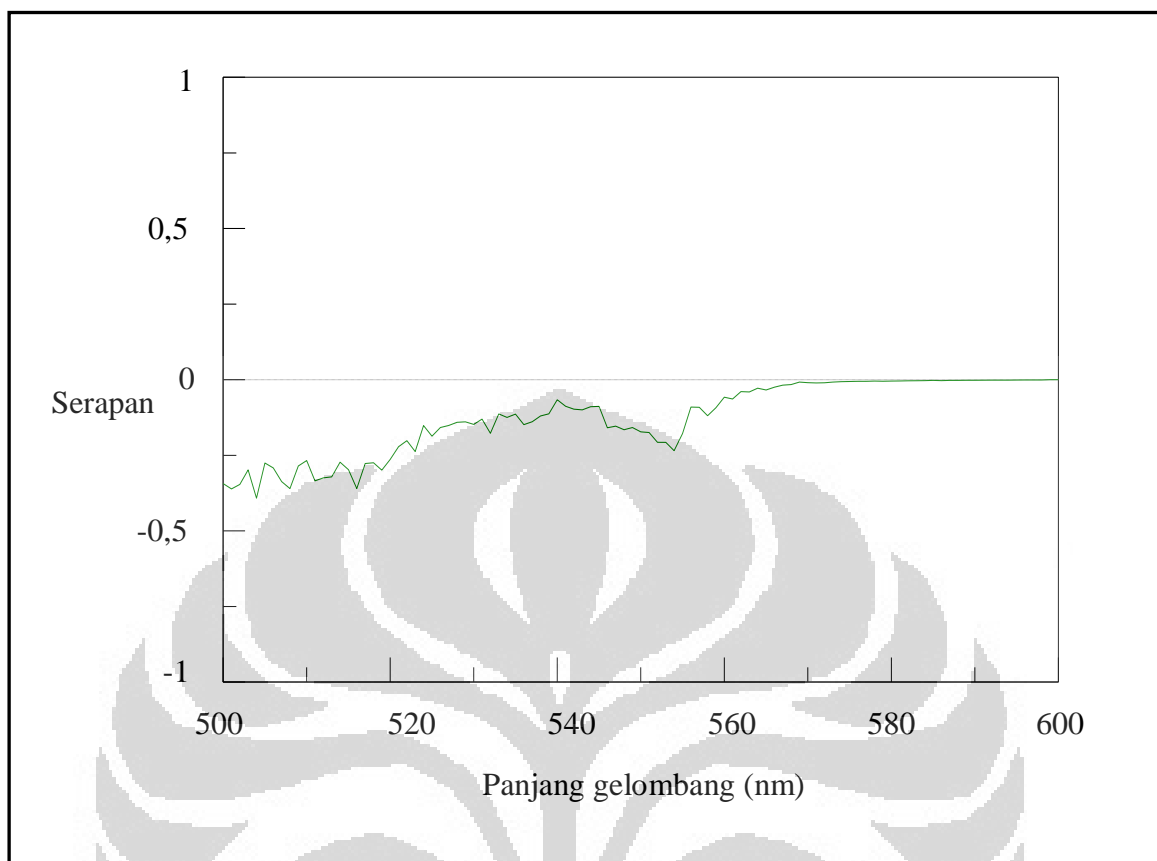
GAMBAR



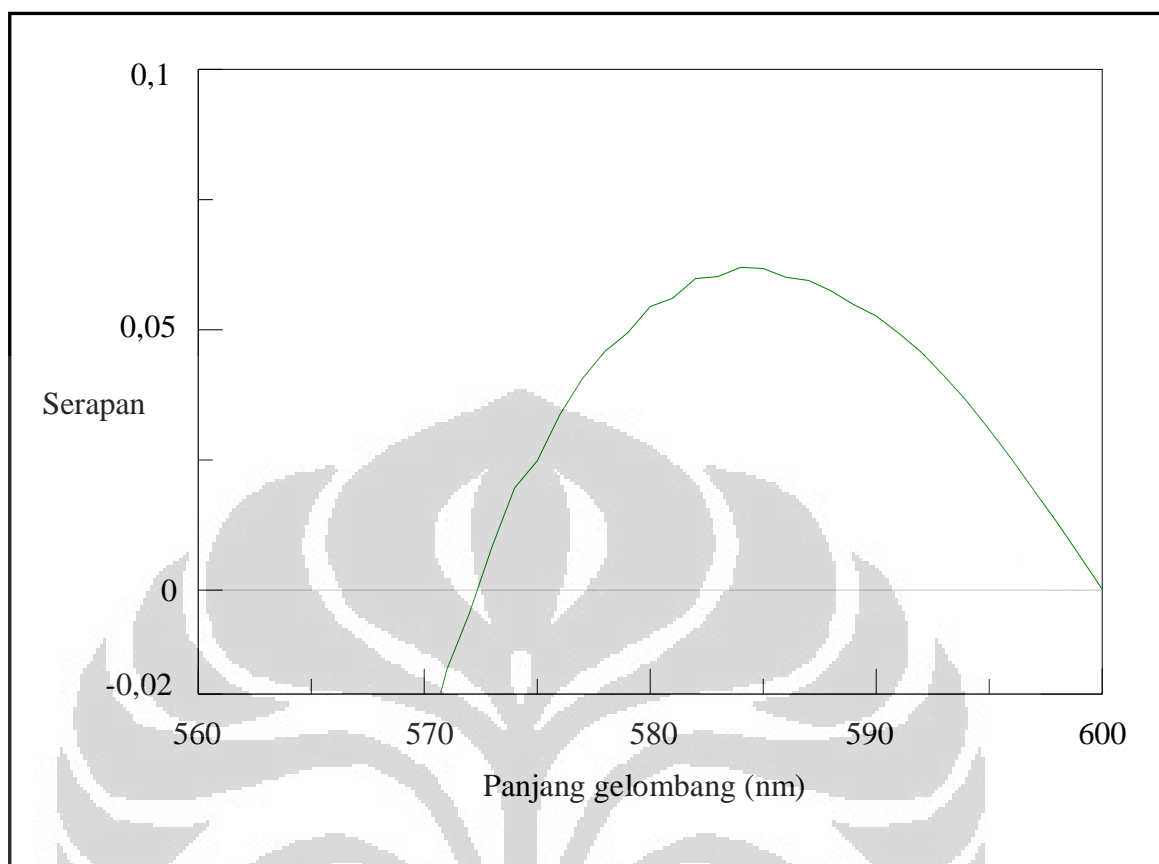
Gambar 4.1. Spektrofotometer UV-Vis (Jasco V-630)



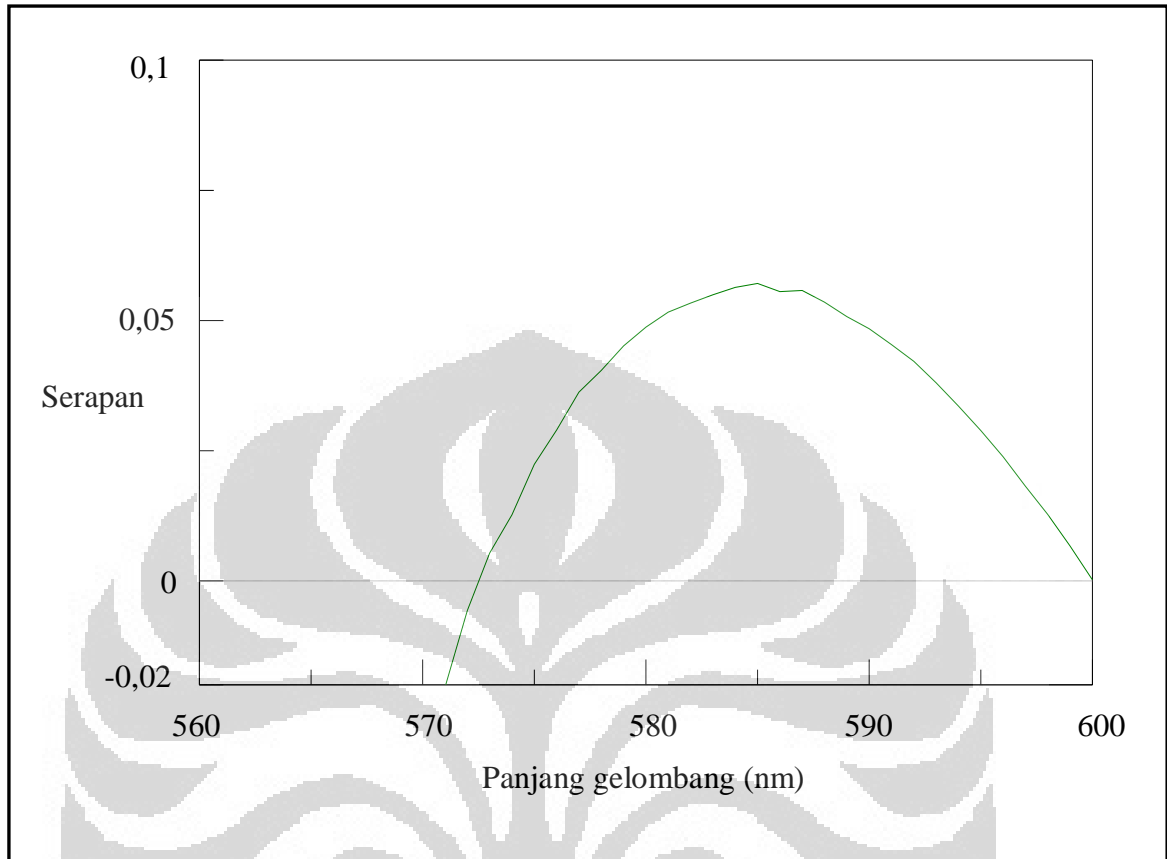
Gambar 4.2. Larutan standar ion fluorida yang telah ditambahkan dengan pereaksi SPADNS-asam zirkonil



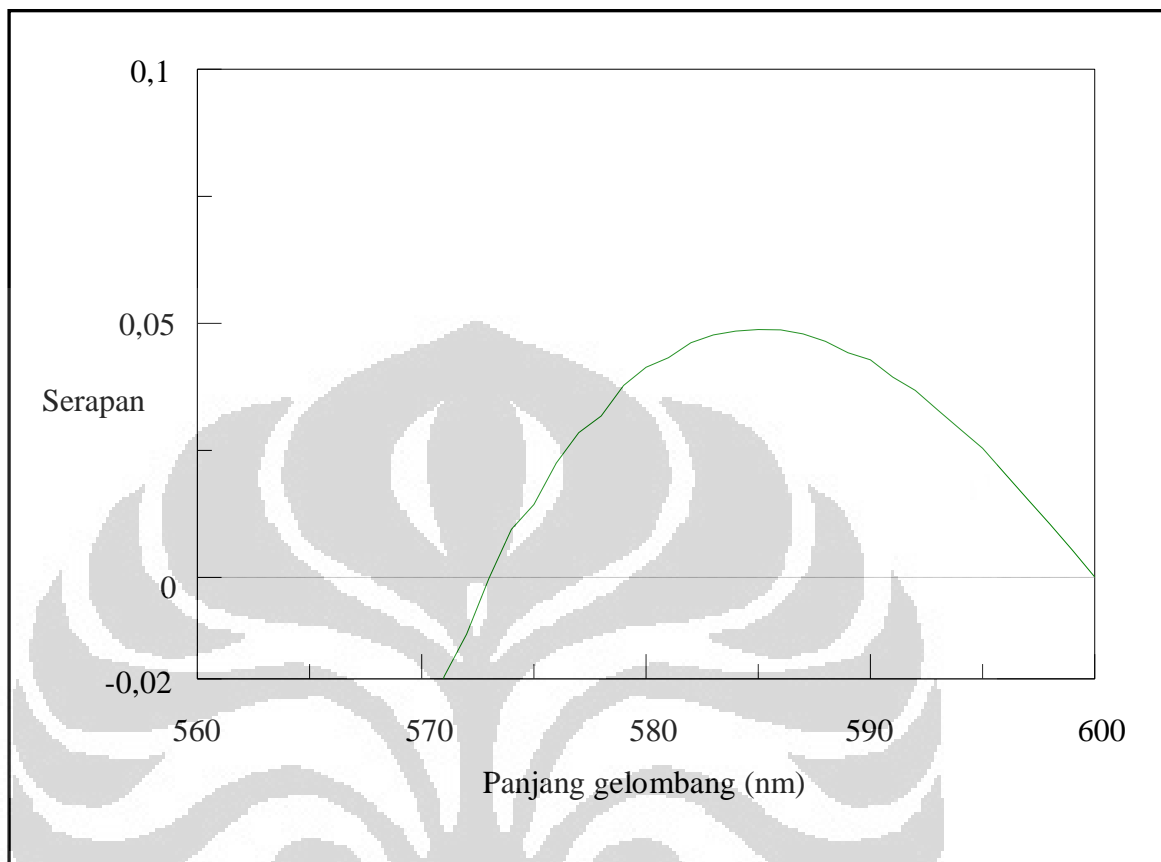
Gambar 4.3. Spektrum serapan blanko larutan pembanding



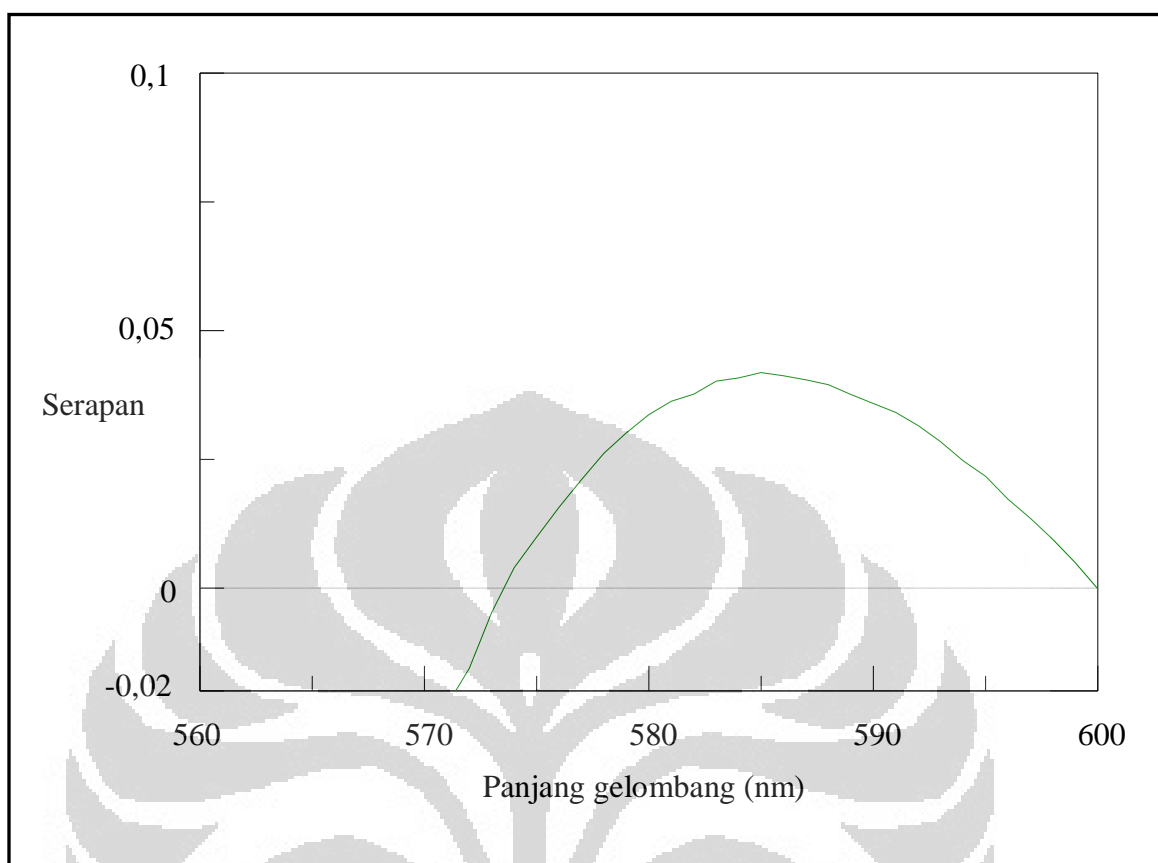
Gambar 4.4. Spektrum serapan standar ion fluorida 0,1 mg/L terhadap blanko pada panjang gelombang maksimum 586 nm



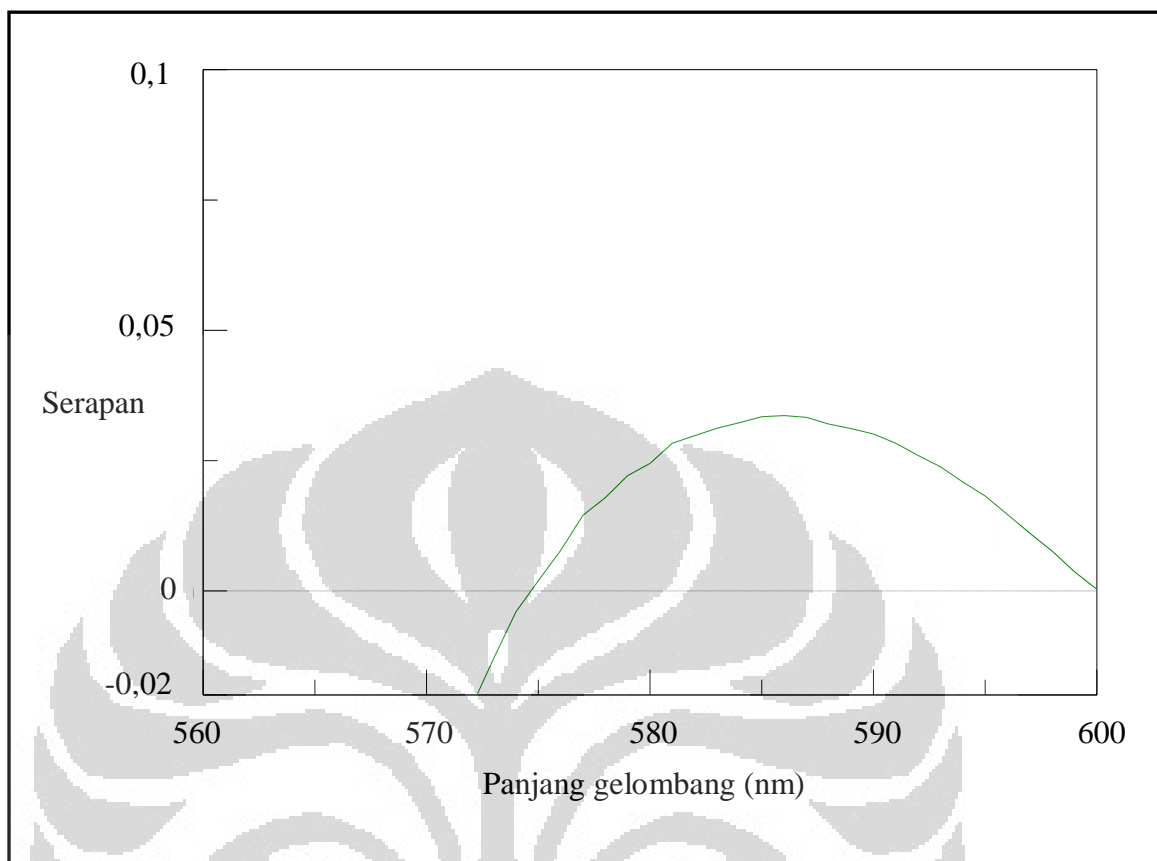
Gambar 4.5. Spektrum serapan standar ion fluorida 0,2 mg/L terhadap blanko pada panjang gelombang maksimum 586 nm



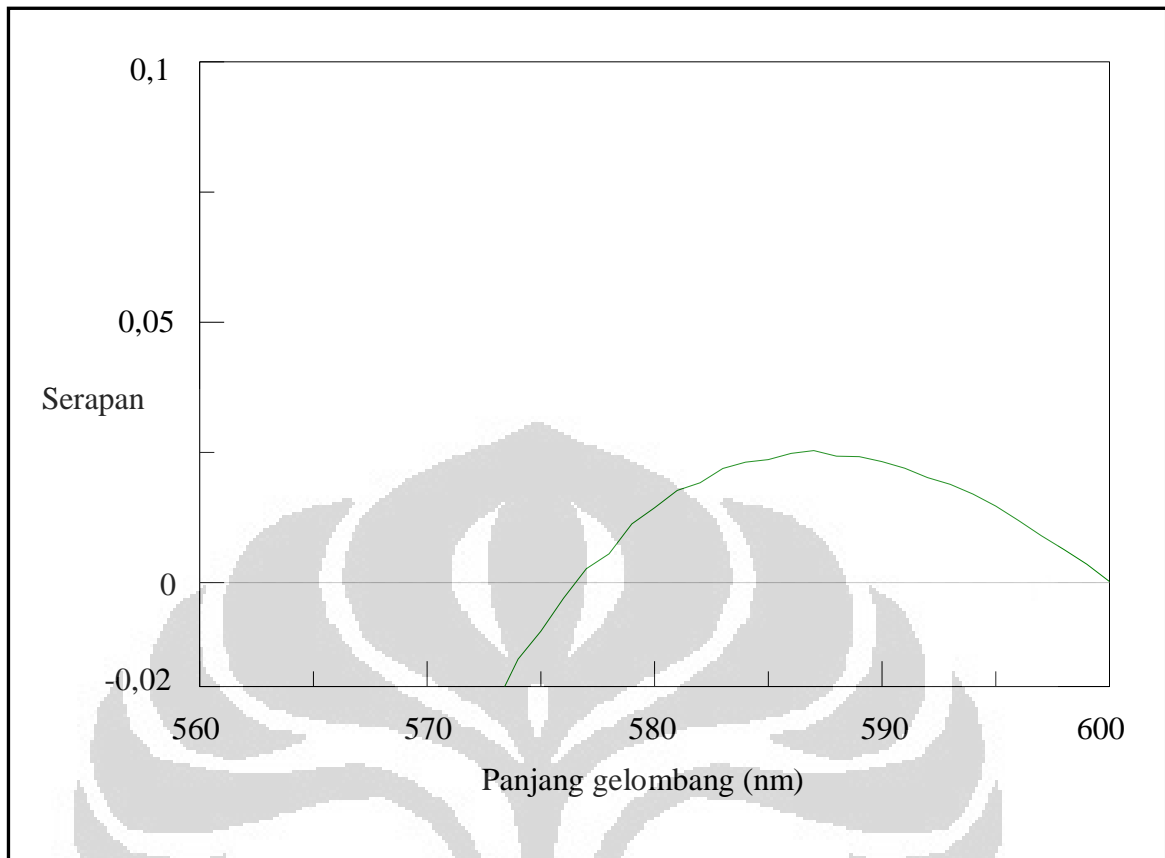
Gambar 4.6. Spektrum serapan standar ion fluorida 0,4 mg/L terhadap blanko pada panjang gelombang maksimum 586 nm



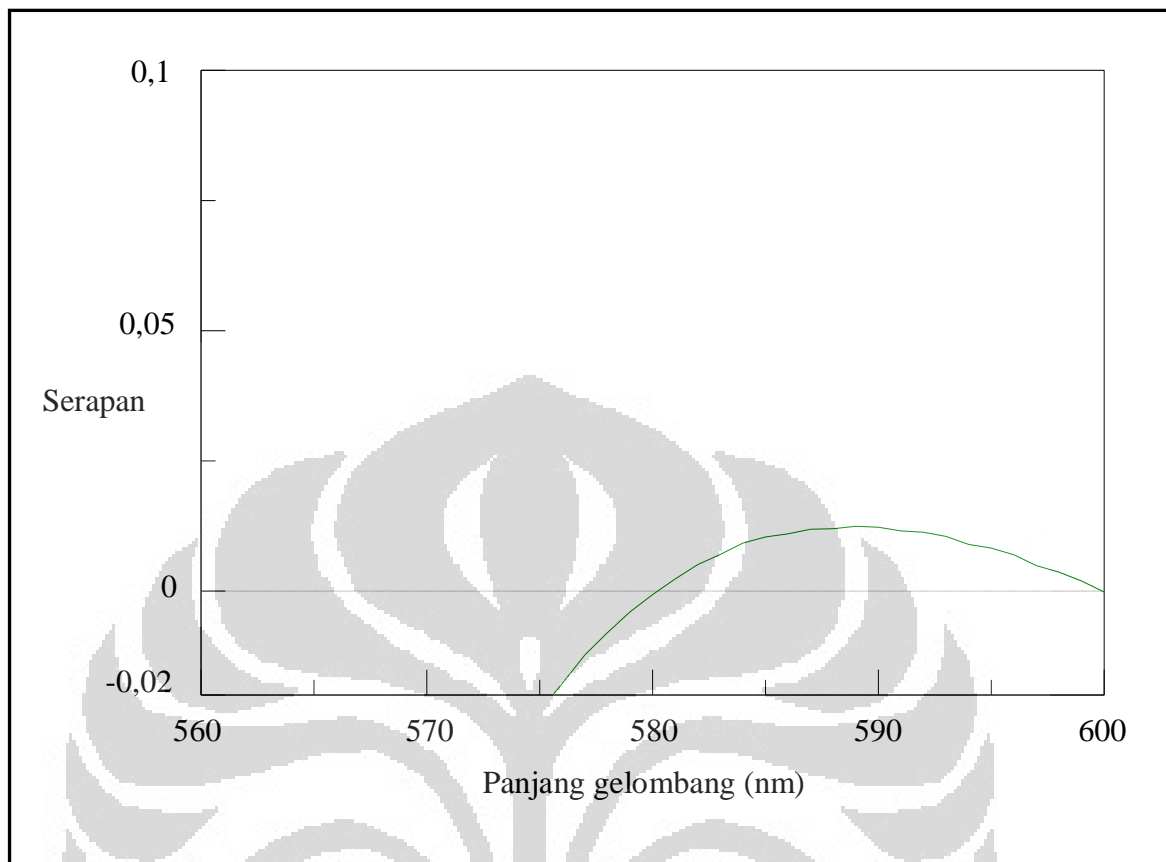
Gambar 4.7. Spektrum serapan standar ion fluorida 0,6 mg/L terhadap blanko pada panjang gelombang maksimum 586 nm



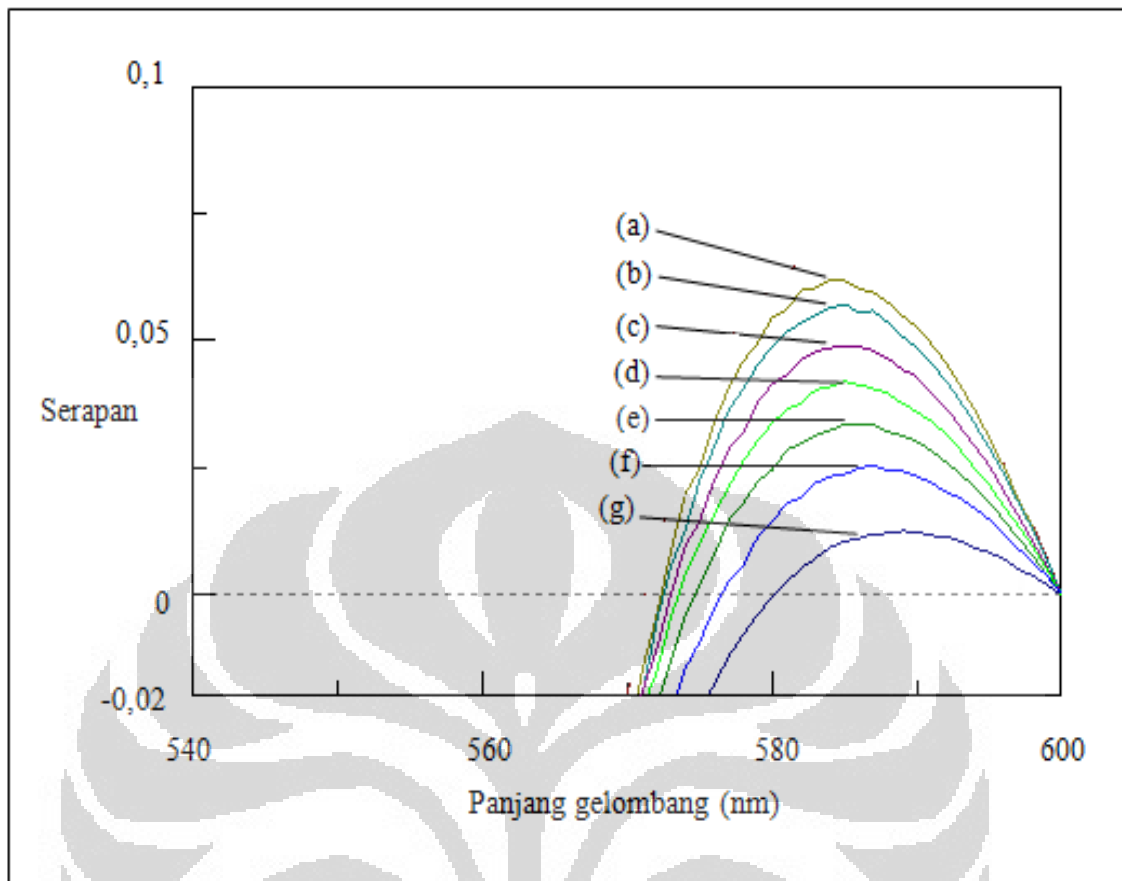
Gambar 4.8. Spektrum serapan standar ion fluorida 0,8 mg/L terhadap blanko pada panjang gelombang maksimum 586 nm



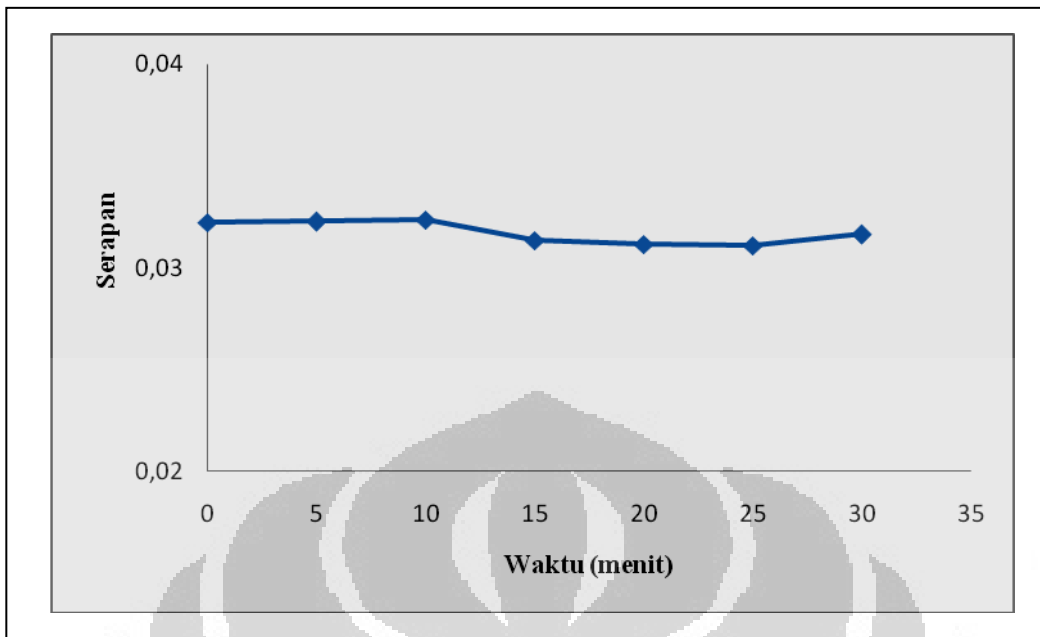
Gambar 4.9. Spektrum serapan standar ion fluorida 1,0 mg/L terhadap blanko pada panjang gelombang maksimum 586 nm



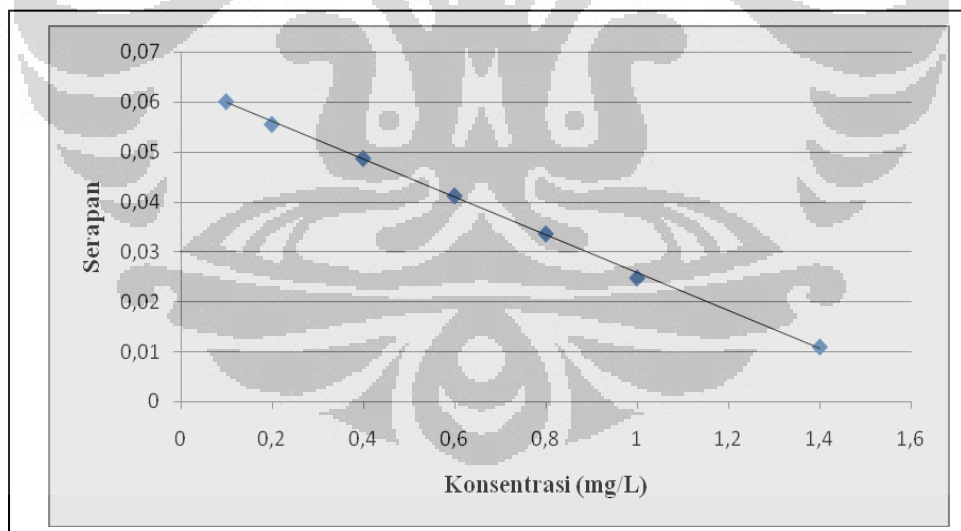
Gambar 4.10. Spektrum serapan standar ion fluorida 1,4 mg/L terhadap blanko pada panjang gelombang maksimum 586 nm



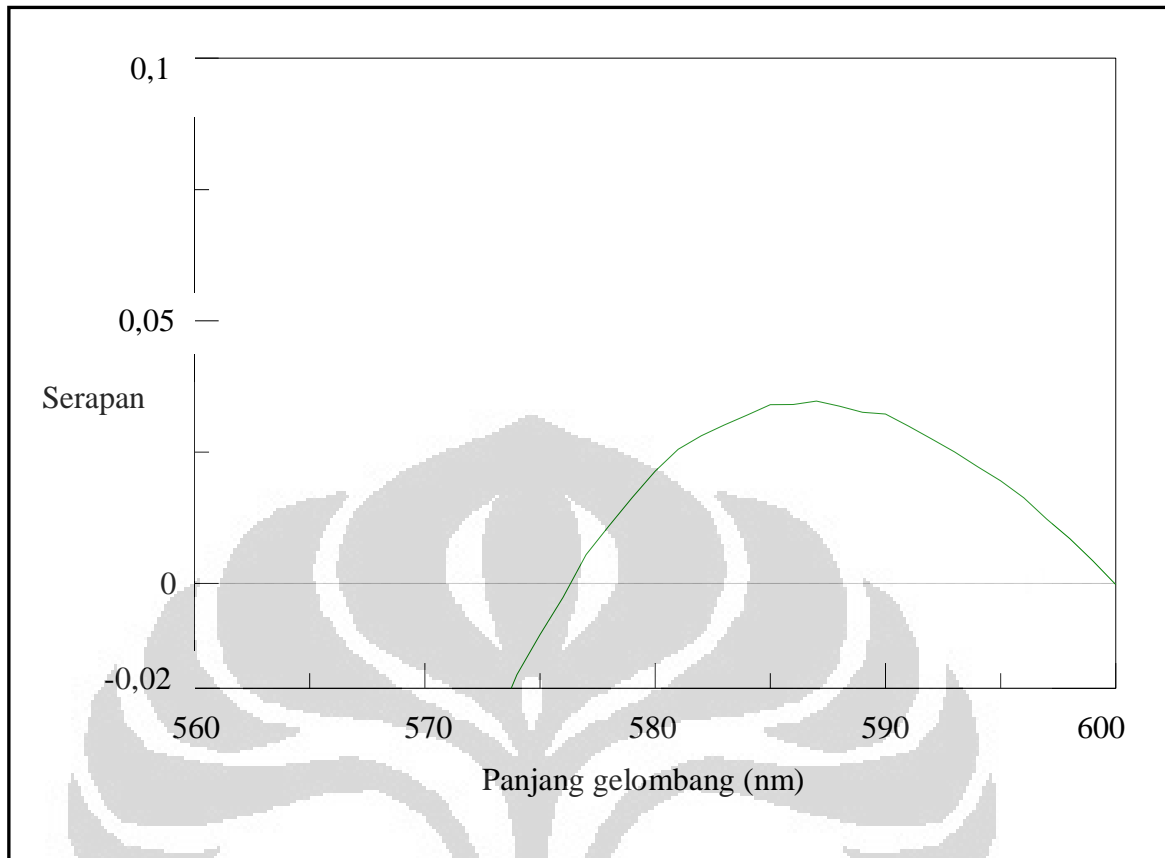
Gambar 4.11. *Overlay* spektrum serapan standar ion fluorida (a) 0,1 mg/L, (b) 0,2 mg/L, (c) 0,4 mg/L, (d) 0,6 mg/L, (e) 0,8 mg/L, (f) 1,0 mg/L, (g) 1,4 mg/L terhadap blanko pada panjang gelombang maksimum 586 nm



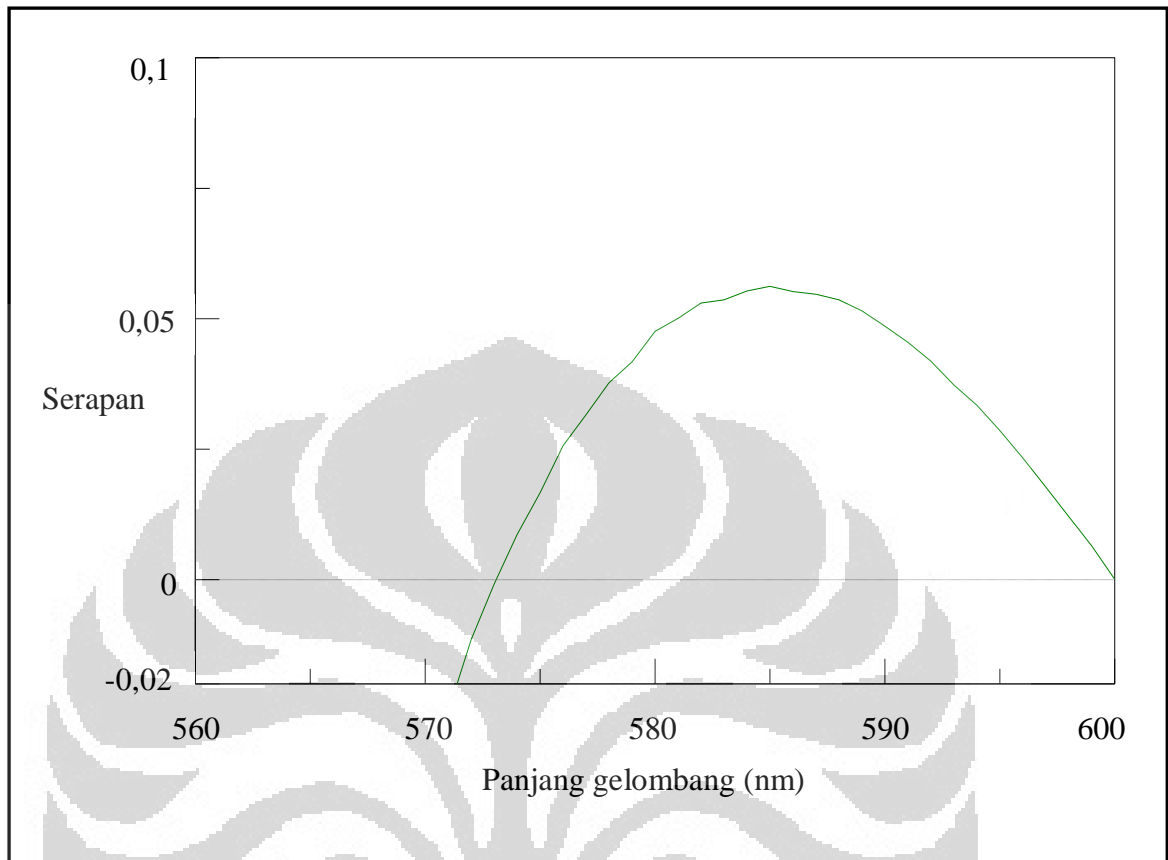
Gambar 4.12. Kurva kestabilan warna senyawa kompleks antara pereaksi SPADNS-asam zirkonil dengan larutan ion fluorida konsentrasi 0,8 mg/L



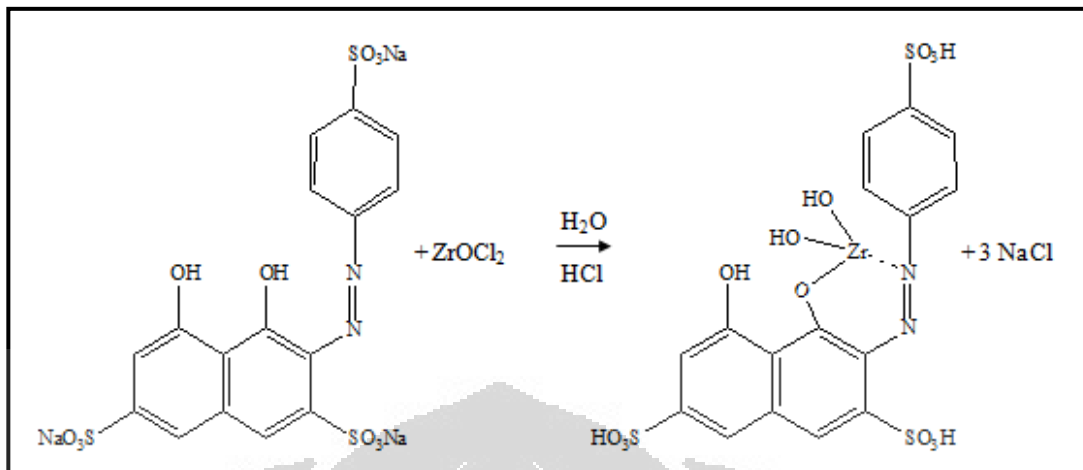
Gambar 4.13. Kurva kalibrasi senyawa kompleks hasil reaksi antara ion fluorida dengan kompleks pereaksi SPADNS-asam zirkonil pada panjang gelombang 586 nm. Dengan persamaan garis $y = -0,03787x + 0,06361$ dengan koefisien korelasi $r = 0,9996$



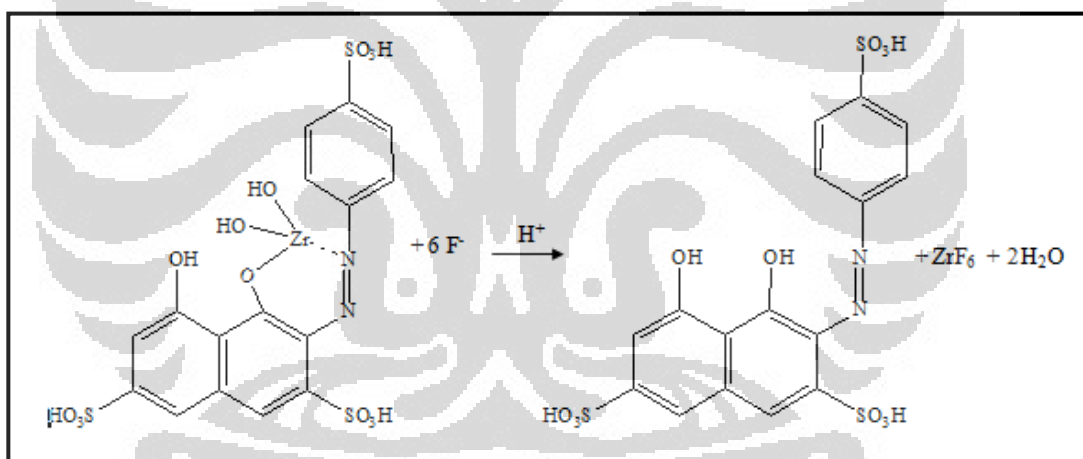
Gambar 4.14. Spektrum serapan sampel T₁₀ terhadap blanko pada panjang gelombang maksimum 586 nm



Gambar 4.15. Spektrum serapan sampel P₂ terhadap blanko pada panjang gelombang maksimum 586 nm



Gambar 4.16. Reaksi pembentukan kompleks SPADNS-ZrOCl₂



Gambar 4.17. Reaksi pembentukan zirkonil-fluorida dan penurunan intensitas warna kompleks

TABEL

Tabel 4.1. Hubungan waktu terhadap kestabilan warna senyawa kompleks antara pereaksi SPADNS-asam zirkonil dengan larutan ion fluorida konsentrasi 0,8 mg/L

Waktu (menit)	Serapan
0	0,03222
5	0,03227
10	0,03235
15	0,03133
20	0,03114
25	0,03109
30	0,03164

Tabel 4.2. Data kurva kalibrasi larutan ion fluorida dengan pereaksi SPADNS-asam zirkonil

Konsentrasi ion fluorida (mg/L)	Serapan
0,1	0,06007
0,2	0,05553
0,4	0,04869
0,6	0,04120
0,8	0,03361
1,0	0,02478
1,4	0,01096

$$a = 0,06361$$

$$b = -0,03787$$

$$r = 0,999556$$

Persamaan regresi linier :

$$y = -0,03787x + 0,06361$$

Tabel 4.3. Data batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) pereaksi SPADNS-asam zirkonil

Konsentrasi (mg/L)	Serapan	$Y_i = a + bx$	$(Y - Y_i)^2$
0,1	0,06007	0,05982	0,0000000610
0,2	0,05553	0,05604	0,0000002591
0,4	0,04869	0,04846	0,0000000538
0,6	0,04120	0,04089	0,0000000986
0,8	0,03361	0,03331	0,0000000853
1,0	0,02477	0,02574	0,0000009293
1,4	0,01096	0,01059	0,0000001384
N = 7			$\Sigma = 0,0000016255$

Persamaan regresi linier : $y = -0,03787x + 0,06361$

$$r = 0,9996$$

$$S (y/x) = 0,000570$$

$$b = 0,03787$$

$$\text{Batas deteksi (LOD)} = 0,0452 \text{ mg/L}$$

$$\text{Batas kuantitasi (LOQ)} = 0,1506 \text{ mg/L}$$

Tabel 4.4. Data uji keterulangan pembentukan warna kompleks hasil reaksi antara larutan ion fluorida dengan pereaksi SPADNS-asam zirkonil

Konsentrasi ion fluorida (mg/L)	Serapan
0,8	0,03235
0,8	0,03225
0,8	0,03253
0,8	0,03273
0,8	0,03231
0,8	0,03219

Serapan rata-rata = 0,03240

Standar deviasi = 0,000201

Koefisien variasi = 0,62%

Tabel 4.5. Data uji perolehan kembali ion fluorida pada sampel T1

Serapan	C1 (mg/L)	C2 (mg/L)	S (mg/L)	UPK (%)	%UPK rata- rata	Standar deviasi dan Koefisien variasi
0,06007	-	-	0,1		90,5	SD=1,04 KV=1,15%
0,05874	0,1285	-	-	91,1		
0,05553	-	0,2196	-			
0,06007	-	-	0,1			
0,05874	0,1285	-	-	91,1		
0,05529	-	0,2196	-			
0,06007	-	-	0,1			
0,05874	0,1285	-	-	89,3		
0,05536	-	0,2178	-			
0,0412	-	-	0,6		102,04	SD=1,30 KV=1,28%
0,05874	0,1285	-	-	101,1		
0,03577	-	0,7351	-			
0,0412	-	-	0,6			
0,05874	0,1285	-	-	101,5		
0,03568	-	0,7375	-			
0,0412	-	-	0,6			
0,05874	0,1285	-	-	103,53		
0,03522	-	0,7497	-			
0,01096	-	-	1,2		101,18	SD=0,28 KV=0,27%
0,05874	0,1285	-	-	101,22		
0,01275	-	1,3431	-			
0,01096	-	-	1,2			
0,05874	0,1285	-	-	101,43		
0,01265	-	1,3456	-			
0,01096	-	-	1,2			
0,05874	0,1285	-	-	100,88		
0,0129	-	1,3391	-			

Keterangan : C1 = kadar F pada sampel yang tidak ditambahkan standar

C2 = kadar F pada sampel yang ditambahkan standar

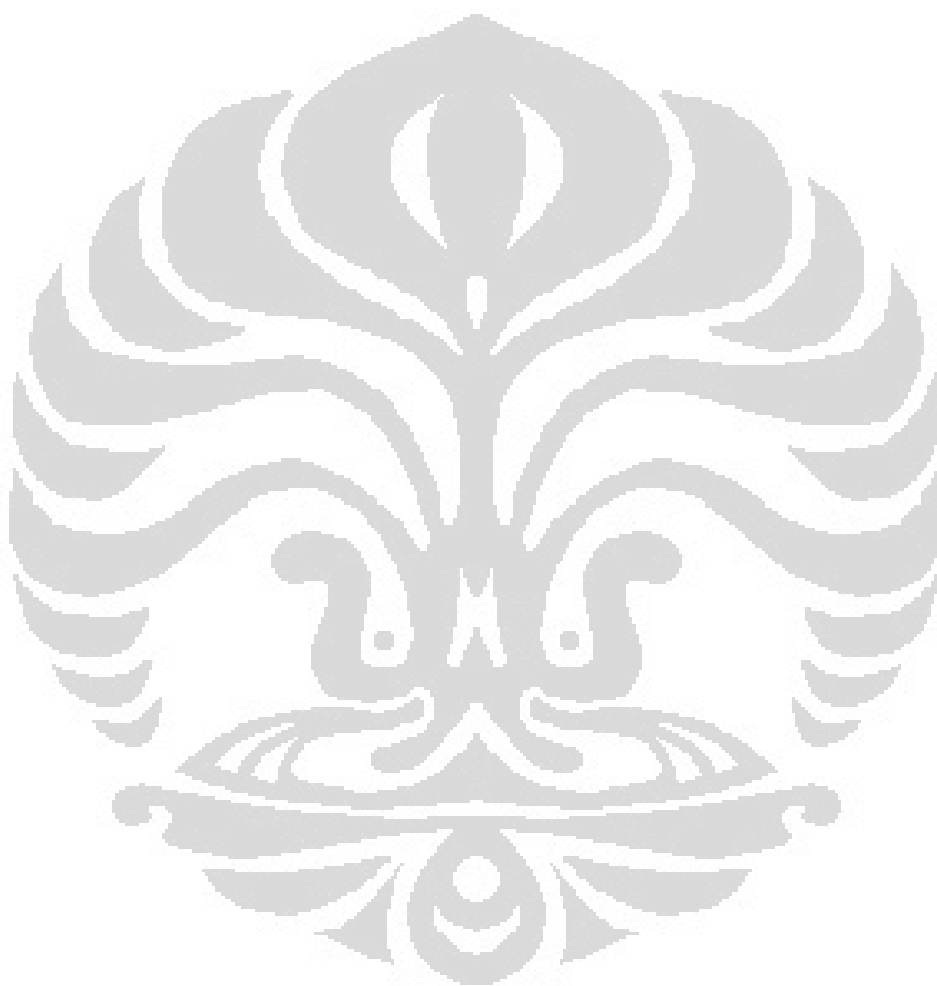
S = kadar standar F yang ditambahkan

Tabel 4.6. Data serapan dan konsentrasi ion fluorida pada air tanah

Nama sampel	Serapan	Konsentrasi (mg/L)
T1	0,05874	0,1285
T2	0,05695	0,1759
T3	0,06187	0,0459
T4	0,0568	0,1793
T5	0,05814	0,1444
T6	0,05629	0,1932
T7	0,06158	0,0536
T8	0,05989	0,0980
T9	0,06065	0,0781
T10	0,03407	0,7800
T11	0,03952	0,6360
T12	0,04008	0,6214

Tabel 4.7. Data serapan dan konsentrasi ion fluorida pada air PAM

Nama sampel	Serapan	Konsentrasi (mg/L)
P1	0,05520	0,2220
P2	0,05678	0,1805
P3	0,05930	0,1139





LAMPIRAN

Lampiran 1. Cara memperoleh persamaan garis linier

Persamaan garis $y = bx + a$

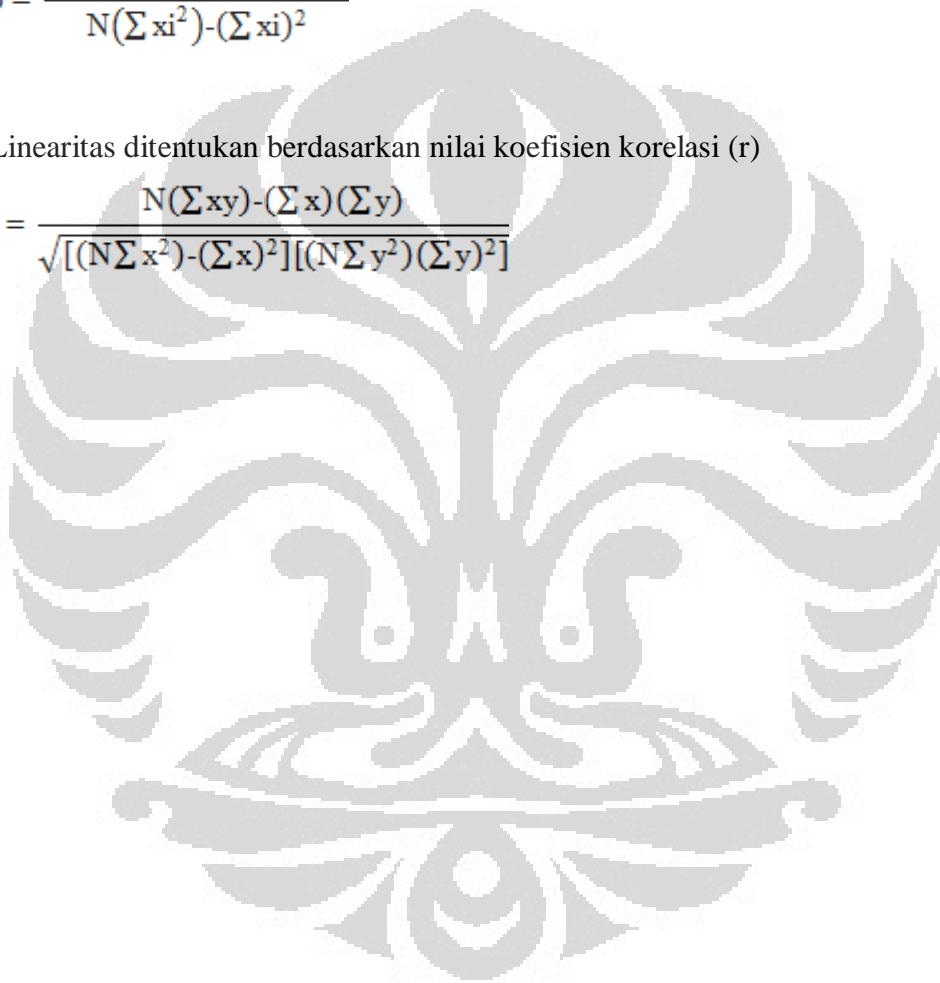
Untuk memperoleh nilai a dan b digunakan kuadrat terkecil (*least square*)

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

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

Linearitas ditentukan berdasarkan nilai koefisien korelasi (r)

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



Lampiran 2. Cara perhitungan batas deteksi dan batas kuantitasi

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{(\sum(y-y_i))^2}{n-2}}$$

Batas deteksi : $LOD = \frac{3S_{y/x}}{b}$

Batas kuantitasi : $LOQ = \frac{10S_{y/x}}{b}$

Contoh :

Persamaan kurva kalibrasi ion fluorida : $y = -0,03787x + 0,06361$

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{(0,060070 - 0,059823)^2 + \dots + (0,010964 - 0,010592)^2}{7-2}} = 0,000570$$

Batas deteksi fluorida : $LOD = \frac{3 \times (0,000570)}{0,03787}$
 $LOD = 0,0452 \text{ mg/L}$

Batas kuantitasi fluorida : $LOQ = \frac{10 \times (0,000570)}{0,03787}$
 $LOQ = 0,1506 \text{ mg/L}$

Lampiran 3. Cara perhitungan simpangan baku dan koefisien variasi

Serapan rata-rata : $\bar{x} = \frac{\sum x}{n}$

Simpangan baku : $SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$

Koefisien variasi : $KV = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\%$

Serapan rata-rata : $\bar{x} = \frac{0,032348 + \dots + 0,032189}{6} = 0,032393$

Simpangan baku :

$$SD = \sqrt{\frac{(0,032348 - 0,032393)^2 + \dots + (0,032189 - 0,032393)^2}{6-1}} = 0,000203$$

Koefisien variasi : $KV = \frac{0,000203}{0,032393} \times 100\% = 0,63\%$

Lampiran 4. Cara perhitungan uji perolehan kembali

$$UPK = \frac{C_2 - C_1}{S} \times 100\%$$

Keterangan :

C_1 = konsentrasi sampel yang tidak ditambahkan dengan standar

C_2 = konsentrasi sampel yang ditambahkan dengan standar

S = konsentrasi standar yang ditambahkan

Contoh :

Konsentrasi ion fluorida pada sampel T1 yang tidak ditambahkan standar = 0,1285 mg/L

Konsentrasi ion fluorida pada pada sampel T1 yang ditambahkan standar = 0,7351 mg/L

Konsentrasi standar yang ditambahkan = 0,6 mg/L

Maka,

$$UPK = \frac{0,7351 - 0,1285}{0,6} \times 100\% = 101,10\%$$

Lampiran 5. Cara perhitungan penetapan kadar ion fluorida

Cara perhitungan penetapan kadar ion fluorida pada sampel air minum dalam kemasan dengan menggunakan rumus persamaan regresi linier:

$$y = -0,03787x + 0,06361$$

Contoh: Sampel T2

Serapan = $y = 0,056950$

$$y = -0,03787x + 0,06361$$

$$0,056950 = -0,03787x + 0,06361$$

$$-0,03787x = 0,056950 - 0,06361$$

$$-0,03787x = -0,00666$$

$$x = 0,1759 \text{ mg/L}$$

Lampiran 6. Tabel rentang kesalahan yang diijinkan pada setiap konsentrasi analit dalam matriks

Analit pada matrik sampel (%)	Rata-rata yang diperoleh (%)
100	98-102
> 10	98-102
> 1	97-103
> 0,1	95-105
0,01	90-107
0,001	90-107
0,000.1 (1 ppm)	80-110
0,000.01 (100 ppb)	80-110
0,000.001 (10 ppb)	60-115
0,000.000.1 (1 ppb)	40-120

[Sumber: Harmita, 2004]