

ANALYTICAL PERFORMANCE SPEKTROFOTOMETER UV-VIS DOUBLE BEAM DENGAN METODE KIT SPADNS (SODIUM 2-(PARASULFOPHENYLAZO)-1,8-DIHYDROXYNAPHTHALENE-3,6-DISULFONATE) PADA PENGUJIAN KADAR FLUORIDA (F⁻) AIR MINUM DALAM KEMASAN DI KALIMANTAN TIMUR

ANALYTICAL PERFORMANCE UV SPECTROPHOTOMETER -VIS DOUBLE BEAM USING THE SPADNS KIT METHOD (SODIUM 2-(PARASULFOPHENYLAZO)-1,8-DIHYDROXYNAPHTHALENE-3,6-DISULFONATE) IN TESTING THE FLUORIDE (F⁻) CONTENT OF BOTTLED DRINKING WATER IN EAST KALIMANTAN

Anissa Tsunami*, Bohari Yusuf, Moh. Saiful Arif

Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Mulawarman

*Corresponding author: anissatsunami@gmail.com

ABSTRACT

Fluoride is an important element in the human body that functions to maintain healthy teeth and bones. However, excessive fluoride levels can cause fluorosis, while low levels increase the risk of dental caries. This study aims to determine the fluoride ion content in various types of drinking water using the UV-Vis spectrophotometry method with the SPADNS reagent kit and to determine the limit of detection (LoD) and limit of quantification (LoQ) values. The research procedure included preparing standard solutions, calibration curves, optimizing reaction time and pH, and applying the method to bottled drinking water (AMDK), refill water, and PDAM water samples. The results showed a maximum wavelength of 570 nm, an optimum reaction time of 1 minute, and an optimum pH of 5.0–5.5. The LoD and LoQ values were 0.00923 mg/L and 0.0327 mg/L, respectively, indicating high sensitivity of the method. The fluoride content in AMDK 01 (Sijiro) was 0.11 mg/L, AMDK 02 (DC) was 0.12 mg/L, refill water was 0.59 mg/L, and PDAM water was 1.19 mg/L. All results were below the maximum limit of 1.5 mg/L (SNI 3553:2015; WHO), making them safe for consumption. The double-beam UV-Vis spectrophotometry method with SPADNS reagent proved to be sensitive, precise, and accurate for determining fluoride levels in drinking water.

Keywords: Fluoride, KIT SPADNS, UV-Vis Spectrophotometry, Drinking Water

ABSTRAK

Fluorida merupakan unsur penting dalam tubuh manusia yang berfungsi menjaga kesehatan gigi dan tulang. Namun, kadar fluorida yang berlebih dapat menyebabkan fluorosis, sedangkan kadar rendah meningkatkan risiko karies gigi. Penelitian ini bertujuan menentukan kadar ion fluorida pada berbagai jenis air minum menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis dengan reagen KIT SPADNS serta menentukan nilai limit deteksi (LoD) dan limit kuantifikasi (LoQ). Prosedur penelitian meliputi pembuatan larutan standar, kurva kalibrasi, optimasi waktu reaksi dan pH, serta penerapan metode pada sampel air minum dalam kemasan (AMDK), air isi ulang, dan air PDAM. Hasil menunjukkan panjang gelombang maksimum pada 570 nm, waktu reaksi optimum 1 menit, dan pH optimum 5,0–5,5. Nilai LoD dan LoQ berturut-turut sebesar 0,00923 mg/L dan 0,0327 mg/L, menandakan sensitivitas metode tinggi. Kadar fluorida pada AMDK 01 (Sijiro) sebesar 0,11 mg/L, AMDK 02 (DC) sebesar 0,12 mg/L, air isi ulang 0,59 mg/L, dan air PDAM 1,19 mg/L. Semua hasil berada di bawah batas maksimum 1,5 mg/L (SNI 3553:2015; WHO), sehingga aman dikonsumsi. Metode spektrofotometri UV-Vis *double beam* dengan reagen SPADNS terbukti sensitif, presisi, dan akurat untuk penentuan kadar fluorida dalam air minum.

Kata kunci: Fluorida, KIT SPADNS, Spektrofotometri UV-Vis, Air Minum

PENDAHULUAN

Air minum merupakan kebutuhan esensial yang dikonsumsi setiap hari, sehingga kualitasnya harus terjamin aman untuk kesehatan. Salah satu parameter kimia yang penting dalam penilaian kualitas air adalah

kandungan ion fluorida (F^-). Fluorida secara alami dapat berasal dari pelarutan mineral seperti fluorit (CaF_2) dan fluoroapatit [$Ca_5(PO_4)_3F$] ke dalam air tanah. Selain itu, fluorida juga dapat masuk ke lingkungan perairan melalui aktivitas manusia, seperti industri pupuk fosfat, logam, serta penggunaan bahan berbasis fluor pada produk rumah tangga [1].

Dalam kadar tertentu, fluorida berperan penting dalam menjaga kesehatan gigi, karena dapat memperkuat lapisan enamel. Namun konsumsi fluorida berlebih dapat menyebabkan fluorosis gigi dan fluorosis tulang, sedangkan kadar yang terlalu rendah meningkatkan risiko karies. Oleh karena itu, SNI 3553:2015 dan WHO menetapkan kadar maksimum fluorida dalam air minum sebesar 1,5 mg/L sebagai batas aman konsumsi [2]. Dengan semakin luasnya penggunaan air minum dalam kemasan (AMDK), air isi ulang, dan air PDAM di masyarakat, diperlukan metode analisis yang valid, cepat, dan presisi untuk memantau kadar fluorida dalam air minum.

Metode kolorimetri menggunakan reagen SPADNS merupakan metode yang banyak diterapkan dalam analisis fluorida karena mampu menghasilkan perubahan warna yang proporsional dengan konsentrasi analit dan dapat diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis [3]. Namun, performa analitik yang diperoleh sangat bergantung pada tipe instrumen yang digunakan. Spektrofotometer UV-Vis tipe *double beam* memiliki keunggulan dalam meminimalkan fluktuasi sumber cahaya karena adanya pembacaan simultan antara sampel dan blanko, sehingga menghasilkan sinyal yang lebih stabil dibanding tipe *single beam* [4].

Meskipun metode SPADNS telah banyak digunakan, belum banyak studi yang secara khusus mengevaluasi kinerja analitik (*analytical performance*) spektrofotometer UV-Vis *double beam* untuk analisis fluorida pada sampel air minum di Kalimantan Timur. Evaluasi ini penting dilakukan untuk memastikan bahwa metode yang digunakan memenuhi parameter validasi, seperti linearitas, presisi, akurasi, limit of detection (LoD), dan limit of quantification (LoQ), sebelum diterapkan pada analisis rutin sampel.

Berdasarkan uraian tersebut, penelitian ini dilakukan untuk menilai kinerja analitik spektrofotometer UV-Vis *double beam* berbasis metode KIT SPADNS serta menerapkannya pada penentuan kadar fluorida pada beberapa jenis air minum yang beredar di Kalimantan Timur.

METODOLOGI PENELITIAN

Pada Penelitian ini merupakan penelitian eksperimental laboratorium yang dilakukan untuk menentukan kadar ion fluorida (F^-) menggunakan metode kolorimetri berbasis reagen SPADNS dengan pembacaan menggunakan spektrofotometer UV-Vis tipe *double beam*. Pengujian dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik FMIPA Universitas Mulawarman dan hasilnya dibandingkan dengan pengujian menggunakan spektrofotometer UV-Vis tipe *single beam* yang dilakukan di PT. Indonesia Prima Laboratorium.

Sampel penelitian terdiri dari air minum dalam kemasan (AMDK), air isi ulang, dan air PDAM. Sampel diambil secara grab sampling, disimpan dalam wadah tertutup, dan dianalisis tanpa perlakuan pendahuluan. Reagen analisis yang digunakan adalah KIT fluorida berbasis SPADNS yang mengandung larutan SPADNS dan zirconyl acid reagent yang berfungsi membentuk kompleks berwarna dengan ion fluorida.

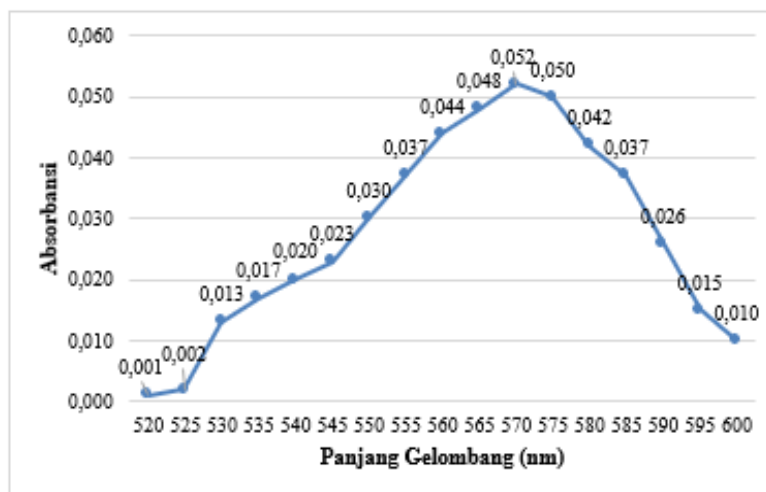
Larutan standar fluorida disiapkan dari larutan stok NaF kemudian diencerkan untuk memperoleh seri larutan standar dengan konsentrasi 0–2 mg/L. Penentuan panjang gelombang maksimum dilakukan dengan memindai absorbansi larutan standar pada rentang 500–600 nm. Optimasi kondisi analisis meliputi waktu reaksi dan pH untuk memperoleh kondisi pembentukan kompleks yang stabil.

Kurva kalibrasi dibuat dengan mengukur absorbansi larutan standar pada panjang gelombang maksimum. Nilai koefisien determinasi (R^2) digunakan untuk menilai linearitas metode. Parameter akurasi ditentukan melalui uji perolehan kembali (%Recovery) dengan metode spike, sedangkan presisi dinilai melalui pengulangan pengukuran ($n = 7$) dan dihitung dalam bentuk %RSD. Parameter sensitivitas metode dinilai melalui penentuan Limit of Detection (LoD) dan Limit of Quantification (LoQ) berdasarkan simpangan baku pengukuran blanko.

Penentuan kadar fluorida dalam sampel dilakukan dengan mencampurkan sampel dengan reagen SPADNS, menginkubasi pada waktu dan pH optimum, kemudian mengukur absorbansi pada panjang gelombang maksimum. Konsentrasi fluorida dihitung menggunakan persamaan regresi linear dari kurva kalibrasi. Hasil pengujian instrumen *double beam* dibandingkan dengan hasil pengukuran instrumen *single beam* menggunakan uji T independen untuk melihat signifikansi perbedaan hasil.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Bagian Penentuan panjang gelombang maksimum dilakukan pada larutan standar fluorida 0,2 mg/L yang telah direaksikan dengan reagen SPADNS.



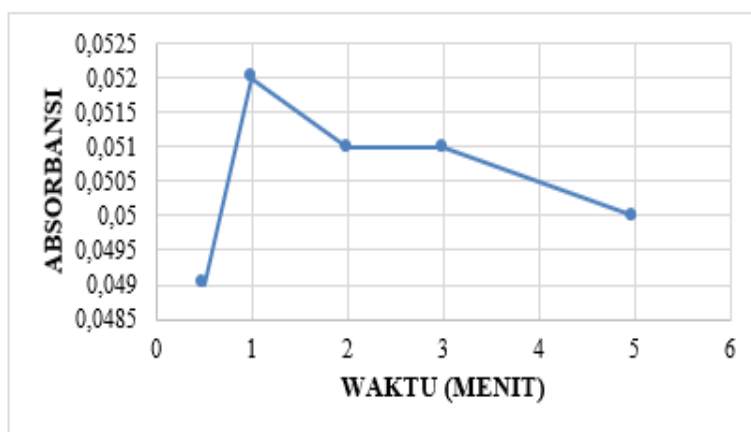
Gambar 1 Kurva Panjang Gelombang Maksimum

Hasil menunjukkan bahwa absorbansi tertinggi diperoleh pada 570 nm, sehingga panjang gelombang tersebut digunakan sebagai λ_{maks} untuk seluruh pengukuran. Nilai ini konsisten dengan karakteristik kompleks SPADNS–Zr yang memiliki serapan maksimum pada rentang merah tampak.

Optimasi parameter reaksi menunjukkan bahwa waktu inkubasi 1 menit memberikan absorbansi tertinggi dan stabil, sedangkan waktu >3 menit mulai menunjukkan penurunan absorbansi akibat kemungkinan degradasi kompleks.

Tabel 1 Hasil Uji Optimasi Waktu Reaksi

Waktu Inkubasi (Menit)	Absorbansi
0,5	0,049
1	0,052
2	0,051
3	0,051
5	0,050

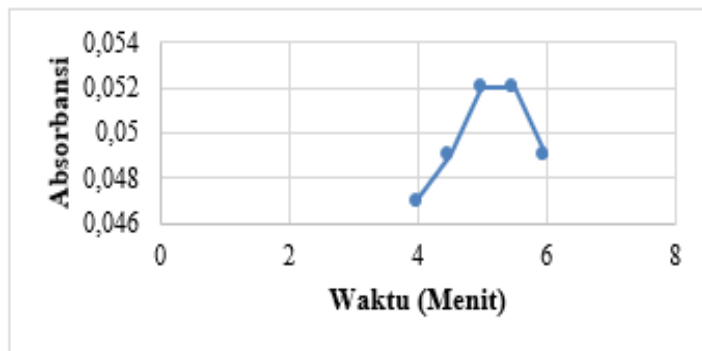


Gambar 2 Kurva Hasil Optimasi Waktu Reaksi

Variasi pH menunjukkan bahwa pH 5,0–5,5 memberikan respon optimum. Pada pH <5, pembentukan kompleks terhambat akibat protonasi ligan, sementara pada pH >5,5 terjadi hidrolisis ion zirkonium yang menurunkan intensitas warna. Dengan demikian, kondisi optimum analisis fluorida berbasis SPADNS berada pada λ_{maks} 570 nm, waktu reaksi 1 menit, dan pH 5,0–5,5.

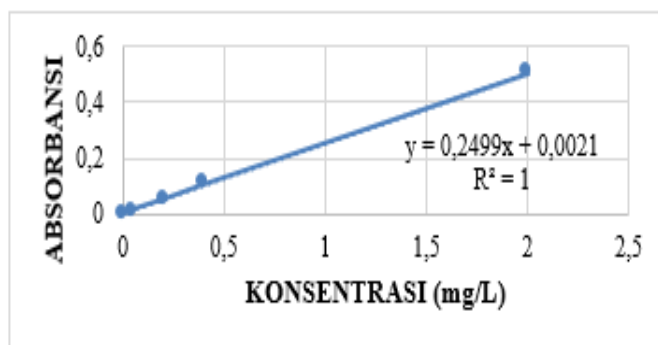
Tabel 2 Hasil Uji Optimasi pH

pH	Abs-1	Abs-2	Mean Abs (AU)
4.0	0.047	0.046	0.046
4.5	0.049	0.050	0.049
5.0	0.052	0.052	0.052
5.5	0.052	0.052	0.052
6.0	0.049	0.048	0.048



Gambar 3 Kurva Hasil Uji Optimasi pH

Kurva kalibrasi yang diperoleh menunjukkan hubungan linier antara konsentrasi dan absorbansi dengan nilai $R^2 \geq 0,995$, yang mengindikasikan linearitas yang sangat baik dan metode layak digunakan untuk kuantifikasi.



Gambar 4 Kurva Hasil Uji Linearitas Fluorida

Uji presisi menunjukkan nilai %RSD < 2%, yang memenuhi kriteria presisi metode analitik.

Tabel 3 Hasil Uji Presisi

Sampel	Konsentrasi sampel asli (mg/L)	Konsentrasi Sampel yang ditambahkan (mg/L)	% Recovery
1	0,150	0,05	100,00 %
2	0,300	0,2	100,00 %
3	0,500	0,4	100,00 %
4	2,101	2	100,05 %
Rata-Rata			100,00 %

Uji akurasi melalui spike recovery memberikan nilai %Recovery berada dalam rentang 90–110%, yang menunjukkan metode memiliki ketepatan yang baik tanpa interferensi matriks signifikan.

Tabel 4 Hasil Uji Akurasi

Pengulangan Pengukuran	Konsentrasi sampel (mg/L)	Absorbansi
1	0,05	0,016
2	0,05	0,015
3	0,05	0,016
4	0,05	0,015
5	0,05	0,016
6	0,05	0,015
7	0,05	0,016
Rata-Rata	0,0155714	
SD	0,0005345	
%RSD	3,43 %	
CV Horwitz	25,11 %	
2/3 CV Horwitz	16,74 %	

Nilai LoD dan LoQ masing-masing sekitar 0,009 mg/L dan 0,033 mg/L, yang menunjukkan sensitivitas metode tinggi, sehingga mampu mendeteksi fluorida pada kadar sangat rendah.

Metode kemudian diterapkan pada sampel air minum dalam kemasan (AMDK), air isi ulang, dan air PDAM. Hasil menunjukkan bahwa kadar fluorida bervariasi antar sampel, namun seluruh hasil berada di bawah batas maksimum 1,5 mg/L (SNI 3553:2015; WHO) sehingga dinyatakan aman untuk dikonsumsi. Sampel AMDK memiliki kadar relatif rendah ($\approx 0,11-0,12$ mg/L), sedangkan air isi ulang ($\approx 0,59$ mg/L) dan air PDAM ($\approx 1,19$ mg/L) menunjukkan kadar lebih tinggi, yang dapat disebabkan oleh variasi sumber air baku dan proses pengolahan.

Tabel 5 Hasil Pengujian Kadar Fluorida

No	Sampel	Type	Absorbansi	Konsentrasi (mg/L)	Mean Konsentrasi	%RSD
1	AMDK 01 (Sijiro)	<i>Single beam</i>	0,029	0,1084 mg/L	0,1104	2,57%
			0,030	0,1124 mg/L		
2	AMDK 01 (Sijiro)	<i>Double beam</i>	0,030	0,1124 mg/L	0,1124	0%
			0,030	0,1124 mg/L		
3	AMDK 02 (DC)	<i>Double beam</i>	0,031	0,1165 mg/L	0,1185	2,39%
			0,032	0,1205 mg/L		
4	Air Minum isi Ulang	<i>Double beam</i>	0,150	0,5944 mg/L	0,5964	0,47%
			0,151	0,5984 mg/L		
5	Air PDAM	<i>Double beam</i>	0,299	1,1928 mg/L	0,1947	0,24%
			0,300	1,1968 mg/L		

Uji T antara hasil pengukuran spektrofotometer *double beam* dan *single beam* menunjukkan nilai $p > 0,05$, yang berarti tidak terdapat perbedaan signifikan antara kedua instrumen. Hal ini menunjukkan bahwa *double beam* menghasilkan hasil yang konsisten, namun dengan kestabilan sinyal lebih baik, sehingga lebih unggul untuk pengujian yang membutuhkan presisi tinggi.

Secara keseluruhan, metode kolorimetri SPADNS yang diterapkan pada spektrofotometer UV-Vis *double beam* valid, sensitif, presisi, dan akurat, serta efektif untuk pengujian fluorida dalam berbagai jenis air minum.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa metode kolorimetri menggunakan reagen SPADNS dengan pembacaan spektrofotometer UV-Vis tipe *double beam* menunjukkan kinerja analitik yang baik pada penentuan kadar fluorida dalam air minum. Kondisi analisis optimum diperoleh pada panjang gelombang 570 nm, waktu reaksi 1 menit, dan pH 5,0–5,5. Parameter analitik yang diuji menunjukkan nilai linearitas sangat baik ($R^2 \geq 0,995$), presisi memenuhi standar ($\%RSD < 2\%$), akurasi berada

dalam rentang 90–110%, serta nilai LoD dan LoQ masing-masing sekitar 0,009 mg/L dan 0,033 mg/L, yang menandakan metode memiliki sensitivitas yang tinggi.

Penerapan metode pada sampel air minum menunjukkan bahwa seluruh sampel memiliki kadar fluorida di bawah batas maksimum 1,5 mg/L (SNI 3553:2015; WHO) sehingga aman untuk dikonsumsi. Hasil uji statistik menunjukkan bahwa tidak terdapat perbedaan signifikan antara hasil pengukuran dengan spektrofotometer UV-Vis tipe *double beam* dan *single beam* ($p > 0,05$), sehingga kedua instrumen dapat digunakan, namun tipe *double beam* memberikan kestabilan sinyal yang lebih baik.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis menyampaikan terima kasih kepada Laboratorium Kimia Analitik dan Laboratorium Kimia Dasar, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Mulawarman atas fasilitas dan dukungan sarana penelitian. Ucapan terima kasih juga disampaikan kepada PT. Indonesia Prima Laboratorium atas kerja sama dalam pengujian pembandingan instrumen. Penulis turut berterima kasih kepada dosen pembimbing dan seluruh pihak yang telah memberikan bantuan selama pelaksanaan penelitian hingga penyusunan artikel ini.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Ajeng, Y. A., Darmirani & Suprianto. (2025). Physics test of water in refill drinking water in Tanjung Morawa Sub-district, Deli Serdang District. *Medistra Medical Journal*, 2(2), 15–20. <https://doi.org/10.35451/mmj.v2i2.2375> ejournal.medistra.ac.id
- [2] Bunga, Y., Wowor, N. Y., Hanurawaty & Yulianto. (2023). Perbedaan variasi ketebalan media filter arang aktif terhadap penurunan kadar *Total Dissolved Solids* (TDS). *Jurnal Kesehatan Lingkungan Indonesia*, 22(1), 1–5. journal.eu-jr.eu+9garuda.kemdikbud.go.id+9 ejournalfpikunipa.ac.id+9
- [3] Dudi, F. J., Khairunnisa I. R., & Aji, B. B. T. R. (2020). Measuring instrument for refilled drinking water using a TDS sensor. *Spektra: Jurnal Fisika dan Aplikasinya*, 5(2), 7–10. <https://doi.org/10.21009/SPEKTRA.052.07>
- [4] Fadillah, M., Putri, A. M., & Rahmayani, N. (2022). Analisis kualitas air minum isi ulang terhadap parameter kimia di Kota Pekanbaru. *Jurnal Ilmiah Lingkungan (JIL)*, 3(1), 20–27. <https://festiva.ejournal.unri.ac.id/index.php/JIL/article/view/307>
- [5] Fitri, R. P., Angga & Putra. (2020). Assessment of groundwater quality for drinking purpose in an industrial area, Dumai City, Riau, Indonesia. *Journal of Geoscience, Engineering, Environment, and Technology*, 5(4), 11–12. <https://doi.org/10.25299/jgeet.2020.5.4.5983> journal.uir.ac.id