

LAPORAN TUGAS AKHIR

**VERIFIKASI PENGUJIAN FLUORIDA (F⁻) DALAM AIR MINUM
DENGAN METODE SPANDS MENGGUNAKAN
SPEKTROFOTOMETER UV-VIS DI UPTD LABORATORIUM
KESAHATAN DAERAH KABUPATEN SLEMAN**

**Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh derajat Ahli
Madya Sains (A.Md.Si.) di Program Studi D III Analisis Kimia**



Disusun Oleh :

Elsa Amalia Cahyaningrum

NIM : 18231012

**PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
YOGYAKARTA
2021/2022**

LAPORAN TUGAS AKHIR

**VERIFIKASI PENGUJIAN FLUORIDA (F⁻) DALAM AIR MINUM
DENGAN METODE SPANDS MENGGUNAKAN
SPEKTROFOTOMETER UV-VIS DI UPTD LABORATORIUM
KESAHATAN DAERAH KABUPATEN SLEMAN**

**VERIFICATION OF FLUORIDE (F⁻) TESTING IN DRINKING WATER
BY USING SPECTROPHOTOMETER UV-VIS AT UPTD
LABORATORIUM KESEHATAN DAERAH KABUPATEN SLEMAN**



Disusun Oleh :

Elsa Amalia Cahyaningrum

NIM : 18231012

**PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
YOGYAKARTA
2021/2022**

HALAMAN PENGESAHAN
LAPORAN TUGAS AKHIR
VERIFIKASI PENGUJIAN FLUORIDA (F⁻) DALAM AIR MINUM
DENGAN METODE SPANDS MENGGUNAKAN
SPEKTROFOTOMETER UV-VIS DI UPTD LABORATORIUM
KESAHATAN DAERAH KABUPATEN SLEMAN

Dipersiapkan dan disusun oleh:

Elsa Amalia Cahyaningrum

NIM: 18231012

Telah disetujui oleh Dosen Pembimbing Tugas Akhir
Program Studi D III Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu
Pengentahuan Alam Universitas Islam Indonesia
pada tanggal 20 Agustus 2021

Menyetujui,

Ketua Program Studi

Pembimbing



Tri Esti Purbaningtias, S.Si., M.Si.

NIK: 132311102



Kuntari, S.Si., M.Sc.

NIK: 162310401

HALAMAN PENGESAHAN
LAPORAN TUGAS AKHIR
VERIFIKASI PENGUJIAN FLUORIDA (F⁻) DALAM AIR MINUM
DENGAN METODE SPANDS MENGGUNAKAN
SPEKTROFOTOMETER UV-VIS DI UPTD LABORATORIUM
KESAHATAN DAERAH KABUPATEN SLEMAN

Dipersiapkan dan disusun oleh:
Elsa Amalia Cahyaningrum

NIM: 18231012

Telah dipertahankan didepan tim penguji pada tanggal
21 Agustus 2021

Susunan Tim Penguji

Pembimbing/Penguji



Kuntari, S.Si., M.Sc.

NIK: 162310401

Penguji I



Puji Kurniawati, M.Sc.

NIK: 132311103

Penguji II



Yuli Rohyami, M.Sc.

NIK: 052316004

Mengetahui,
Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia




Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D.

HALAMAN PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa laporan tugas akhir yang berjudul Verifikasi Pengujian Fluorida (F⁻) dalam Air Minum dengan Metode Spands menggunakan Spektrofotometer Uv-vis di UPTD Laboratorium Sesehatan Daerah Kabupaten Sleman. Bagian ini yang tidak pernah digunakan untuk memperoleh gelar Ahli Madya di Universitas Islam Indonesia dan ini benar-benar merupakan hasil saya sendiri, kecuali sumber yang tertulis sebagaimana acuan dalam laporan ini dan telah dicantumkan dalam daftar pustaka .

Yogyakarta, 16 Agustus 2021



Elsa Amalia Cahyaningrum

KATA PENGANTAR

Assalamualaikum warahmatullahi wabarakaatuh

Puji syukur kehadirat Allah SWT, atas kehendak Allah SWT Yang Maha Kuasa penulis bisa melangsungkan dan menyelesaikan laporan tugas akhir yang berjudul Verifikasi pengujian fluorida (F-) dalam air minum dengan metode spands menggunakan spektrofotometer uv-vis di uptd laboratorium kesehatan daerah Kabupaten Sleman sebagai penyelesaian laporan tugas akhir.

Terlaksana dan tersusunnya laporan tugas akhir ini dengan baik karena adanya bantuan, saran, kritik, motivasi, dan suport dari berbagai pihak. Penulis mengungkapkan rasa terima kasih kepada:

1. Bapak Prof. Fathul Wahid, S.T., M.Sc., Ph.D., selaku Rektor Universitas Islam Indonesia beserta jajarannya.
2. Bapak Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D., selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
3. Ibu Tri Esti Purbaningtias, S.Si., M.Si., selaku Ketua Prodi D III Analisis Kimia Universitas Islam Indonesia.
4. Bapak Thorikul Huda, S.Si., M.Sc., selaku Dosen Pembimbing Akademik
5. Ibu Kuntari, S.Si., M.Sc., selaku Dosen Pembimbing Tugas Akhir atas segenap bimbingannya, bantuan, serta sarannya yang dibagikan untuk penulis sehingga mampu menyelesaikan dengan baik tugas akhir ini.

Penulis sadar bahwa masih banyak kekurangan serta kekhilafan dalam menyusun laporan Tugas Akhir. Penulis sangat berharap adanya kritik dan saran agar laporan Tugas Akhir ini bisa menjadi lebih baik. Penutup kata penulis berkeinginan laporan ini bisa menjadi pembelajaran dan berguna bagi kita semua

Wassalamualaikum warahmatullahi wabarakaatuh

Yogyakarta, 16 Agustus 2021



Elsa Amalia Cahyaningrum

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah saya ucapkan kepada Allah SWT, atas segala rahmat dan juga kesempatan dalam menyelesaikan tugas akhir saya dengan segala kekurangannya. Segala syukur, karena sudah menghadirkan orang-orang berarti di sekeliling saya yang selalu memberi semangat dan doa, sehingga tugas akhir saya dapat diselesaikan dengan baik. Ucapan terimakasih saya persembahkan untuk:

1. Segenap staff pengajar Prodi D III Analisis Kimia Universitas Islam Indonesia yang telah membagikan ilmu pengetahuannya yang tidak terbandingkan masih penulis menempuh pendidikan di Prodi D III Analisis Kimia Universitas Islam Indonesia.
2. Orang tua penulis yaitu bapak Darno, S.T., dan Ibu Solikhah yang selalu memberi doa, nasehat, serta kesabarannya dalam mendidik penulis dan beliau berharap agar penulis bisa menjadi seseorang yang berguna dengan ilmunya yang telah didapatkan.
3. Kakak penulis tercinta yaitu Yanuar Feri Aditya, Husni Isnandar Aditya, S.P., dan Elsa Vicaphinata terimakasih atas doa dan semua supportnya.
4. Suami tercinta yaitu Arif Junaedi dan Anak tercinta Anzalia Sukma Arisa yang telah memberi dukungan dan doanya
5. Teman-teman penulis yaitu Dewi Soraya Ainiyyah, Henning Bulandari dan Nadia Viradika Rahmawati

Yogyakarta, 16 Agustus 2021



Elsa Amalia Cahyaningrum

DAFTAR ISI

HALAMAN PENGESAHAN	iii
HALAMAN PERNYATAAN.....	v
KATA PENGANTAR	vi
HALAMAN PERSEMBAHAN	vii
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR GAMBAR.....	x
INTISARI.....	xi
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	4
1.3 Tujuan Penelitian	4
1.4 Metode Penelitian	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 Profil UPTD Laboratorium Kesehatan Kabupaten Sleman	5
2.2 Air Minum.....	6
2.3 Fluorida	9
2.4 Spektrofotometri UV-VIS	11
2.5 Verifikasi Metode	16
2.5.1 Linieritas	17
2.5.1 <i>Limit of detection</i> dan <i>Limit of quantitation</i>	19
2.5.3 Presisi.....	20
2.5.4 Akurasi.....	21
2.5.5 Estimasi ketidakpastian.....	21
BAB III METODOLOGI.....	25
3.1 Alat.....	25
3.2 Bahan	25
3.3 Prosedur Kerja	25
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	28
4.1 Penentuan Linieritas.....	28
4.2 <i>Limit of detection</i> dan <i>Limit of quantitation</i>	30

4.3 Penentuan Presisi	32
4.4 Penentuan Akurasi	33
4.5 Penentuan Ketidakpastian	34
BAB V PENUTUP.....	36
5.1 Kesimpulan.....	36
5.2 Saran.....	36
DAFTAR PUSTAKA	38
LAMPIRAN	41

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Absorbansi Larutan Fluorida.....	29
Tabel 4.2 Penentuan <i>LOD</i> dan <i>LOQ</i>	31
Tabel 4.3 Penentuan Presisi.....	32
Tabel 4.4 Penentuan Akurasi.....	33
Tabel 4.5 Estimasi Ketidakpastian.....	35

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Instrumen Spektrofotometer UV-VIS.....	13
Gambar 4.1 Reaksi Kimia Fluorida dengan Spands	28
Gambar 4.2 Kurva Kalibrasi Standar Fluorida.....	30
Gambar 4.3 Diagram Tulang Ikan	34

**VERIFIKASI PENGUJIAN FLUORIDA (F⁻) DALAM AIR MINUM
DENGAN METODE SPANDS MENGGUNAKAN
SPEKTROFOTOMETER UV-VIS DI UPTD LABORATORIUM
KESAHATAN DAERAH KABUPATEN SLEMAN**

Elsa Amalia Cahyaningrum

Program Studi D III Analisis Kimia FMIPA Universitas Islam Indonesia
Jl. Kaliurang Km 14,5 Yogyakarta
Email: 18231012@students.uii.ac.id

INTISARI

Fluorida adalah salah satu senyawa kimia yang terbukti dapat menyebabkan efek terhadap kesehatan melalui air minum. Fluorida (F⁻) dalam air minum dapat dianalisis dengan metode spands menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Metode yang digunakan perlu diverifikasi dengan tujuan membuktikan bahwa UPTD Kabupaten Sleman mampu melakukan pengujian dengan metode tersebut. Verifikasi yang dilakukan di laboratorium bertujuan untuk membuktikan bahwa laboratorium mampu melakukan pengujian dengan metode SNI 06-6989.29-2005. Parameter verifikasi yang ditentukan antara lain linearitas, *limit of detection* dan *limit of quantitation*, presisi, akurasi, dan estimasi ketidakpastian. Hasil validasi pengujian fluorida yang diperoleh dari beberapa parameter antara lain linearitas dimana persamaan regresi linear sebesar $y=0,1731x + 0,0005$ serta koefisien determinasi (R^2) sebesar 0,9992. Hasil penentuan *limit of detection* dan *limit of quantitation* sebesar 0,2285mg/L dan 0,7616mg/L serta penentuan presisi dan akurasi masing-masing sebesar 4,13% dikarenakan hasil presisi lebih dari 2% maka harus dibandingkan dengan $2/3$ CV Horwitz sebesar 8,51% dan nilai akurasi 98,98%. Nilai estimasi ketidakpastian yang diperoleh sebesar $(4,47 \pm 0,38)\%$ dengan nilai estimasi ketidakpastian diperluas lebih kecil daripada nilai kadar fluorida yang menyatakan bahwa hasil yang memiliki tingkat kesalahan kecil dan teliti. Secara keseluruhan untuk air minum kadar fluorida (F⁻) sebesar 4,4745mg/L pada sampel air minum masih memenuhi syarat yang telah ditentukan oleh Kementerian Kesehatan Republik Indonesia No.492/MENKES/PER/IV/2010 tentang persyaratan air kualitas air minum yang dimana air minum dikatakan aman jika memenuhi persyaratan fisika, mikrobiologis, kimiawi dan radioaktif.

Kata kunci : Fluorida(F⁻), air minum, validasi metode, estimasi ketidakpastian, spektrofotometer UV-Vis.

BAB I

PENDAHULUAN

1. Latar Belakang

Keberadaan air tidak bisa dilepaskan begitu saja dari kehidupan makhluk hidup diseluruh bumi ini, air sebagai salah satu unsur alam yang memang sangat diperlukan dan bermanfaat besar tak hanya manusia melainkan hewan dan tumbuhan. Air merupakan komponen lingkungan hidup yang penting bagi keberlangsungan hidup manusia dan makhluk hidup lainnya. Itu bisa dilihat dari fakta bahwa 70% permukaan bumi tertutup air dan dua per tiga tubuh manusia terdiri dari air (Gafur dkk, 2017).

Kebutuhan air minum di banyak negara di dunia yang tidak sama satu sama lain titik di negara maju lebih banyak memerlukan air minum daripada di negara berkembang. di negara maju semua keperluan air dipenuhi dengan air minum, sedangkan di negara berkembang air minum khususnya dipergunakan oleh air bersih biasa. Di negara maju, air yang dibutuhkan adalah lebih kurang 500 liter per hari sedangkan di Indonesia (Kota besar) sebanyak 200-400 liter per hari dan daerah pedesaan hanya 60 liter perhari (Departemen Kesehatan RI, 2006).

Menurut Slamet (2004) dalam buku kesehatan lingkungan, air dalam tubuh manusia sekitar 50 sampai 70% dari seluruh berat badan. Titik pentingnya air bagi kesehatan dapat dilihat dari jumlah air yang ada di dalam organ, seperti 80% dari darah terdiri dari air, 25% dari tulang, 75% dari urat saraf, 80% dari ginjal, 70% dari hati dan 75% dari otot adalah air. Kehilangan air untuk 15% dari berat badan dapat mengakibatkan kematian yang diakibatkan oleh dehidrasi dalam tubuh dan membantu proses metabolisme.

Air yang masuk dalam tubuh manusia selain diperlukan jumlah yang cukup, juga harus sesuai dengan proses. Oleh karena itu diperlukan persyaratan pokok, yakni persyaratan biologis, fisik dan kimiawi. Persyaratan tersebut yang paling mudah diatasi adalah pencemaran biologi karena umumnya mikroorganisme akan mati bila air dididihkan, maka dianjurkan untuk merebus air sebelum dikonsumsi. Akan tetapi problem yang serius di negara berkembang adalah masalah kimiawi

pada air bersih seperti deterjen, logam berat, pestisida, nitrat, dan fluorida yang tidak dapat diatasi dengan hanya merebus air tersebut. Melihat pentingnya arti air dalam kehidupan dan kesehatan manusia, maka air yang digunakan untuk memenuhi kebutuhan sehari-hari khususnya untuk penyediaan air minum harus memenuhi persyaratan yang diatur oleh pemerintah. Air yang digunakan atau dikonsumsi harus memenuhi persyaratan baik secara kualitas maupun kuantitas.

Peningkatan konsumsi AMDK serta pertumbuhan penduduk dalam masyarakat Indonesia menjadikan AMDK sebagai kebutuhan pokok yang permintaannya terus meningkat. Menurut Asosiasi Perusahaan AMDK Indonesia (ASPADIN), penjualan AMDK tumbuh 12,5% per tahun selama 2009-2014. Pada tahun 2009, volume penjualan AMDK mencapai 12,8 miliar L, dan pada tahun 2013 mencapai 22,7 miliar L, sedangkan pada tahun 2014 meningkat menjadi 23,1 miliar L. Tahun 2015 pada kuartal pertama penjualan AMDK menembus 5,8 miliar L (Ikaningsih dkk, 2017).

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

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 gigiringan (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 diberbagai 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 dkk, 2006).

Adanya penelitian terhadap kualitas air minum penting untuk dilakukan terutama di daerah kota 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).

Metode yang diterapkan oleh UPTD Laboratorium Kesehatan Daerah Kabupaten Sleman mengacu pada pemerintah telah menetapkan batasan kandungan fluorida dalam air minum melalui Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia (2010) tentang persyaratan kualitas air minum. Peraturan menyebutkan bahwa, air minum tidak boleh mengandung lebih dari 1,5 mg per liter. Batasan yang sama juga ditetapkan oleh *World Health Organization* (WHO, 2011) sebesar 1,5 mg per liter. Batasan yang lebih ketat bahkan ditetapkan dalam SNI 01-3553-2006 tentang Air Minum dalam Kemasan (AMDK) bahwa kandungan fluorida dalam air mineral tidak boleh melebihi 1mg/L.

Penetapan kadar fluorida dapat dilakukan dengan berbagai metode, antara lain dengan kromatografi-ion, dan kolorimetri (Fawell dkk, 2006). Metode yang disarankan dan paling memuaskan untuk penentuan ion fluorida dalam air adalah metode elektroda dan kolorimetri (Pudjianto, 1984). Pada penelitian ini digunakan metode spands dengan spektrofotometer setelah penambahan spands-asam zirkonil untuk mengetahui kadar fluorida dalam air minum. Tujuan penelitian verifikasi ini untuk membuktikan bahwa laboratorium mampu menggunakan metode analisis ion fluorida secara spektrofotometri dengan pereaksi spands pada kondisi nyata di laboratorium serta mengetahui kandungan ion fluorida yang terdapat dalam sampel air minum di masyarakat secara spektrofotometri dengan pereaksi spands.

2. Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang, maka diperoleh rumusan masalah sebagai berikut:

- 1) Berapakah kadar fluorida yang terdapat di dalam air minum ?
- 2) Bagaimanakah hasil verifikasi penentuan fluorida jika ditinjau dari liniertitas, *limit of detection* dan *limit of quantitation*, akurasi , presisi dan estimasi ketidakpastian ?

3. Tujuan Penelitian

Berdasarkan latar belakang dan rumusan masalah, verifikasi pengujian fluorida (F⁻) dalam air minum dengan metode spands menggunakan spektrofotometer UV-Vis di UPTD laboratorium kesehatan daerah Kabupaten Sleman bertujuan untuk:

- 1) Mengetahui kadar fluorida (F⁻) di dalam air minum.
- 2) Mengetahui hasil verifikasi penentuan fluorida (F⁻) bila ditinjau dari liniertitas, *limit of detection* dan *limit of quantitation*, akurasi, presisi dan estimasi ketidakpastian

4. Manfaat Penelitian

Penelitian ini memiliki manfaat di bidang analis dan aplikasinya secara langsung maupun tidak langsung yang. Adapun mafaat secara langsung seperti memberikan sumbangan ilmiah serta referensi pada penelitian selanjutnya serta mejadi bahan kajian lebih lanjut sedangkan manfaat secara tidak langsung seperti menambah wawasan dan pengalaman langsung sebagai pembelajaran kemampuan di bidang analis dan aplikasinya.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Profil UPTD Laboratorium Kesehatan Kabupaten Sleman

Unit Pelaksanaan Teknis Daerah laboratorium kesehatan kabupaten Sleman terletak di Jalan Kalimantan Gang Ambalan Dusun Purwosari Desa Sinduadi Kecamatan Mlati Kabupaten Sleman DIY. Unit Pelaksanaan Teknis Daerah laboratorium kesehatan Sleman merupakan satu-satunya UPTD laboratorium kesehatan di wilayah Sleman. Berdirinya UPTD laboratorium kesehatan Kabupaten Sleman diawali dengan diawali dengan terbitnya peraturan daerah tingkat 2 Sleman nomor 18 tahun 1998 tentang pengawasan kualitas air sehingga upacara laboratorium kesehatan masih menjadi bagian dari dinas kesehatan tingkat 2 kabupaten Sleman pada bidang pemberantasan penyakit dan penyehatan lingkungan dengan nama laboratorium pengawasan kualitas air (PKA). Tiga tahun kemudian tepatnya tahun 1999 berubah menjadi seksi pengawasan kualitas air dan lingkungan, selanjutnya pada tahun 2001 berubah menjadi pengawasan kualitas air bersih dan sanitasi pemukiman hingga pada tahun 2009 secara resmi terbentuk UPTD.

Unit Pelaksanaan Teknis Daerah laboratorium kesehatan Sleman sejak tanggal 20 Juli 2010 telah menetapkan sistem manajemen ISO/IEC 17025:2008 yang mencakup sistem mutu administrasi dan teknik yang menggerakkan kegiatan laboratorium agar memenuhi persyaratan Standar Negara Indonesia (SNI). Fungsi UPTD laboratorium kesehatan menurut peraturan Bupati Nomor 54 tahun 2018 adalah ;

- 1) Perumusan kebijaksanaan dan pelayanan laboratorium kesehatan
- 2) Penyelenggaraan pelayanan pengujian kualitas air makanan dan minuman.
- 3) Penyelenggaraan pengujian klinis.
- 4) Penyelenggaraan pengurusan tindak lanjut hasil pemeriksaan laboratorium kesehatan.
- 5) Penyelenggaraan pemeliharaan peralatan laboratorium.
- 6) Penyelenggaraan ketatausahaan.

- 7) Pelaksanaan tugas lain yang diberikan oleh kepala dinas sesuai dengan tugas dan fungsinya.

Unit Pelaksanaan Teknis Daerah (UPTD) laboratorium kesehatan Kabupaten Sleman memiliki visi dan misi sebagai berikut :

1. Visi

Terwujudnya pelayanan laboratorium kesehatan yang bermutu untuk mendukung masyarakat hidup sehat secara mandiri menuju smart health di tahun 2021

2. Misi

- 1) Memberikan pelayanan laboratorium kesehatan sesuai standar ramah dan profesional.
- 2) Menyediakan sumber daya yang memadai.
- 3) Mengembangkan pelayanan berbasis teknologi.
- 4) Membangun kerjasama lintas sektor dalam pelayanan laboratorium kesehatan.
- 5) Membangun lingkungan kerja yang nyaman dan aman.

2.2 Air Minum

Air minum adalah kebutuhan dasar manusia yang paling penting. Untuk menjamin kelangsungan hidup dan kualitas hidup manusia harus diperhatikan kelestarian sumber daya air. Namun tidak semua daerah mempunyai sumber daya yang baik. Air minum menurut Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor.492 Tahun 2010 tentang persyaratan kualitas air minum adalah air yang melalui proses pengolahan yang memenuhi syarat kesehatan dan dapat langsung diminum. Air minum aman bagi kesehatan apabila memenuhi persyaratan fisika, mikrobiologis, kimiawi, dan radioaktif yang dimuat dalam parameter wajib dan parameter tambahan.

Syarat-Syarat Air Minum Menurut Sutrisno (2007), dari segi kualitas air minum harus memenuhi:

1. Syarat Fisik

1) Air tidak boleh berbau

Air minum yang berbau selain tidak estetik juga tidak akan disukai oleh masyarakat. Bau air dapat memberi petunjuk akan kualitas air. Misalnya, bau amis dapat disebabkan oleh tumbuhnya alga.

2) Air tidak boleh berasa

Air minum biasanya tidak memberi rasa/tawar. Air yang tidak tawar dapat menunjukkan kehadiran berbagai zat yang dapat membahayakan kesehatan. Rasa logam/amis, rasa pahit, asin, dan sebagainya. Efeknya tergantung pada penyebab timbulnya bau tersebut

3) Air tidak boleh berwarna

Air minum sebaiknya tidak berwarna untuk alasan estetik dan untuk mencegah keracunan dari berbagai zat kimia maupun mikroorganisme yang berwarna.

4) Kekeruhan

Kekeruhan air disebabkan oleh zat padat yang tersuspensi, baik yang bersifat anorganik maupun organik. Zat anorganik, pada umumnya berasal dari lapukan tanaman dan hewan. Buangan industri juga dapat menyebabkan kekeruhan. Zat organik dapat menjadi makanan bakteri, sehingga mendukung perkembang biakannya

5) Suhu air hendaknya di bawah sela udara (sejuk $\pm 250^{\circ}\text{C}$)

Suhu air hendaknya di bawah sela udara agar tidak pelarutan kimia yang ada pada saluran atau pipa yang dapat membahayakan kesehatan, menghambat reaksi-reaksi biokimia di dalam saluran atau pipa, mikroorganisme patogen tidak mudah berkembang biak, bila di minum air dapat menghilangkan dahaga.

6) Jumlah zat padat terlarut (*total dissolved solid*)

Total Dissolved Solid (TDS) biasanya terdiri dari zat organik, garam anorganik dan gas terlarut. Kesadahan akan naik jika nilai TDS bertambah.

2. Syarat kimia

Air minum tidak boleh mengandung racun, zat-zat mineral atau zat-zat kimia tertentu dalam jumlah melampaui batas yang telah ditentukan.

3. Syarat bakteriologi

Air minum tidak boleh mengandung bakteri-bakteri penyakit (*patogen*) dan tidak boleh mengandung bakteri-bakteri golongan *E.Coli* melebihi batas-batas yang telah ditentukan yaitu 0 Coli/100mL air.

Bakteri golongan *E.Coli* berasal dari usus besar (*feaces*) dan tanah. Bakteri patogen yang mungkin ada dalam air antara lain adalah:

- 1) Bakteri *typhum*
- 2) *Vibrio colerae*
- 3) Bakteri *dysentriae*
- 4) *Entamoeba histolyhese*
- 5) Bakteri *enteritis* (penyakit perut)

Air yang mengandung *E.Coli* dianggap telah terkontaminasi (tercemar) dengan kotoran manusia. Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 492 Tahun 2010 tentang persyaratan kualitas air minum dimana untuk Bakteriologi atau Mikrobiologi kadar maksimum yang diperbolehkan adalah 0 per 100mL sampel dan untuk fluorida 1,5 mg.

Berdasarkan Peraturan Menteri Kesehatan Nomor 82 Tahun 2001 tentang pengelolaan kualitas air dan pengendalian pencemaran air yang dimaksud sebagai semua air yang terdapat di atas dan di bawah permukaan permukaan tanah kecuali air laut dan air fosil. Pengelolaan kualitas air dengan upaya pemeliharaan air sehingga tercapai kualitas air yang diinginkan sesuai peruntukannya untuk menjamin agar kualitas air tetap terkontrol alamiahnya dan pengendalian pencemaran air dengan upaya pencegahan dan penanggulangan pencemaran air serta pemulihan kualitas air untuk menjamin kualitas air agar sesuai dengan baku mutu air. Baku mutu air harus dengan kondisi kualitas air yang diukur dan atau diuji berdasarkan parameter-parameter tentu dan metode tertentu berdasarkan peraturan perundang-undangan yang berlaku serta kriteria mutu air sesuai dengan tolak ukur mutu air untuk setiap kelas air.

Berikut klasifikasi baku mutu air berdasarkan setiap kelasnya. Klasifikasi mutu air ditetapkan menjadi 4 (empat) kelas :

- 1) Kelas satu, air yang peruntukannya dapat digunakan untuk air baku air minum, dan atau peruntukan lain yang memper- syaratkan mutu air yang sama dengan kegunaan tersebut.
- 2) Kelas dua, air yang peruntukannya dapat digunakan untuk prasarana/sarana rekreasi air, pembudidayaan ikan air tawar, peternakan, air untuk mengairi pertanaman, dan atau peruntukan lain yang mempersyaratkan mutu air yang sama dengan kegunaan tersebut.
- 3) Kelas tiga, air yang peruntukannya dapat digunakan untuk pembudidayaan ikan air tawar, peternakan, air untuk mengairi pertanaman, dan atau peruntukan lain yang mempersyaratkan mutu air yang sama dengan kegunaan tersebut.
- 4) Kelas empat, air yang peruntukannya dapat digunakan untuk mengairi pertanaman dan atau peruntukan lain yang mempersyaratkan mutu air yang sama dengan kegunaan tersebut.

2.3 Fluorida

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. Salah satu sumber asupan fluorida yaitu berasal dari air yang dikonsumsi. 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 +0,4 Ppm pada daerah tropis sudah dapat menimbulkan *fluorosis*, terkait dengan konsumsi air yang lebih tinggi dibandingkan dengan daerah beriklim dingin (Mariati, 2010).

Fluorida (F^-) berada pada golongan halogen VIIA pada tabel periodik unsur dan termasuk kelompok halogen, juga merupakan unsur paling reaktif, oksidator paling kuat serta memiliki elektro negativitas paling tinggi dan dapat bereaksi cepat dengan zat yang paling mudah teroksidasi pada suhu kamar. Fluor mudah membentuk senyawa dengan hampir semua unsur lainnya, bahkan dengan gas mulia seperti kripton, xenon dan radon. Sangking reaktifnya, kaca, logam bahkan

air serta zat lain akan terbakar dan menyala terang saat direaksikan dengan gas fluor. Fluor biasanya terbentuk sebagai ion fluorida (F^-) dalam larutan. Fluorida (F^-) terbentuk dari interaksi antara ion fluorida dengan unsur lain yang bermuatan positif (Putri dkk, 2015).

Fluorida (F^-) berperan untuk menghambat karies di dalam lingkungan mulut melalui mekanisme demineralisasi, melalui pembentukan fase tahan asam dan meningkatkan remineralisasi enamel yang karies dan belum berlubang (Anusavice, 2004.) Fluorida (F^-) memiliki tiga peranan, yaitu pada pembentukan enamel gigi dengan terbentuknya fluor sehingga membuat gigi lebih resisten terhadap demineralisasi oleh asam dari bakteri, mempengaruhi metabolisme bakteri, selain itu mempengaruhi pembentukan polisakarida di dalam sel yang digunakan sebagai cadangan untuk menghasilkan asam, menambah atau merangsang remineralisasi yang akan menghentikan proses karies berlangsung.

Salah satu sumber asupan fluorida terbanyak pada manusia adalah air minum terutama yang berasal dari air tanah. Fluorida tersebut diperlukan pada kadar yang sesuai untuk mencegah terjadinya karies gigi, namun jika berlebihan dapat menyebabkan fluorosis gigi sampai fluorosis skeletal pada paparan fluorida dengan kadar yang sangat tinggi dan dalam waktu yang lama. Penelitian epidemiologi di China menunjukkan hubungan antara asupan fluorida dengan respon dosis yang meemukan bahwa terdapat kerapuhan tulang dan gigi pada asupan fluorida sangat rendah maupun pada asupan fluorida yang sangat tinggi (Fawell dkk, 2006).

Gejala keracunan fluorida akut hampir sama dengan penyakit umum lain seperti sakit perut, mual, flu. Insiden keracunan fluorida 80% terjadi pada anak usia 6 tahun dengan kadar fluorida 5mg/kg. *Journal of Public Health Dentistry* : menyatakan kejadian eksposur fluorida beracun nasional diperkirakan menjadi lebih rumit oleh adanya bias. Orang tua atau pengasuh mungkin tidak menyadari gejala yang terkait dengan toksisitas fluorida ringan seperti kolik atau gastroenteritis, terutama jika mereka tidak melihat anak menelan fluorida. Sifat spesifik dari gejala ringan sampai sedang, menyebabkan dokter tidak mungkin untuk memasukkan toksisitas fluorida tanpa riwayat konsumsi fluorida.

Jumlah laporan ke *Poison Control Center* di Amerika Serikat mengalami peningkatan sejak *Food and Drugs Administration* (FDA) mengeluarkan peringatan bahaya racun fluorida, meskipun banyak insiden kejadian menelan pasta gigi pada anak yang tidak terdiagnosis. Awal tahun 1990-an sebelum dikeluarkan peringatan FDA ada sekitar 1.000 laporan keracunan setiap tahun dari pasta gigi yang mengandung fluorida. Peningkatan kasus saat ini menjadi 20 kali lipat sejak FDA mengeluarkan peringatan (Munfiah dkk, 2013).

2.4 Spektrofotometri UV-Vis

2.4.1 Definisi spektrofotometer UV-Vis

Spektrofotometri adalah suatu metode analisis yang berdasarkan pada pengukuran serapan sinar monokromatis oleh suatu lajur larutan berwarna pada panjang gelombang yang spesifik dengan menggunakan monokromator prisma atau kisi difraksi dan *detector vacuum phototube* atau tabung foton hampa. Alat yang digunakan adalah spektrofotometer, yaitu suatu alat yang digunakan untuk menentukan suatu senyawa baik secara kuantitatif maupun kualitatif dengan mengukur transmittan ataupun absorban dari suatu cuplikan sebagai fungsi dari konsentrasi. Spektrofotometer menghasilkan sinar dari spektrum dengan panjang gelombang tertentu dan fotometer adalah alat pengukur intensitas cahaya yang ditransmisikan atau diabsorpsi (Harjadi,1990).

Spektrofotometer menghasilkan sinar dari spectrum dengan panjang gelombang tertentu dan fotometer adalah alat pengukur intensitas cahaya yang ditransmisikan atau diabsorpsi. Kelebihan spektrofotometer dibandingkan fotometer adalah panjang gelombang dari sinar putih dapat lebih terseleksi dan ini diperoleh dengan alat pengurai seperti prisma, grating, atau celah optis. Fotometer filter berbagai filter dari berbagai warna yang mempunyai spesifikasi melewatkan trayek panjang gelombang tertentu. Fotometer filter tidak mungkin memperoleh panjang gelombang yang benar-benar monokromatis, melainkan suatu trayek panjang gelombang 30-40 nm. Panjang gelombang yang benar-benar terseleksi dapat diperoleh pada spektrofotometer dengan bantuan alat pengurai cahaya seperti prisma. Suatu spektrofotometer tersusun dari sumber spektrum tampak yang berkala, monokromator, sel pengabsorpsi untuk larutan sampel atau

blanko dan suatu alat untuk mengukur perbedaan absorpsi antara sampel dan blanko ataupun pembanding. Pengertian spektrofotometri lebih spesifik atau pengertiannya lebih sempit karena ditunjukkan pada interaksi antara materi dengan cahaya (baik yang dilihat maupun tidak terlihat), sedangkan pengertian spektroskopi lebih luas misalnya cahaya maupun medan magnet termasuk gelombang elektromagnetik (Eka, 2007).

Spektrofotometri dapat digunakan untuk menganalisis konsentrasi suatu zat di dalam larutan berdasarkan absorbansi terhadap warna dari larutan pada panjang gelombang tertentu. Metode spektrofotometri memerlukan larutan standar yang telah diketahui konsentrasinya. Larutan standarnya terdiri dari beberapa tingkat konsentrasi mulai yang rendah sampai konsentrasi tinggi (Khopkar, 2002). Cara kerja spektrofotometer dimulai dengan dihasilkannya cahaya monokromatik dari sumber sinar. Cahaya tersebut kemudian menuju ke kuvet (tempat sampel/sel). Banyaknya cahaya yang diteruskan maupun yang diserap oleh larutan akan dibaca oleh detektor yang kemudian menyampaikan ke layar pembaca (Sastrohamidjojo, 1992).

Larutan standar dibuat dengan maksud untuk membuat kurva standar atau kurva kalibrasi sehingga nanti akan diperoleh panjang gelombang maksimum dari larutan standar tersebut. Panjang gelombang maksimum yang dipilih karena disekitar panjang gelombang maksimum, bentuk kurva serapan adalah datar sehingga hukum Lambert-Beer akan terpenuhi dengan baik sehingga kesalahan yang ditimbulkan panjang gelombang maksimum dapat diperkecil. Larutan menghasilkan warna komplementer yang dapat menyerap cahaya. Warna-warna ini ditimbulkan oleh adanya panjang gelombang yang dimiliki larutan tersebut. Setiap warna memiliki panjang gelombang yang berbeda-beda dengan interval tertentu (Skogg, 1965).

Prinsip penentuan spektrofotometer UV-Vis adalah aplikasi dari Hukum Lambert Beer, yaitu:

$$A = \log T = -\log \frac{I_t}{I_0} = \epsilon \cdot b \cdot C$$

Keterangan :

A = Absorbansi dari sampel yang akan diukur

T = Transmittansi

I_0 = Intensitas sinar masuk

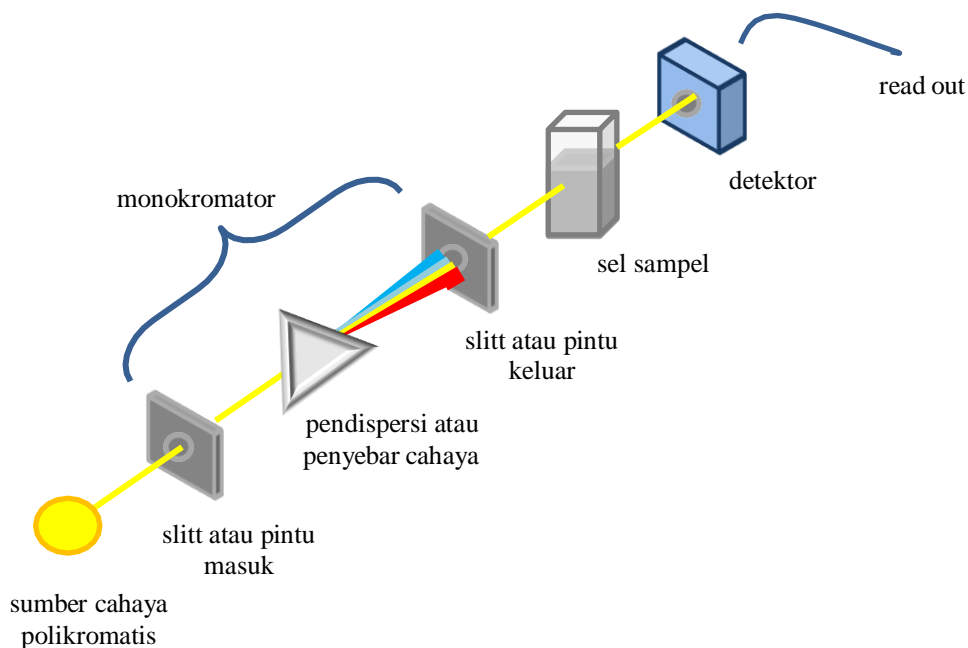
I_t = Intensitas sinar yang diteruskan

ϵ = Serapan molar

b = Tebal kuvet yang digunakan

C = Konsentrasi dari sampel (Sann, 2010).

Prinsip kerja spektrofotometer adalah bila cahaya (monokromatik maupun campuran) jatuh pada suatu medium homogen, sebagian dari sinar masuk akan dipantulkan, sebagian diserap dalam medium itu, dan sisanya diteruskan. Nilai yang keluar dari cahaya yang diteruskan dinyatakan dalam nilai absorbansi karena memiliki hubungan dengan konsentrasi sampel (Sutopo, 2006).



Gambar 2.1 Instrumen Spektrofotometer UV VIS

Menurut Khopkar (1990), suatu spektrofotometer terdiri dari:

- 1) Sumber cahaya, sebagai sumber cahaya pada spektrofotometer harus memiliki pancaran radiasi yang stabil dan intensitasnya tinggi. Sumber yang biasa digunakan adalah lampu wolfram dengan panjang gelombang (λ) di atas 375 nm atau lampu detrium (D2) yang memiliki panjang gelombang (λ)

di bawah 375 nm. Berfungsi untuk memperoleh tegangan yang stabil dan digunakan transformator.

- 2) Monokromator, merupakan alat yang berfungsi untuk menguraikan cahaya polikromatis menjadi beberapa komponen panjang gelombang tertentu (monokromatis) yang berbeda. Alatnya dapat berupa prisma ataupun grating. Sinar monokromatis dapat diuraikan sesuai keinginan seperti menggunakan celah.
- 3) Kuvet merupakan suatu alat yang digunakan sebagai tempat contoh atau cuplikan yang akan dianalisis. Kuvet pada umumnya terbuat dari kuarsa, plexiglass, kaca, plastic dengan bentuk yabung empat persegi panjang 1 x 1 cm dan tinggi 5 cm.
- 4) Detektor, peranannya memberi respon terhadap cahaya pada berbagai panjang gelombang. Detektor akan mengubah cahaya menjadi sinyal listrik yang selanjutnya akan ditampilkan oleh peampil data dalam bentuk jarum penunjuk atau angka digital.
- 5) Pengganda dan rangkaian yang berkaitan membuat isyarat listrik itu memadai untuk dibaca.
- 6) Sistem baca (piranti pembaca) yang memperagakan besarnya isyarat listrik, menyatakan dalam bentuk % transmittan (% T) maupun absorbansi (λ).

Metode analisa deret standar, tabung-tabung seragam yang tidak berwarna dengan dasar datar (disebut tabung Nessler) digunakan untuk menampung larutan berwarna dengan jumlah volume tertentu. Warna ini kemudian dibandingkan dengan larutan standar yang dibuat dari komponen yang sama dengan yang dianalisis tetapi konsentrasinya telah diketahui (Khopkar, 2003).

Larutan standar adalah larutan yang mengandung suatu zat dengan berat ekuivalen tertentu dalam volume tertentu, larutan standar disiapkan dengan menimbang reagen murni secara tepat, karena tidak semua standar tersedia dalam keadaan murni. Larutan standar berfungsi membakukan atau memastikan konsentrasi suatu larutan, yaitu suatu larutan atau pereaksi yang ketetapan konsentrasinya sukar yang diperoleh pembuatannya secara langsung (Suhartono, 1989).

Larutan blanko adalah pelarut sebelum ditambahkan kompleks warna atau suatu larutan yang tidak menyerap atau pelarut yang belum ditambahkan kompleks berwarna. Larutan blanko yang digunakan adalah larutan yang tidak berisi analit atau larutan tanpa sampel (Khopkar, 2003). Fungsi larutan blanko:

1. Sebagai larutan pembanding untuk mengukur intensitas cahaya, menghamburkan cahaya, dan tidak menyerap cahaya.
2. *Aquades* harus 0 nm karena fungsinya sebagai penyangga, larutan yang ditambahkan *aquades* semakin kecil konsentrasinya semakin kecil absorbansinya.
3. Mengkoreksi absorbansi atau senyawa yang akan diteliti dengan metode spektrofotometri sehingga tidak terjadi kesalahan pembacaan oleh alat.

Menurut Day dkk, (1999), larutan cuplikan merupakan larutan sampel yang ditambahkan kompleks berwarna di dalamnya sehingga dapat dianalisa menggunakan spektrofotometer. Hasil absorbansinya akan dibandingkan dengan nilai larutan standar. Konsentrasi larutan cuplikan dapat dari rumus perhitungan ataupun dari kurva standar.

2.4.2 Penentuan fluorida dalam air dengan spektrofotometri menggunakan pereaksi spands-asam zirkonil

Penentuan fluorida secara spektrofotometri dengan peraksi spands (Sodium 2-parasulfofenylazo-20-1,8-dihidroaksi-3,6-naflen disulfonat). Metode tersebut didasarkan pada reaksi yang terjadi antara fluorida dengan zat warna zirkonium. Larutan spands tidak beraksi secara langsung dengan fluorida tapi harus direaksikan dengan dengan zirkonil klorida ($ZrOCl_2$) untuk membentuk kompleks yang berwarna pekat. Fluorida akan bereaksi dengan reagen tersebut dan membentuk kompleks anion yang tidak berwarna (ZrF_6^{2-}). Kadar fluorida yang meningkat akan ditunjukkan dengan warna yang semakin pudar (Clesceri dkk, 1989).

Metode pengamatan serapan fluorida dengan spektrofotometri menggunakan pereaksi spands-asam zirkonil adalah metode yang dilakukan secara tidak langsung dengan mengamati pengurangan serapan kompleks peraksi spands-asam zirkonil, bukan serapan peraksi yang telah ditambahkan ion fluorida. Perbandingan dari hasil pengurangan perisa spnads-asam zirkonil akan sebanding

dengan konsentrasi fluorida pada zat uji yang diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 580 nm (Badan Standarisasi Nasional, 2005).

2.5 Verifikasi Metode

Verifikasi sebenarnya sama dengan validasi dari segi parameter karena verifikasi adalah validasi sekunder terhadap suatu metode uji yang telah terbukti validitasnya. Validasi metode merupakan suatu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu berdasarkan percobaan laboratorium, untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan penggunaannya (Riyanto, 2014).

Validasi perlu dilakukan oleh laboratorium terhadap metode non standar, metode yang dikembangkan sendiri, metode standar yang digunakan di luar lingkup yang dimaksud metode standar yang dimodifikasi dan metode standar untuk menegaskan dan mengkonfirmasi bahwa metode tersebut sesuai dengan penggunaannya. Validasi metode melibatkan keseluruhan prosedur analisis mulai dari pengambilan sampel, preparasi sampel analisis dan evaluasi data hingga pelaporan hasil.

Metode yang diterbitkan oleh organisasi seperti *International Organization for Standardization (ISO)* telah dilakukan validasi oleh gabungan akademika dan terbukti sesuai dengan tujuan dalam ruang lingkup dari suatu metode. Apabila fasilitas yang digunakan dalam laboratorium pengujian metode dan pereaksinya tidak berubah dari instruksinya, maka metode tersebut tidak perlu dilakukan validasi oleh laboratorium pengujian, tetapi perlu diverifikasi bahwa alat dan lingkungan laboratorium dapat menerapkan metode dalam memperoleh hasil yang serupa dengan metode standar tersebut.

Verifikasi metode ujian adalah konfirmasi ulang dengan cara menguji suatu metode dengan melengkapi bukti-bukti yang objektif, apakah metode tersebut memenuhi persyaratan yang ditetapkan hasil dan sesuai dengan tujuan. Tujuan verifikasi metode uji adalah menerima sampel individu sebagai anggota dari populasi yang diteliti, mengakui sampel pada proses pengukuran, meminimalkan pertanyaan tentang keaslian sampel dan memberikan kesempatan bagi mengulang sampel bila diperlukan. Adapun parameter yang ditentukan dalam melakukan verifikasi metode antara lain linieritas, *limit of detection* dan *limit*

of quantitation, presisi, akurasi dan estimasi ketidakpastian. Beberapa manfaat verifikasi metode analisis adalah untuk mengevaluasi unjuk kerja suatu metode analisis menjamin prosedur analisis, menjamin keakuratan hasil analisis yang mengurangi risiko penyimpanan yang mungkin timbul (Riyanto, 2004).

Beberapa parameter yang harus dipertimbangkan dalam verifikasi metode antara lain :

2.5.1 Linieritas

Uji linearitas adalah kemampuan dari suatu metode untuk memberikan hasil yang proposional terhadap kepekaan analit dalam jangkauan kepekaan yang ada. Linieritas atau kecenderungan korelasi antara dua variabel konsentrasi dan luas area dinyatakan dalam koefisien korelasi yang dapat dihitung secara statistika. Linearitas yang baik ditunjukkan dengan harga regresi yang mendekati satu (Miller, 1991).

Parameter adanya hubungan linier digunakan efisien korelasi (r) dan koefisien determinasi (R) pada analisis regresi linear $y = ax + b$. Hubungan linier yang ideal dicapai jika nilai $b = 0$ dan $r = + 1$ atau -1 merupakan hubungan yang sempurna tanda min dan plus tergantung pada arah garis sedangkan a menunjukkan kepekaan analisis terutama instrumen yang digunakan.

Uji linieritas dilakukan dengan menyiapkan larutan standar, paling tidak 5 tingkatan atau lebih konsentrasi, dan rentang yang mencakup konsentrasi analit dari contoh yang akan diuji 5 tingkat atau lebih. Konsentrasi tersebut diperlakukan atau dipersyaratkan untuk memperoleh gambaran kurva dalam data yang akan cantumkan. Rentang metode adalah pernyataan batas terendah dan tertinggi analit yang bisa ditunjukkan dapat ditetapkan dengan kecermatan, kesaksamaan, dan linieritas yang diterima (Riyanto, 2014).

Koefisien korelasi linear didefinisikan sebagai ukuran hubungan linearitas antara perubahan acak x dan y dan dilambangkan dengan r . Nilai r akan mengambil tempat di antara -1 sampai $+ 1$. Bila x mendekati -1 atau $+ 1$, maka dikatakan bahwa hubungan antara dua perubahan tersebut kuat dan dapat korelasi yang tinggi antara keduanya. Tanda (+) menunjukkan korelasi positif yang ditandai dengan semakin tingginya nilai absorbansi terhadap kenaikan konsentrasi analit dan garis

yang miring kekanan, sedangkan Tanda (-) menunjukkan korelasi negatif yang ditandai dengan semakin rendahnya nilai observasi terhadap kenaikan konsentrasi analit dan garis miring ke kiri. Apabila r mendekati 0 hubungan linear antara x dan y sangat lemah atau mungkin tidak ada korelasi sama sekali (Riyanto, 2014).

Nilai a yang ideal adalah 0 bergantung pada garis dan b menunjukkan kepekaan analisis terutama instrumen yang digunakan. Nilai koefisien korelasi yang memenuhi syarat adalah sebesar lebih dari 0,995 (SNI). Koefisien determinasi merupakan rasio dari variasi yang dijelaskan terhadap variasi keseluruhan, nilai rasio ini tidak negatif sehingga ditandai dengan R^2 .

Menurut Ibrahim, (2007) cara penetapan linearitas dilakukan dalam beberapa tahap yaitu :

1. Menyiapkan larutan analisis sebanyak minimal 6 konsentrasi.
2. Mengukur respon instrumen ke-6 larutan tersebut masing-masing paling sedikit 3 kali pengukuran.
3. Membuat kurva antara respon instrumen terhadap konsentrasi analit dan menghitung persamaan matematika yang menandai persamaan garis regresi linier atau regresi kuadrat.
4. Menghitung derajat linearitas melalui parameter-parameter antara lain yaitu koefisien regresi koefisien korelasi slope dan intersep.

Linearitas adalah kemampuan memperoleh hasil uji yang secara langsung atau dengan transformasi matematika yang benar-benar ditetapkan, berbanding lurus dengan konsentrasi analit dalam sampel dalam suatu rentang yang ditetapkan. Data garis regresi membantu memberikan estimasi matematik derajat linearitas. Koefisien korelasi, perpotongan (intersep) y , kemiringan garis regresi dan jumlah residual kuadrat hendaknya jika diajukan. Penetapan linearitas digunakan minimal 5 konsentrasi. Uji disolusi 20% ditetapkan jika spesifikasi untuk produk dengan pelepasan terkendali mencakup daerah dari 20% setelah 1 jam dan naik sampai 90% setelah 24 jam rentang yang divalidasi adalah 0%-100% dari yang tertera pada etiket (Siregar 2007).

2.5.2 *Limit of detection dan limit of quantitation*

Limit of detection adalah jumlah analitik kecil di dalam sampel yang dapat dideteksi dan masih memberikan respon signifikan dibandingkan blanko. Sedangkan limit kuantifikasi adalah jumlah terkecil analit di dalam sampel yang sama dan memenuhi syarat sama dengan respon 10 kali lebih besar dari respon sinyal blanko. Menurut Riyanto (2014) deteksi dan kuantitatif terdapat tiga cara yaitu *signal to noise*, penentuan blanko dan kurva kalibrasi. Pengujian *limit of detection* dan *limit of quantitation* menggunakan kurva kalibrasi di mana *limit of detection* dan *limit of quantitation* dapat dihitung secara statistik melalui regresi linear dan kurva kalibrasi sedangkan simpang baku sama dengan simpangan baku residual (Harmita 2004).

Limit of detection merupakan parameter uji batas terkecil yang dimiliki oleh suatu alat atau instrumen untuk mengukur sejumlah analit tertentu. Menurut Torowati dan Galuh (2014), *limit of detection* adalah konsentrasi atau jumlah terkecil/terendah dari analit dalam sampel yang masih menunjukkan nilai serapan atau absorbansi pada alat tanpa harus memenuhi kriteria akurasi dan presisi. *Limit of quantitation* merupakan jumlah analit terkecil dalam sampel yang masih dapat diukur dengan akurat dan presisi oleh alat atau instrumen. Penentuan *limit of detection* dan *limit of quantitation* dapat dilakukan dengan 3 cara, yaitu *signal to noise*, penentuan blanko dan kurva kalibrasi (Riyanto, 2002).

Cara penentuan limit deteksi dan limit kuantitasi pada alat spektrofotometer serapan atom yang umum dilakukan adalah dengan menggunakan blanko. Prinsip penentuan *limit of detection* dan *limit of quantitation* dengan menggunakan blanko adalah larutan atau pelarut yang digunakan untuk analisis diukur nilai absorbansinya dengan menggunakan alat/instrumen tertentu sebanyak minimal 7 kali ulangan. Menurut Riyanto, (2002) penentuan blanko dapat diterapkan ketika analisis blanko memberikan hasil standar deviasi tidak nol. Rumus untuk *limit of detection* dan *limit of quantitation* yaitu :

$$\text{LOD} = \frac{3 \text{ Sy/xx}}{b}$$

$$\text{LOD} = \frac{10 \text{ Sy/xx}}{b}$$

Sy/x = Simpangan baku

b = *Slope*

2.5.3 Presisi

Presisi adalah suatu karakteristik penting dalam evaluasi semua metode kuantitatif. Kondisi reipibilitas dan reproduibilitas menunjukkan kondisi yang jelas berbeda, sedangkan reproduibilitas internal atau presisi intermediet terletak antara kedua ekstrim ini. Presisi suatu metode pengujian ditetapkan dengan menganalisis sejumlah cuplikan yang cukup dari suatu sampel yang mungkin agar dapat menghitung secara statistik perkiraan yang akses simpang baku atau simpang baku relatif (koefisien variasi) (Siregar, 2007).

Presisi dapat dibagi dalam dua kategori yaitu keterulangan atau riptabilitas dan ketertiruan. Keterulangan adalah ketelitian yang diperoleh dari hasil pengurangan dengan menggunakan metode, operator, peralatan, laboratorium dan dalam interval pemeriksaan waktu yang singkat. Reproduibilitas yaitu ketelitian yang dihitung dari hasil penetapan ulangan dengan menggunakan metode yang sama namun dilakukan oleh analisis, peralatan, laboratorium dan waktu yang berbeda.

Pemeriksaan presisi bertujuan untuk mengetahui konsentrasi analit, tingkat kesulitan metode dan kesesuaian metode. Riptabilitas diukur dengan menghitung simpang baku relatif atau *relative standard deviation* (RSD) dari beberapa ulangan dan dari nilai simpangan baku tersebut dapat dihitung nilai koefisien varian. Presisi metode analisis diekspresikan sebagai fungsi dari konsentrasi melalui persamaan :
$$\text{CV Horwitz} = 2^{1-0.5 \log C}$$

Nilai yang dapat diterima untuk riptabilitas adalah CV yang terhitung dari ulangan yang harus kurang dari 2/3 dari nilai CV Horwitz dengan menggunakan perbandingan CV Horwitz (Harvey,2000).

2.5.4 Akurasi

Akurasi atau kecermatan adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analisis yang sebenarnya. Kecermatan dinyatakan sebagai perolehan kembali (*recovery*) analisis yang ditambahkan (Harmita, 2006).

Menurut Indrayanto dan Yuwono (2003) akurasi dapat ditentukan dengan dua metode yaitu:

1. Metode simulasi (*spiked-plecebo-recovery*), yaitu pengukuran sejumlah analit bahan murni yang ditambahkan ke dalam campuran bahan pembawa sediaan farmasi atau *plasebo* dan hasilnya dibandingkan dengan kadar analit yang sebenarnya. Penentuan persen perolehan kembali dapat ditentukan dengan menggunakan tiga macam konsentrasi antara 80% sampai 120% dari kadar analitik yang diperkirakan.
2. Metode penambahan standar atau pembandingan (*standard addition method*), yaitu menambahkan sejumlah tertentu analit dalam sampel yang telah dianalisis untuk selanjutnya dianalisis kembali. Selisih kedua hasil dibandingkan dengan kadar yang sebenarnya (hasil yang diharapkan). Penambahan analit ditentukan dengan menggunakan tiga macam konsentrasi antara 30% sampai 60% kali dari kadar analit yang diperkirakan.

Akurasi dinyatakan sebagai persen perolehan kembali analit yang ditambahkan dan nilai kecermatan dapat dinyatakan dengan persen perolehan kembali (*recovery*). Keuntungan nyata menggunakan uji perolehan kembali ialah bahwa matriks adalah cocok (representatif). Teknik ini dapat digunakan untuk semua analit dan untuk kebanyakan matriks, asalkan analit tersedia dalam laboratorium sebagai senyawa sintetik yang stabil. Keterbatasan terbesar adalah perbedaan dalam bentuk kimia analitik dalam sampel autentik dan dalam senyawa sintetik yang ditambahkan. Penetapan hendaknya dilakukan lebih banyak untuk konsentrasi analit yang lebih kecil, karena kesalahan acak meningkat dengan menurunnya konsentrasi (Sirergar, 2007)

2.5.5 Estimasi Ketidakpastian

Kesalahan didefinisikan sebagai perbedaan antara hasil individu dan nilai benar dari besarnya ukuran. Pada prinsipnya nilai dari kesalahan dapat diterapkan sebagai korelasi hasil. Kesalahan merupakan konsep ideal dan kesalahan tidak dapat diketahui secara pasti titik ketidakpastian mengambil berbagai bentuk dan jika diperkirakan untuk analisis prosedur dan jenis sampel yang ditetapkan, berlaku untuk semua penentuan titik secara umum, nilai ketidakpastian yang tidak dapat digunakan untuk memperbaiki hasil pengukuran titik ketidakpastian dari hasil pengukuran tidak boleh ditafsirkan sebagai kesalahan ataupun kesalahan setelah koreksi. Kesalahan dianggap memiliki dua komponen yaitu random dan sistematis. Kesalahan random biasanya muncul dari variasi jumlah pengaruh titik efek-efek acak menimbulkan variasi pengamatan berulang. Kesalahan acak dari hasil analisis tidak dapat dikompensasikan, tetapi biasanya dapat dikurangi dengan meningkatkan jumlah pengamatan (Riyanto, 2014)

Ketidakpastian pengukuran adalah ukuran sebaran yang secara layak dapat dikaitkan dengan nilai terukur yang didapatkan dari suatu proses yang memberikan rentang terpusat pada nilai terukur di dalam rentang yang diperkirakan nilai benar berada. Ketidakpastian pengukuran dilakukan apabila pengujian memberikan hasil numerik kuantitatif. Pengukuran bertujuan untuk menentukan nilai kualitas yang diukur atau nilai benar. Hasil pengukuran baru dianggap lengkap apabila menampilkan nilai ketidakpastian dalam pengukuran tersebut. Salah satu sumber ketidakpastian adalah kesalahan instrumen, misal karena efek lingkungan, kesalahan nol dalam pembacaan, instrumen adanya kesalahan atau alat-alat gelas yang tidak pernah dikalibrasi, konstruksi neraca yang tidak tepat dan sebagainya (Tetrasari, 2003).

Menurut Day dkk, (1999) kesalahan-kesalahan yang terjadi pada saat analisis dibagi menjadi dua kategori yaitu:

1. Kesalahan sistematis

Kesalahan sistematis merupakan jenis kesalahan yang dapat diramalkan dan diminimalkan, umumnya berkaitan dengan alat-alat tertentu atau cara pengukuran yang dipakai. Kesalahan sistematis menuju ke satu arah atau berpola tetap serta

bersifat konstan, sehingga tidak memungkinkan mendapatkan hasil yang tetap dan sangat mempengaruhi nilai akurasi dari pengukuran. Kesalahan sistematis dibagi menjadi tiga macam yaitu:

- 1) Kesalahan umum dikarenakan pengamatan yang kurang trampil dalam menggunakan alat pengukuran.
- 2) Kesalahan sistematis
- 3) Kesalahan tak tertentu merupakan kesalahan yang sifatnya tidak bisa diramalkan dan nilainya berfluktuasi. Kesalahan jenis ini dapat terjadi dari variasi kesalahan tertentu maupun dari sumber lainnya yang bersifat acak dan mempengaruhi nilai presisi dari pengukuran.

Ketidakpastian merupakan parameter yang menetapkan rentang nilai yang didalamnya di perkiraan nilai benar yang diukur berada. Nilai ketidakpastian pengukuran menggunakan suatu metode uji dapat diperoleh apabila persyaratan yang dilakukan terpenuhi. Hal ini berkaitan dengan metode, sarana dan prasarana, kalibrasi dan standar, peralatan laboratorium, kemampuan sumber daya manusia yang tersedia. Nilai ketidakpastian memungkinkan penggunaan data hasil untuk mengevaluasi kehandalan data evaluasi kesesuaian dengan data hasil uji terhadap tujuannya (Day dkk, 1999).

Nilai yang diperoleh dari suatu pengukuran kuantitatif hanya merupakan suatu perkiraan terhadap nilai benar dari sifat yang terukur tanpa pernyataan kuantitatif kesalahan-kesalahan suatu pengukuran maka data hasil pengukuran kurang mempunyai arti. Ketidakpastian pengukuran metode pengujian sangat perlu dilakukan oleh laboratorium kewajiban laboratorium mencantumkan estimasi ketidakpastian pengukuran pada hasil analisa yang diperoleh apabila diminta oleh pengguna jasa laboratorium. Nilai ketidakpastian juga menyatakan mutu hasil pengukuran atau pengujian, semakin kecil nilai ketidakpastian maka semakin baik hasil pengujiannya. Ketidakpastian dipengaruhi oleh banyak faktor diantaranya, tata cara sampling dan preparasi sampel, kalibrasi alat instrumen, kesalahan random, kesalahan sistemik, serta kecakapan personel analisis (Anitasari dkk, 2014).

Pengertian ketidakpastian adalah suatu parameter yang menetapkan rentang nilai yang di dalamnya diperkirakan nilai benar yang diukur itu berada. Menghitung rentang nilai tersebut dikenal sebagai pengukuran atau estimasi ketidakpastian. Ketidakpastian memadukan semua kesalahan yang diketahui menjadi suatu rentang tunggal (Sumardi, 2001). Secara umum untuk mempermudah dalam menentukan ketidakpastian pengukuran, urutan langkah yang harus diperhatikan meliputi :

1. Menyusun suatu model dari langkah pengerjaan
2. Melakukan inventarisasi semua faktor yang dapat memberikan kontribusi kesalahan terhadap hasil akhir dalam bentuk diagram tulang dan mengelompokkan faktor di atas ke dalam katagori komponen ketidakpastian
3. Melakukan estimasi masing-masing komponen ketidakpastian sehingga ekuivalen dengan simpangan baku, menggabungkan komponen ketidakpastian baku untuk menghasilkan ketidakpastian baku gabungan dan nilai ketidakpastian yang diperoleh diperluas untuk memberikan suatu interval dimana nilai kuantitas yang diukur diperkirakan berada dan pada tingkat kepercayaan tertentu (Williams dkk, 2000)

Konsep ketidakpastian pengujian (*measurement uncertainty*) saat ini sudah berkembang pesat, contohnya pada kesanggupan laboratorium terakreditasi untuk menyertakan ketidakpastian saat pelaporan hasil metode analisis jika terdapat permintaan dari konsumen. Pengertian dan kegunaan ketidakpastian pengujian dapat berbeda beda, tergantung pada bidang kerjanya. Beberapa kasus, ketidakpastian pengujian hanya melingkupi repeatabilitas pengujian, namun dalam beberapa kasus lain ada pula yang melingkupi keseluruhan sumber ketidakpastian pengujian. Banyak faktor yang dapat membuat metode pengujian jadi tidak handal, diantaranya pengaruh kontaminasi sampel, hilangnya sebagian analit, pengenceran, dan lain-lain (Jorhem dkk, 2006).

BAB III METODOLOGI

3.1 Alat

Alat yang digunakan pada metode ini yaitu: spektrofotometer uv-vis, kuvet, labu ukur 50mL, labu ukur 100mL, pipet volume 5mL, pipet ukur 25mL, corong gelas, spatula, batang pengaduk dan neraca analitik.

3.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada metode ini yaitu sampel air minum, larutan induk 1000mg/L yang telusur ke *standar reference material (SRM)*, larutan induk 100mg/L, larutan induk 10mg/L, larutan induk 25,5 mg/L, larutan spands dan air suling.

3.3 Prosedur Kerja

1. Pembuatan larutan induk fluorida (F^-) 100mg/L

Larutan induk fluorida 1000mg/L dipipet sebanyak 5mL yang tertelusur pada *standar referensi material (SRM)* ke dalam labu ukur 50mL, kemudian diencerkan dengan air suling hingga tanda batas.

2. Pembuatan larutan induk fluorida (F^-) 25,5 mg/L

Larutan induk fluorida (F^-) 100mg/L dipipet sebanyak 12,75mL dimasukkan ke dalam labu ukur 50mL, kemudian diencerkan dengan air suling.

3. Pembuatan larutan induk fluorida (F^-) 10 mg/L

Larutan induk fluorida (F^-) 100mg/L dipipet sebanyak 10mL dimasukan ke dalam labu ukur 100mL, kemudian diencerkan dengan air suling hingga tanda batas.

4. Pembuatan larutan spands

Spands sebanyak 958mg dilarutkan dengan air suling dan diencerkan larutan diatas dengan air suling menjadi 500mL. Larutan stabil selama 1 tahun apabila terhindar dari sinar matahari langsung.

5. Larutan asam zirkonil

Zirkonil klorida oktahidrat ($ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$) sebanyak 133 mg dilarutkan dengan 25mL air suling lalu tambahkan 350 mL asam klorida pekat dan diencerkan menjadi 500mL dengan air suling.

6. Larutan spands- asam zirkonil

Larutan asam zirkonil dan larutan spands dicampur dengan volume 500mL banding 500mL. Larutan ini stabil selama 2 tahun apabila terhindar dari sinar matahari.

7. Pembuatan kurva kalibrasi larutan fluorida (F⁻)

Larutan spands 5mL dan larutan induk fluorida 10mg/L sebanyak 0; 10; 15; 20; 25; 30 dan 35 mL dilarutkan kedalam labu ukur 50 mL dengan konsentrasi 0;2;3;4;5;6 dan 7. *Aquades* selanjutnya diencerkan hingga tanda batas dan dihomogenkan hingga homogen untuk membentuk kurva kalibrasi larutan fluorida.

8. Penentuan kadar fluorida (F⁻)

Larutan spand asam zirkonil dipipet 5mL kemudian diencerkan dengan sampel air minum ke dalam labu 50mL hingga tanda batas dan dikocok hingga homogen. Larutan diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang 570 nm.

9. Penentuan uji *limit of detection* dan *limit of quantitation*

Metode spektrofotometri UV-Vis pada penentuan *limit of detection* dan *limit of quantitation* dilakukan dengan membuat lima konsentrasi di bawah konsentrasi terkecil pada uji linearitas. Nilai pengukuran dapat diperoleh dari nilai b (*slope*) pada persamaan garis linear $y = a + bx$, sedangkan simpangan blanko sama dengan simpangan baku residu ($S_{y/x}$).

10. Penentuan uji presisi

Pengujian uji presisi didapatkan dari data pengujian kadar sampel yang dilakukan sebanyak 7 kali.

11. Penentuan uji akurasi

Larutan induk sebanyak 1mL 25,5 mg/L dipipet lalu ditambahkan larutan spands 5mL kemudian diencerkan ke dalam labu ukur 50mL dengan sampel air minum hingga tanpa batas dan dikocok hingga homogen. Sebanyak 7 kali larutan diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang 570 nm.

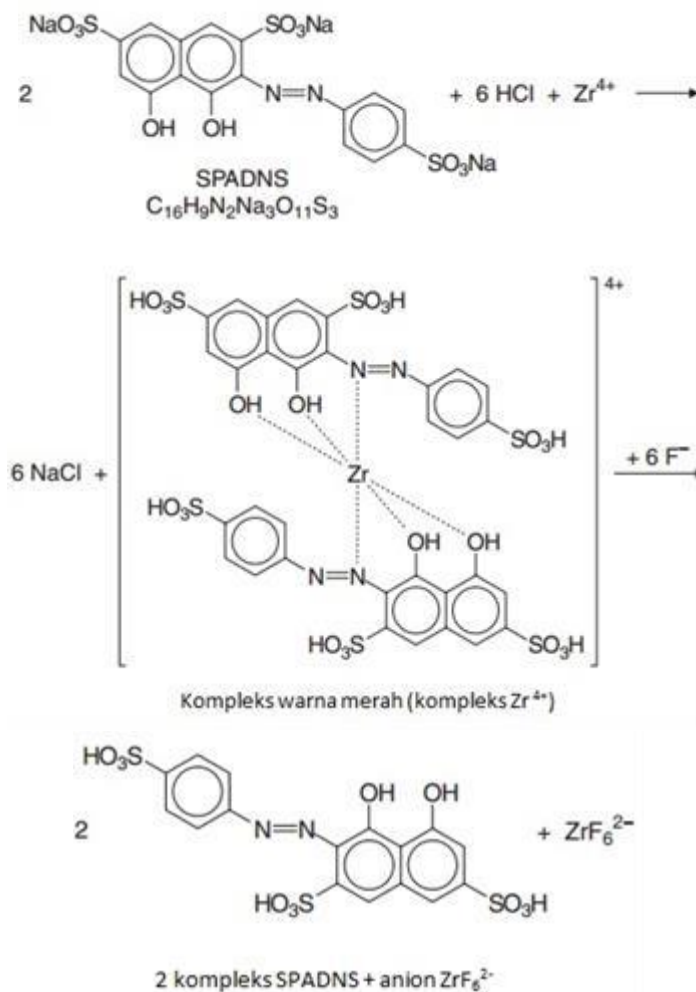
12. Penentuan estimasi ketidakpastian pengukuran fluorida

Ketidakpastian pengujian pada penelitian diestimasi menggunakan pendekatan *bottom up* dengan cara menentukan model pengujian, mengidentifikasi semua sumber ketidakpastian, membuat diagram tulang mengestimasi ketidakpastian baku setiap komponen, menghitung ketidakpastian gabungan, menghitung ketidakpastian diperluas hingga pelaporan.

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Penentuan Linieritas

Prinsip penentuan fluorida bereaksi dengan larutan campuran spands-asam zirkonil menyebabkan berkurangnya warna larutan. Pengurangan warna ini dikarenakan spands tidak bereaksi secara langsung dengan fluorida tetapi lebih dahulu direaksikan dengan asam zirkonil untuk membentuk suatu kompleks yang berwarna merah pekat. Fluorida dapat bereaksi dengan reagen tersebut membentuk kompleks anion yang tidak berwarna yaitu ZrF_6^{2-} . Reaksi yang terjadi bias dapat dilihat pada Gambar 4.1. Contoh uji yang kemudian diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 570 nm.



Gambar 4.1 Reaksi Kimia Fluorida dengan Spands SNI 06-6989.29-2005

Penentuan kurva kalibrasi dilakukan dengan menganalisis konsentrasi larutan standar fluorida adalah 0;2;3;4;5;6 dan 7 pada panjang gelombang maksimumnya yaitu 570 nm. Penentuan nilai absorbansi standar fluorida dengan instrumen spektrofotometri UV-Vis menggunakan larutan pembanding yaitu larutan blanko yang tidak berisi analit atau larutan tanpa sampel.

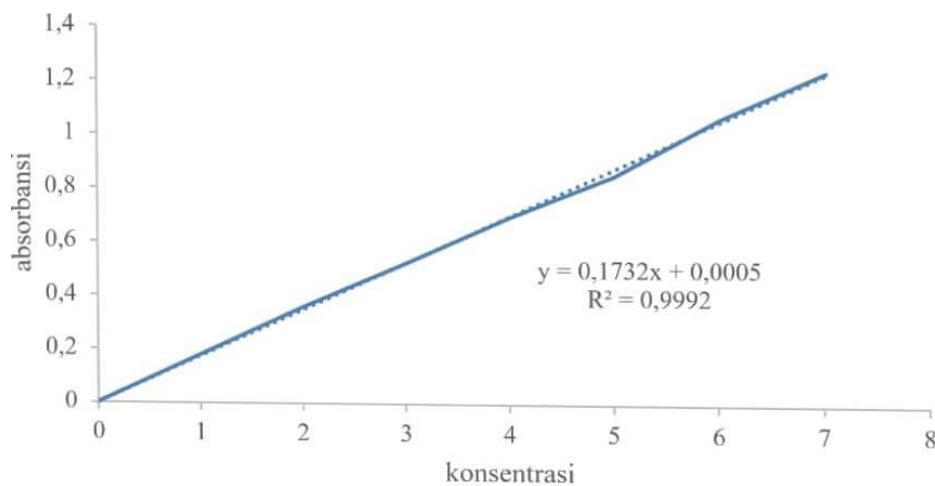
Penambahan kedua larutan tersebut, diperoleh warna menandakan telah terbentuk senyawa kompleks dari kedua larutan tersebut dan kemudian senyawa kompleks tersebut akan bereaksi dengan dengan fluorida. Hal ini sesuai dengan teori yaitu pada metode analisis fluorida yang menggunakan pereaksi spands secara spektrofotometer, sinar tampak ini didasarkan pada reaksi antara fluorida dengan zat warna zirkonium. Nilai absorbansi larutan standar fluorida ada berbagai konsentrasi diperoleh dan dapat dilihat pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Absorbansi larutan fluorida

Konsentrasi fluorida (mg/L)	Absorbansi
0	0
2	0,357
3	0,52
4	0,69
5	0,842
6	1,05
7	1,22

Hasil penelitian ini bertentangan dengan SNI dan penelitian sebelumnya yang menunjukkan fluorida bereaksi dengan larutan campuran spands-asam zirkonil menyebabkan berkurangnya warna larutan. Pengurangan warna ini sebanding dengan banyaknya unsur fluorida dalam contoh uji yang kemudian diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 570 nm dimana absorbansi fluorida akan turun ketika konsentrasi fluorida naik karena bereaksi dengan reagen dan terjadi proses bleaching. Hasil penelitian bertentangan dengan SNI dan penelitian sebelumnya (Najib dkk, (2019), Sari (2019), dan Soni dkk, (2020)

dikarenakan adanya kesalahan yaitu hal ini dilakukan karena tidak menunggu proses *bleaching* selama 5 menit yang mengakibatkan proses berjalan optimal analit yang seharusnya ditunggu beberapa menit sehingga dapat mengganggu hasil pembacaan, hasil ini tidak sesuai dengan grafik standar fluorida dengan SNI. Pembuatan kurva kalibrasi standar dilakukan dengan konsentrasi larutan standar fluorida sumbu X dengan observasi sumbu Y kemudian titik tersebut dihubungkan dengan garis lurus. Berikut merupakan kurva kalibrasi standar fluorida yang dapat dilihat pada Gambar 4.



Gambar 4.1 Kurva Kalibrasi Standar Fluorida

Kurva pada Gambar 4.1 dapat dikatakan linear Jika nilai koefisien korelasi mendekati 1 dan diperoleh persamaan garis $y = 0,1732x + 0,0005$ dan koefisien korelasinya (R) adalah 0,9992. Koefisien korelasi (R) tersebut menunjukkan hubungan antara konsentrasi fluorida dengan nilai absorbansinya secara linear. Koefisien determinasi (R^2) yang diperoleh sebesar 0,9992 dan ini menunjukkan bahwa metode kurva kalibrasi tersebut baik untuk digunakan karena masuk rentan nilai koefisien determinasi yaitu minimal 0,995. Hal ini menunjukkan bahwa dalam kurva kalibrasi tersebut berlaku hukum Lambert Beer sehingga persamaan garis tersebut dapat digunakan untuk menentukan verifikasi metode penentuan kadar fluorida menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

4.2 *Limit of detection* dan *Limit of quantitation*

Limit of detection merupakan parameter uji batas terkecil yang dimiliki oleh suatu alat atau instrumen untuk mengukur sejumlah analit tertentu. Menurut Torowati dan Galuh (2014), *limit of detection* adalah konsentrasi atau jumlah terkecil/terendah dari analit dalam sampel yang masih menunjukkan nilai serapan atau absorbansi pada alat tanpa harus memenuhi kriteria akurasi dan presisi. *Limit of quantitation* merupakan jumlah analit terkecil dalam sampel yang masih dapat diukur dengan akurat dan presisi oleh alat atau instrumen. Penentuan *limit of detection* dan *limit of quantitation* dapat dilakukan dengan 3 cara, yaitu *signal to noise*, penentuan blanko dan kurva kalibrasi (Riyanto, 2002).

Tabel 4.2 Penentuan *LOD* dan *LOQ*

Konstrasi (mg/L)	Y	Yi	(Y-Yi) ²
0	0	0,001	0,0000
2	0,357	0,347	1,02E-04
3	0,52	0,520	0,0000
4	0,69	0,693	0,0000
5	0,842	0,867	0,0006
6	1,05	1,040	0,0001
7	1,22	1,213	0,0001
		$\Sigma(Y-Y_i)^2$	0,0009
		Sy/x	0,0132
		<i>LOD</i>	0,2285
		<i>LOQ</i>	0,7616

Hasil pengujian menunjukkan bahwa nilai *limit of detection* (LOD) sebesar 0,2285 mg/L artinya konsentrasi tersebut merupakan nilai terkecil yang mampu dideteksi dan masih memberikan respon yang signifikan terhadap alat spektrofotometer uv-vis dibandingkan dengan blanko. *Limit of quantitation* (LOQ) yang diperoleh sebesar 0,7616 mg/L artinya nilai tersebut merupakan kuantitas terkecil yang masih memenuhi kriteria secara cermat dan seksama. Nilai *limit of detection* (LOD) dan *limit of quantitation* (LOQ) kemudian dibandingkan dengan konsentrasi fluorida dalam sampel air minum yang diperoleh. Hasil analisis menunjukkan bahwa konsentrasi fluorida yang diperoleh berada di atas *limit*

of detection (LOD) dan *limit of quantitation* (LOQ) sehingga penetapan konsentrasi fluorida dengan menggunakan spektrofotometri UV-Vis dalam memenuhi persyaratan (Harmita, 2004).

4.3 Penentuan Presisi

Metode analisis dikatakan presisi jika memberikan nilai *standar deviasii relative* (RSD) yang dihitung sebagai presentase dengan melakukan pembagian antara standar deviasi dengan nilai rata-rata pengulangan hasil dari sampel penentuan presisi pada persen fluorida, dilakukan pengulangan sebanyak 7 kali untuk mewakili hasil analisis.

Tabel 4.3 Penentuan Presisi

X	Xbar	X-Xbar	(X-Xbar) ²
4,5448		0,0704	0,0050
4,5314		0,0569	0,0032
4,0618		-0,4127	0,1703
4,5602	4,4745	0,0858	0,0074
4,4890		0,0146	0,0002
4,5410		0,0665	0,0044
4,5930		0,1185	0,0140
		$\Sigma(x-x_i)^2$	0,2045
		SD	0,1846
		%RSD	4,13
		C	4,4744
		Log C	-5,3492
		CV Horwitz	12,7694
		2/3 CV Horwitz	8,5129

Metode analisis bisa dikatakan memberikan presisi yang baik ketika nilai simpangan baku relatifnya (RSD) kurang dari $\leq 2\%$. Berdasarkan hasil dari presisi pengujian, nilai RSD yang diperoleh adalah sebesar 4,13% nilai pengukuran masih dibawah angka batas yang dipersyaratkan. Nilai RSD jika dibandingkan dengan 2/3 CV Horwitz dengan nilai 8,51%. Hasil menunjukkan bahwa metode analisis memiliki presisi yang baik dibuktikan dengan hasil setelah melakukan pengulangan yang tidak memberikan perbedaan signifikan antara tiap pengulangan.

Penelitian oleh Najib dkk, (2019) menggunakan 1 sampel Air Minum Dalam Kemasan (AMDK) dan 5 sampel air sumur menunjukkan hasil uji kadar fluorida pada tiga sampel air sumur menunjukkan kadar rata-rata fluorida dengan nilai yang sama, yaitu $<0,0280^*$ mg/L, pada sampel air sumur keempat bernilai 0,1094 mg/L dan sampel air sumur kelima bernilai 0,1910 mg/L, sementara pada sampel AMDK dengan kode 521 bernilai 0,0962 mg/L. Sampel air sumur dan AMDK yang digunakan layak untuk dikonsumsi dan dimanfaatkan dalam kehidupan sehari-hari karena memiliki kadar fluorida yang masih dalam batas aman berdasarkan ketentuan SNI 01-3533-2006, yaitu kurang dari 1 mg/L dan Permenkes Nomor 492/ Menkes/ Per/ IV/ 2010 yaitu kurang dari 1,5 mg/L.

Hasil penelitian tersebut sejalan dengan penelitian lain yang dilakukan oleh Sari (2019) yang melakukan pengujian pada air bersih dan air minum kemasan dengan metode spektrofotometri UV-Visible di Balai Teknik Kesehatan Lingkungan dan Pengendalian Penyakit (BTKLPP) menghasilkan hasil pengujian bahwa kadar fluorida untuk air bersih dengan kode sampel 339 : $< 0,02$ mg/L, dan untuk Air Minum dengan kode sampel 335, 336, 337, 338 secara berturut-turut yaitu $< 0,02$ mg/L, $< 0,02$ mg/L, $< 0,02$ mg/L, 0,09 mg/L. Dari data menunjukkan kadar fluorida pada air bersih telah memenuhi syarat baku mutu menurut Peraturan Menteri Kesehatan RI No.32 Tahun 2017 yaitu : 1,5 mg/L dan air minum telah memenuhi syarat baku mutu menurut Peraturan Menteri Kesehatan RI No. 495/menkes /per/ IV/ 2010 yaitu : 1,5 mg/L.

Kadar ion fluorida pada sumber air, baik sumur dan air PAM dipengaruhi oleh lokasi dari sumber air tersebut. Hal tersebut dibuktikan dari hasil penelitian oleh Soni dkk (2020) dilihat dari data hasil statistik pada $n_i \alpha < 0,05$ Pada 4 sampel air sumur di sekitar pantai semua mengandung ion Fluorida dengan kadar tertinggi pada sampel AS1. Sedangkan 12 sampel air PAM semua mengandung ion fluorida dimana kadar tertinggi pada sampel sumur SDC1, SDA2, dan SDG 3. Namun kadar ion fluorida pada sampel masih memenuhi kadar maksimal menurut Permenkes No.492/Menkes/Per/IV/2010 yaitu 1,5 mg/L.

4.4 Penentuan Akurasi

Penentuan akurasi menggunakan nilai *recovery* atau nilai temu balik. Perlakuan sampel dan suatu bahan yang sudah diketahui kadarnya dicampurkan pada wadah dan pelarut yang sama dengan perbandingan 90% : 10%, 90% sampel dan 10% adalah masa dari standar yang sudah diketahui kadarnya. Perhitungan dikalikan dengan konversi kadar sebenarnya, karena dalam penimbangan suatu cairan tidak memungkinkan untuk mendapatkan angka yang diinginkan dengan ketelitian yang tinggi. Angka yang mendekati dan dapat mempresentasikan saja yang digunakan untuk menentukan kadar sebenarnya dari penambahan sampel dan standar.

Tabel 4.4 Penentuan Akurasi

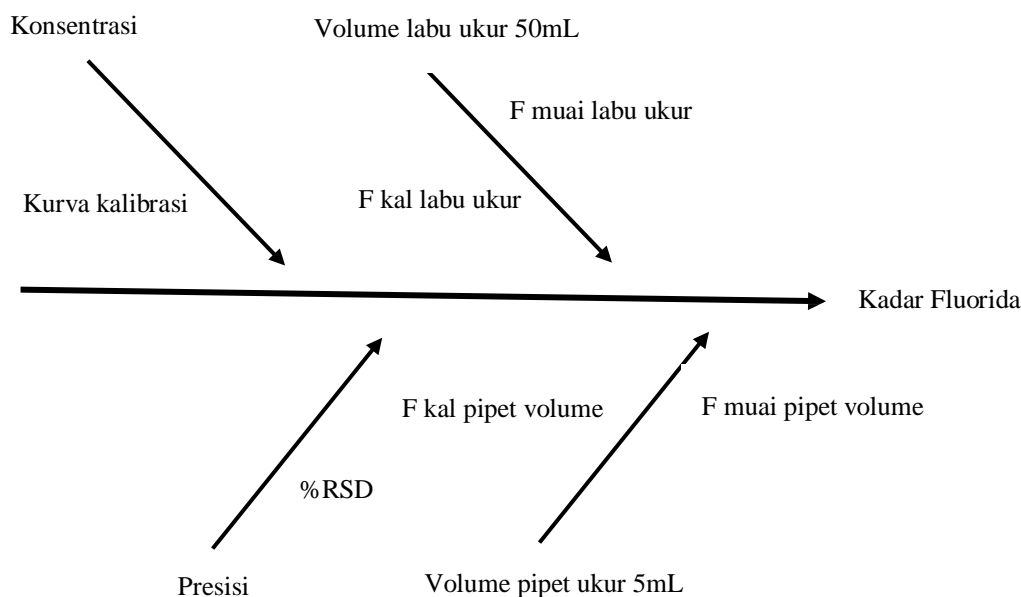
Pengulangan Pengukuran	Absorbansi Rata-rata	C (mg/L)	C Target (mg/L)	%R
1	0,957	11,049	2	97,96
2	0,942	10,868		90,26
3	0,921	10,633		125,48
4	0,940	10,845		86,22
5	0,924	10,660		84,10
6	0,958	11,057		98,73
7	0,987	11,388		110,08
Jumlah	0,947	10,928		98,98

Syarat keberterimaan untuk berdasarkan rentang penambahan analit 10 % adalah 98-102 % (*Association of Analytical Communities, 2002*). Hasil konsentrasi yang didapat memenuhi masuk rentang keberterimaan dengan nilai 98,98 %, sehingga nilai akurasi sudah terpenuhi.

4.5 Penentuan Ketidakpastian

Penentuan ketidakpastian dilakukan untuk mendapatkan hasil yang dapat dipercaya dengan menelusuri dan melakukan perekaman yang baik dari setiap perlakuan suhu, suhu, kelembapan dan juga lingkungan. Nilai ketidakpastian pengujian dalam penelitian ditelusuri untuk mengetahui nilai dan hasil yang benar dan diantisipasi diharapkan dapat menentukan metode dengan hasil yang valid.

Penelusuran penyumbang ketidakpastian dalam penelitian dapat dilakukan dengan membuat diagram tulang ikan. Diagram tulang ikan dapat digunakan untuk menentukan faktor-faktor yang menyumbangkan nilai ketidakpastian.



Gambar 4.5 Diagram Tulang Ikan

Gambar diatas menjelaskan nilai ketidakpastian berasal dari beberapa faktor yang meliputi konsentrasi, presisi, volume labu ukur, dan volume pipet. Diagram tulang ikan dapat mengacu pada rumus penentuan fluorida dalam sampel. Semua faktor penyumbang ketidakpastian digunakan untuk menentukan nilai ketidakpastian baku hingga ketidakpastian diperluas dan hasil akhir ketidakpastian. Sumber dari penyumbang nilai ketidakpastian berdasarkan sumber-sumber nilai ketidakpastian dapat dilihat pada Tabel 4.9

Tabel 4.5 Estimasi Ketidakpastian

Parameter ketidakpastian	nilai (x)	satuan	ketidakpastian baku (miu x)	miu x / x	(miu x/ x)²
kurva kalibrasi	4,4745	mg/L	0,05646	0,01262	0,0002
Presisi	1,000	–	0,04126	0,04126	0,00170
Pipet Volume					
5mL	5	mL	0,0116	0,00232	0,00001
Labu ukur					
50mL	50	mL	0,0211	0,00042	0,00000
$\sum(\text{miu } x/x)^2$					0,00187
Gabungan					0,19336
Diperluas (k=2)					0,3867
Hasil					4,47446±0,3867

Tipe estimasi ketidakpastian yang digunakan pada penentuan kurva kalibrasi, presisi dan volume adalah tipe B. Berdasarkan hasil estimasi ketidakpastian yang diperoleh sebesar (4,47±0,38)%. Nilai estimasi ketidakpastian yang diperoleh sebesar (4,47±0,38)% dengan nilai estimasi ketidakpastian diperluas lebih kecil daripada nilai kadar fluorida yang menyatakan bahwa hasil yang memiliki tingkat kesalahan kecil dan teliti.

BAB V PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berlandaskan hasil penelitian dapat diambil kesimpulannya sebagai berikut:

1. Pemeriksaan sampel air minum menggunakan metode spands dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 570nm. Kadar fluorida (F⁻) pada air minum sebesar 4,4745mg/L. Secara keseluruhan untuk air minum kadar fluorida (F⁻) pada sampel air minum masih memenuhi syarat yang telah ditetapkan oleh Kementerian Kesehatan Republik Indonesia Nomor 492 Peraturan IV Tahun 2010 Tentang persyaratan kualitas air minum. Air minum dikatakan aman untuk konsumsi jika memenuhi persyaratan fisika, mikrobiologis, kimiawi dan radioaktif.
2. Pengujian yang dilakukan memiliki hasil sebagai berikut persamaan regresi linear penelitian adalah $y = 0,1732X + 0,0005$ dengan nilai koefisien determinasi (R^2) sebesar 0,9992, hasil penelitian bertentangan dengan *SNI* dan penelitian sebelumnya (Najib dkk, (2019), Sari (2019), dan Soni dkk, (2020)) dikarenakan adanya kesalahan yaitu hal ini dilakukan karena tidak menunggu proses *bleaching* selama 5 menit yang mengakibatkan proses berjalan optimal analit yang seharusnya ditunggu beberapa menit sehingga dapat mengganggu hasil pembacaan ,hasil ini tidak sesuai dengan grafik standar fluorida dengan *SNI*. Hasil *LOD* sebesar 0,2285mg/L dan *LOQ* 0,7616mg/L serta penentuan presisi dan akurasi masing-masing 4,13%. Hasil presisi menunjukkan nilai lebih dari 2% maka perbandingan dilakukan dengan $2/3$ CV HORWITZ sebesar 8,51% dan nilai akurasi sebesar 98,98%. Hasil estimasi ketidakpastian sebesar $4,47 \pm 0,38$ %, dengan nilai estimasi ketidakpastian yang menunjukkan nilai estimasi ketidakpastian diperluas lebih kecil daripada kadar fluorida yang menunjukkan bahwa penelitian menyatakan bahwa hasil yang didapatkan memiliki tingkat kesalahan kecil dan teliti.

5.2 Saran

Berdasarkan hasil penelitian penulis membeikan saran yaitu :

1. Perlu dilaksanakannya pengujian fluorida dengan segera agar larutan lebih stabil pada menit ke 5 agar proses *bleaching* berjalan optimal , menggunakan peralatan yang bersih agar tidak ada unsur-unsur lainnya, melakukan pemurnian air minum agar sampel tidak terkontaminasi oleh unsur-unsur yang lainnya dan pada penentuan linieritas menggunakan blanko bukan *aquades* karena blanko digunakan sebagai pelengkap pada pengujian yang dilakukan karena blanko merupakan pelarut
2. Perlu dilakukan peengujian ulang untuk penentuan linieritas karena hasil penelitian bertentang dengan SNI dan penelitian sebelumnya (Najib dkk, (2019), Sari (2019), dan Soni dkk, (2020)) dikarenakan adanya kesalahan yaitu hal ini dilakukan karena tidak menunggu proses *bleaching* selama 5 menit yang mengakibatkan proses berjalan optimal analit yang seharusnya ditunggu beberapa menit sehingga dapat mengganggu hasil pembacaan , hasil ini tidak sesuai dengan grafik standar fluorida dengan SNI .

DAFTAR PUSTAKA

- Anitasari, R., Palupi, Maria F., Rosmiati, E. dan Widyarimbi., 2014, Estimasi Ketidakpastian Pengukuran pada Penentuan Kadar Enrofloksasin Sediaan Serbuk Oral Dengan Metode Menggunakan Spektrofotometri UV-VIS. *Pengujian Mutu Obat Hewan.*,1, 1-7.
- Anusavice, K., 2004, *Buku Ajar Ilmu Bahan Kedokteran Gigi*, diterjemahkan oleh: Yuwono,L., Jakarta: Penerbit Buku Kedokteran EGC.
- AOAC, 2002, *Guidelines for Validation of Microbiological Methods for food Andenvironmental Surfaces*, Rockville: AOAC International
- BSN, 2005, *Air Minum*, SNI 01-0220-1987, Jakarta: Badan Standarisasi Nasional (BSN). National Press.
- Clesceri, L. S., Greenberg, A. E., dan Trussel, R. R., 1989, *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, Washington, DC: American Publid Health Association.
- Day, R. A., dan Underwood, A. L., 1999, *Analisis Kimia Kuantitatif*, Jakarta: Air Langga.
- Departemen Kesehatan RI, 2010, *Profil Kesehatan Indonesia*, <https://www.stunting.go.id> diakses pada tanggal 23 Maret 2021
- Eka., 2007, *Metode Analisa Kimia-Spektrofotometr*, Jakarta : Gramedia.
- Fawell, J., Bailey, K., Chilton, J., Dahi, E., Fewtrell, L., dan Magara Y., 2006, *Analisis Kimia Kuantitatif*, diterjemahan oleh: Sopyan., Jakarta: Gramedia
- Gafur, A., Kartini, A. D., dan Rahman., 2017, Studi Kualitas Fisik Kimia dan Biologis pada Air Minum Dalam Kemasan Berbagai Merek yang Beredar di Kota Makassar Tahun 2016 *Kesehatan Lingkungan.*, 3(1), 37-46.
- Harjadi., 1990, *Ilmu Kimia Analitik Dasar Analisis Fisikokimia*, diterjemahkan oleh: Harmita., Jakarta: UI Press.
- Harvey, D., 2000, *Modern Analytical Chemistry*, New York, NY: McGraw-Hill Comp.
- Ibrahim., 2007, *Penelitian dan Penilaian Pendidikan*, Bandung: Sinar Baru Algensindo.

- Ikaningsih., Yulianeu, Haryono, A. T., dan Purwana, E. G., 2017, Pengaruh Kualitas Produk, Celebrity Endorser, dan Daya Tarik Iklan Terhadap Intensitas Pembelian dengan Brand Image *Variable intervening pada produk air minum dalam Kemasan "Aqua" di Wilayah Kecamatan Tembalang Kota Semarang.*, 3, 3.
- Indrayanto, G., dan Yuwono, M., 2003, *Encyclopedia of Chromatography*, Surabaya: Airlangga University Press.
- Khopkar, S. M., 2002, *Konsep Dasar Kimia Analitik*, Jakarta: Universitas Indonesia .
- L. Jorhem, J. Egman, B. Sundstrom. A. and Nilsson., 2006, Evaluation of Measurement Data for Cd, Cr and Pb in Certain Uncontaminated Foodstuffs Published in Surveys *Analytical Quality Vs Uncertainty of Measurements.*, 647-658.
- Mariati, N. W., 2010, Hubungan Dental Fluorosis dengan Kandungan Fluor pada Air Sumur di Kecamatan Ratatotok Kabupaten Minahasa Tenggara *Biomedik kandungan fluorida pada air sumur.*, 68-72
- Maulina Najib, C., A. dan Nuzlial, C., 2019. Uji Kadar Fluorida Pada Air Minum Dalam Kemasan dan Air Sumur Secara Spektrofotometri UV-Vis *Uji kadar fluorida pada air minum.*, 84-89
- Miller, J. C., dan Miller, J. N., 1991, *Statistika untuk Kimia Analitik*, Bandung: ITB Press.
- Munadzirah, E., 1997, Pengaruh Kadar Fluorida yang Terdapat di Dalam Air Minum Terhadap Terjadinya Fluorosis Gigi pada Anak Usia 12 sampai 15 Tahun di Desa Kuala Tanjung, *Jurnal Majalah Kedokteran Gigi.*, 381-386.
- Munfiah, S., Nurjazuli, dan Onny S., 2013, Kualitas Fisik dan Kimia Air Sumur Gali dan Sumur Bor di Wilayah Kerja Puskesmas Guntur II Kabupaten Demak, *Kesehatan Lingkungan Indonesia.*, 12, 12.
- Permata Sari, L., 2019, Penentuan Kadar Fluorida Pada Air Bersih dan Air Minum Metode Spektrofotometri UV-Visible, *Tugas Akhir*, FMIPA, Sumatera: Universitas Sumatera Utara (USU).
- Pudjianto, E. W. 1984. *Analisa Kualitas Air*, Surabaya: Bina Indra Karya.
- Putri, F. L., Rusdi, B., Putri, A. P., 2015, Analisis Kandungan Fluorida pada Sampel Pasta Gigi Menggunakan Metode Spektrofotometri Sinar Tampak, *Seminar Penelitian Sivitas Akademik Unisba*, 15 Agustus 2015, Bandung: Penerbitan Unisba ,493-500.

- Riyanto., 2002, *Validasi dan Verifikasi Metode Uji Sesuai dengan ISO/IEC 17025*, Yogyakarta: Deepublish.
- Sastrohamidjojo, H., 1985, *Spektroskopi*, Yogyakarta: Liberty.
- Sastrohamidjojo, H., 1992, *Spektroskopi Inframerah*, Yogyakarta : Liberty.
- Siregar, dan Charles, 2007, *Praktik Sistem Manajemen Laboratorium-Pengujian yang Baik*, Jakarta : Penerbit Buku Kedokteran EGC.
- Skogg., 1965, *Analytical Chemistry*, Florida : Sounders College.
- Slamet, J. S., 1996, *Kesehatan Lingkungan*, Yogyakarta : Gajah Mada University Press.
- Soni, D., Prasetiawati, R., Novita Sari, D., 2019, Effect Of Location On Fluorid Ion Levels On Well Water and Water Supply Company With Colorimetry Method *ilmiah farmako bahari*, 10, 1.
- Suhartono, M. T., 1989, *Petunjuk Laboratorium Dasar–Dasar Biokimia*, Bogor: IPB Press.
- Sumardi, 2001, *Validasi Metode Analisis Bahan Kuliah Pelatihan Asesor Laboratorium*, Jakarta : BSN Press.
- Surantaatmadja, S. I., 2007, *Farmakokimia Metode Volumetri*, Bandung : ITB Press.
- Susanti, S., 2010, Penetapan Kadar Formaldehidp Pada Tahu yang Dijual di Pasar Ciputat dengan Metode Spektrofotometri UV-VIS Disertai Kolorimetri Menggunakan Pereaksi NASH, *Judul skripsi*, FFKIK, Jakarta: UIN Syarif Hidayatullah (USH).
- Sutopo, 2006, *Metodologi Penelitian Kualitatif*, Surakarta: UNS Press.
- Sutrisno, M., 1996, *Sumur Gali Sumber Air Bersih*, Denpasar: Udayana Press.
- Tetrasari, H., 2003, *Validasi Metode Analisis Pusat Pengkajian Obat dan Makanan*, Jakarta: Bppom.
- Torowati dan Galuh, B. S., 2014, *Penentuan Nilai Limit Deteksi dan Kuantitasi Alat Titrasi Potensiometer untuk Analisis Uranium*, Jakarta: Puspitek.
- WHO, 2002, *Environmental Health Criteria 227 : Fluorides*, Geneva: WHO.
<https://www.who.int> diakses pada tanggal 23 Maret 2021
- Williams, A., Ellison, S. L. R., dan Rosslein, M., 2000, *Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement*, EURACHEM: CITAC Guide.

LAMPIRAN

Penentuan Linieritas

Faktor Pengenceran

$$V1 \times M1 = V2 \times M2$$

1. *Konsentrasi 1*

$$\text{Konsentrasi 1} = 10$$

$$10 \times 10\text{mL} = 50\text{mL} \times M2$$

$$M2 = 2$$

2. *Konsentrasi 2*

$$\text{Konsentrasi 2} = 15$$

$$15 \times 10\text{mL} = 50\text{mL} \times M2$$

$$M2 = 3$$

3. *Konsentrasi 3*

$$\text{Konsentrasi 3} = 20$$

$$20 \times 10\text{mL} = 50\text{mL} \times M2$$

$$M2 = 4$$

4. *Konsentrasi 4*

$$\text{Konsentrasi 4} = 25$$

$$25 \times 10\text{mL} = 50\text{mL} \times M2$$

$$M2 = 5$$

5. *Konsentrasi 5*

$$\text{Konsentrasi 5} = 30$$

$$30 \times 10\text{mL} = 50\text{mL} \times M2$$

$$M2 = 6$$

6. *Konsentrasi 6*

$$\text{Konsentrasi 6} = 35$$

$$35 \times 10\text{mL} = 50\text{mL} \times M2$$

$$M2 = 7$$

Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi			Abs rata-rata
	1	2	3	
0	0	0	0	0,000
2	0,357	0,357	0,357	0,357
3	0,520	0,520	0,520	0,520
4	0,690	0,690	0,690	0,690
5	0,842	0,842	0,842	0,842
6	1,050	1,050	1,050	1,050
7	1,220	1,220	1,220	1,220

Penentuan Kadar

Pengulangan pengukuran	Absorbansi			Rata-rata
	1	2	3	
1	0,787	0,788	0,788	0,788
2	0,785	0,785	0,786	0,785
3	0,703	0,704	0,705	0,704
4	0,791	0,790	0,790	0,790
5	0,778	0,779	0,777	0,778
6	0,787	0,787	0,787	0,787
7	0,797	0,796	0,795	0,796

Pengulangan pengukuran	Absorbansi	Konsentrasi (mg/L)	Konsentrasi fluorida (mg/L)
1	0,788	4,5448	
2	0,785	4,5314	
3	0,704	4,0618	
4	0,790	4,5602	4,4745
5	0,778	4,4890	
6	0,787	4,5410	
7	0,796	4,5930	
Rata-rata		4,4745	

Penentuan *LOD* dan *LOQ*

Konsetrasi (mg/L)	Y	Yi	(Y - Yi) ²
0	0	0,001	0,0000
2	0,357	0,347	1,02E-04
3	0,52	0,520	0,0000
4	0,69	0,693	0,0000
5	0,842	0,867	0,0006
6	1,05	1,040	0,0001
7	1,22	1,213	0,0001
		$\Sigma(Y - Yi)^2$	0,0009
		Sy/x	0,0132
		<i>LOD</i>	0,2285
		<u><i>LOQ</i></u>	<u>0,7616</u>

Penentuan Presisi

X	Xbar	X-Xbar	(X-Xbar) ²
4,5448	4,4745	0,0704	0,0050
4,5314		0,0569	0,0032
4,0618		-0,4127	0,1703
4,5602		0,0858	0,0074
4,4890		0,0146	0,0002
4,5410		0,0665	0,0044
4,5930		0,1185	0,0140
		$\Sigma(x-x_i)^2$	0,2045
		SD	0,1846
		%RSD	4,13
		C	4,4744
		Log C	-5,3492
		CV Horwitz	12,7694
		<u>2/3 CV Horwitz</u>	<u>8,5129</u>

Penentuan Akurasi

Pengulangan pengukuran	Rata-rata	C (mg/L)	C target(mg/L)	%R
1	0,957	11,049	2	97,96
2	0,942	10,868		90,26
3	0,921	10,633		125,48
4	0,940	10,845		86,22
5	0,924	10,660		84,10
6	0,958	11,057		98,73
7	0,987	11,388		110,08
Rata-rata	0,947	10,928		98,98

Estimasi Ketidakpastian

Xi	Xbar	(xi-xbar) ²
0	4	16
2		4
3		1
4		0
5		1
6		4
7		9

SD	0,369
Slope =	0,1732
Intersep	0,0005
R ²	0,9992
Sy/x	0,0132
SD	0,3693
1/p =	0,1428
1/n =	0,1428
xbar sampel	4,4744
(xsampel-xbar standar) ²	9
Sigma(xi-xbar) ² =	35
<u>konsentrasi sampel</u>	<u>4,4745</u>

Pipet Volume 5 mL (iwaki)

Nilai Kalibrasi Pipet Volume 5 mL =	0,02	0,0115	0,0116
Faktor Muai Pipet Volume 5 mL=		0,0012	

Volume Labu Ukur 50 mL (pyrex)

Nilai Kalibrasi Labu Ukur 50 mL =	0,03	0,0173	0,0211
Faktor Muai Labu Ukur 50 mL =		0,0121	

Tipe B

sertifikat kalibrasi kalau ada sertifikat kalibrasi langsung memakai sertifikat kalibrasi
 memakai rectangular akar 3

Parameter	nilai (x)	satuan	ketidakpastian		
			baku (miu x)	miu x / x	(miu x / x) ²
kurva kalibrasi	4,4745	mg/L	0,05646	0,01262	0,0002
Presisi	1,000	–	0,04126	0,04126	0,00170
Pipet Volume					
5mL	5	mL	0,0116	0,00232	0,00001
Labu ukur 50mL	50	mL	0,0211	0,00042	0,00000
$\sum(\text{miu } x/x)^2$					0,00187
Gabungan					0,19336
Diperluas (k=2)					0,3867
Hasil					4,47446±0,3867
