

Analisis Kadar Fluorida Dalam Sampel Seduhan Teh (*Camellia Sinensis*) menggunakan Metode Spektrofotometri Sinar Tampak

¹Ulfah Zulfaida, ²Anggi Arumsari, ³Rully Nugraha

^{1,2,3}Prodi Farmasi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Bandung.

Jl. Tamansari No. 1 Bandung 40116

e-mail: ¹ulfah.zulfaida@yahoo.com, ²anggiarumsari@yahoo.com, ³rully_np@yahoo.com

Abstrak. Fluorida dapat terkandung dalam makanan dan minuman salah satunya adalah dari teh. Teh sangat kaya akan mineral terutama fluorida karena daun teh dapat menyerap ion fluorida dari tanah dan menumpuk di bagian daunnya, fluorida di dalam teh bermanfaat untuk pencegahan karies gigi dengan konsentrasi tertentu, tetapi teh juga dapat memiliki dampak negatif jika dikonsumsi berlebihan dalam jangka panjang dapat menimbulkan penyakit fluorosis gigi dan fluorosis tulang. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui atau mengukur kadar fluorida yang terdapat dalam sampel seduhan teh yang sering dikonsumsi oleh masyarakat. Pengukuran kadar ion fluorida dilakukan menggunakan spektrofotometri sinar tampak pada panjang gelombang 587 nm menggunakan pereaksi sodium 2-(para-sulfophenylazo)-1,8-dihidroxy-3,6-naphthalene disulfonate (SPANDS)-asam zirkonil. Metode ini dioptimasi dengan cara mencari kestabilan serapan warna yaitu menit ke-5 setelah penambahan pereaksi. Hasil validasi dari batas deteksi yaitu sebesar 0,0353 ppm, batas kuantitasi yaitu sebesar 0,1177 ppm, dan koefisien variasi yaitu sebesar 2,85%. Hasil pengukuran sampel kadar ion fluorida pada seduhan teh bervariasi antara 26,45-0,145 ppm. Penelitian menunjukkan ada dua sampel seduhan teh yang kadarnya berada di atas rentang persyaratan yang telah dicantumkan oleh WHO Fluoride & Oral Health tahun 2004 pada seduhan teh tidak boleh lebih dari 8,6 ppm.

Kata kunci: seduhan teh (*Camellia sinensis*), ion fluorida, SPANDS-asam zirkonil, spektrofotometri sinar tampak

A. Pendahuluan

Teh merupakan minuman yang sudah dikenal dengan luas di Indonesia dan di dunia yang paling banyak dikonsumsi setelah air. Teh merupakan tanaman yang berasal dari Asia Tenggara dan kini telah ditanam di lebih 30 negara. Teh juga merupakan minuman berkafein yang terkenal di dunia setelah kopi. Teh memberikan manfaat antikarsinogenik, antioksidan, serta membantu mencegah penyakit kronik dan penyakit kardiovaskular. Selain itu teh juga mengandung senyawa-senyawa mineral seperti kalium, magnesium, mangan dan fluorida. Teh dapat menyerap ion fluorida secara selektif di bagian tanah dan menumpuk di daunnya, dari hasil survei kurang lebih 95% dari jumlah fluorida yang ada didalam teh jumlah terbanyak ada pada bagian daun dan kandungan fluorida dapat bertambah secara langsung dengan peningkatan umur dari tanaman tersebut (Wong, dkk. 2010).

Menurut WHO Fluoride and Oral Health (*Guidelines for Drinking – Water Quality*) tahun 1994 kadar fluorida yang terkandung didalam tanaman teh berkisar antara 3,2-400 mg/kg, sedangkan seduhannya mengandung fluorida sampai dengan 8,6 ppm bergantung pada lama penyeduhan.

Penggunaan fluorida dalam batas yang sedikit dapat menghindari karies gigi dan osteoporosis. Namun jika mengkonsumsi fluorida secara berlebihan dalam jangka panjang akan menyebabkan fluorosis gigi (Cao, dkk. 1997). Fluorosis gigi ini adalah suatu keadaan dimana gigi menjadi kekuningan atau kecoklatan dan terdapat bintik-bintik pada enamel gigi. Dalam penelitian kandungan fluorida dalam teh ini masih sangat jarang dilakukan di Indonesia. Padahal produk-produk teh tanpa merek yang di jual di pasar-pasar diduga banyak mengandung fluorida. Tambahan lagi kebanyakan

masyarakat tidak menyadari akan dampak buruknya terhadap kesehatan akibat penggunaan fluorida yang berlebihan. Pada penelitian penentuan kadar fluoride ini digunakan metode kolorimetri dengan spektrofotometer setelah penambahan pereaksi sodium 2-(para-sulfophenylazo)-1,8-dihydroxy-3,6-naphthalene disulfonate (SPADNS)-asam zirkonil untuk mengetahui kadar fluorida dalam seduhan teh.

Sehingga tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui kadar senyawa fluorida dengan melakukan analisis secara spektrofotometri dengan menggunakan pereaksi sodium 2-(para-sulfophenylazo)-1,8-dihydroxy-3,6-naphthalene disulfonate (SPADNS)-asam zirkonil di dalam beberapa sampel seduhan teh. Sedangkan manfaat dari penelitian ini adalah untuk dapat memberikan informasi kepada masyarakat tentang kandungan senyawa fluorida dalam seduhan teh, agar masyarakat dapat mulai mengurangi konsumsi teh yang berlebihan.

B. Landasan teori

Teh adalah bahan minuman yang sangat bermanfaat dan terbuat dari pucuk tanaman teh (*Camellia sinensis*) melalui proses pengolahan tertentu. Manfaat minuman teh ternyata dapat menimbulkan segar, dan dapat memulihkan kesehatan badan. Teh yang bermutu tinggi sangat diminati oleh masyarakat. Teh semacam ini hanya dapat dibuat dari bahan baku (pucuk teh) yang benar (Arifin, 1994).

Fluorida (fluorine) golongan halogen VIIA yang merupakan unsur paling reaktif, oksidator paling kuat serta memiliki elektronegativitas paling tinggi. Bereaksi keras dengan zat yang paling mudah teroksidasi pada suhu kamar. Flour mudah membentuk senyawa dengan hampir semua unsur lainnya, bahkan gas mulia seperti kripton, xenon dan radon. Saking reaktifnya, kaca, logam bahkan air serta zat lain akan terbakar dan menyala terang saat direaksikan dengan flour. Dalam larutan, flour biasanya terbentuk sebagai ion fluorida (F^-). Flourida terbentuk dari interaksi antara ion fluorida dengan unsur lain yang bermuatan positif (Merck Index, 2013:1599).

Tujuan dari penggunaan fluor adalah untuk melindungi gigi dari karies pada konsentrasi tertentu, namun pada keterpaparan yang berlebihan dapat meningkatkan terjadinya efek yang tidak diinginkan. Efek buruk tersebut dapat bervariasi dari fluorosis gigi ringan (keadaan dimana gigi menjadi kekuningan atau kecoklatan dan terdapat bintik-bintik pada enamel gigi) hingga fluorosis skeletal seiring dengan meningkatnya kadar dan lamanya paparan (Astriningrum, dkk., 2010:47).

Ion fluorida akan menggantikan ion hidroksida pada hidroksiapatit $Ca_5(PO_4)_3OH$ suatu mineral penting yang menyusun enamel gigi dan tulang. Keberadaan ion fluorida dalam enamel gigi menjadikannya lebih kuat tapi rapuh. Menurut batasan yang dikeluarkan oleh World Health Organization (WHO) tahun 1985 bahwa ion fluorida memiliki efek menguntungkan apabila kadarnya sekitar 0,7 mg/L, tapi sangat berbahaya apabila lebih dari 1,5 mg/L (Widana, dkk., 2014: 537).

Pada metode analisis fluorida yang menggunakan pereaksi SPANDS secara spektrofotometri sinar tampak ini didasarkan pada reaksi antara fluorida dengan zat warna zirkonium. SPANDS tidak bereaksi langsung dengan fluorida tetapi direaksikan terlebih dahulu dengan zirkonil klorida ($ZrOCl_2$) untuk membentuk suatu kompleks yang berwarna merah pekat. Fluorida dapat bereaksi dengan reagen tersebut membentuk kompleks tidak berwarna yaitu ZrF_6^{2-} .

Dengan adanya peningkatan kadar fluorida, maka warna yang terbentuk akan semakin pudar sehingga akan menyebabkan penurunan serapan pada spektrofotometer (Greenberg, 2005:(4)85-86).

Pengurangan serapan pereaksi SPANDS-asam zirkonil klorida ini sebanding dengan konsentrasi fluorida dalam zat uji yang kemudian diukur menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang 570 nm (Greenberg, 2005:(4)84-86).

C. Metodologi penelitian

Pada tahap awal penelitian dilakukan pengumpulan sampel teh yang dijual di pasar Kordon di Bandung. Kemudian disiapkan sampel seduhan teh. Selanjutnya sampel seduhan teh tersebut diukur kadarnya sehingga kandungan berupa unsur-unsur di dalamnya dapat dianalisis.

Tahap selanjutnya akan dilakukan proses pembuatan larutan baku fluorida dengan cara menimbang natrium fluorida lalu di larutkan dengan akuabides hingga diperoleh konsentrasi 1000 ppm. Kemudian pembuatan beberapa larutan pereaksi. Diantaranya pembuatan larutan SPANDS (sodium 2-(para-sulfophenylazo)-1,8-dihidroxy-3,6-naphthalene disulfonate) dan pembuatan larutan asam zirkonil.

Setelah itu, dilakukam optimasi kondisi analisis ion fluorida dengan pereaksi SPANDS-asam zirkonil secara spektrofotometri yang meliputi penentuan panjang gelombang maksimum dan penentuan kestabilan serapan warna kompleks hasil reaksi ion fluorida dengan pereaksi SPANDS- asam zirkonil.

Berikutnya melakukan verifikasi metode analisis fluorida secara spektrofotometri UV-Vis yang meliputi uji akurasi, presisi, uji linearitas, penentuan batas deteksi (LOD), dan batas kuantifikasi (LOQ), uji perolehan kembali. Kemudian tahap terakhir yaitu dilakukan penetapan kadar fluorida pada sampel seduhan teh.

D. Hasil penelitian

Penyiapan Sampel Seduhan Teh

Pertama Timbang masing-masing teh sebanyak 2 gram lalu panaskan akuabides diatas penangas air sampai suhu 50°C lalu teh dimasukkan kedalam gelas ukur kemudian masukkan akuabides ke dalam labu ukur dan kocok.

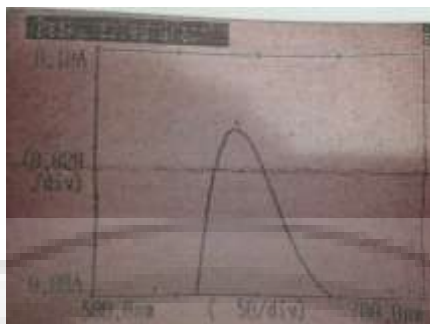
Optimasi Kondisi Analisis Fluorida dengan Pereaksi SPANDS-Asam Zirkonil secara Spektrofotometri Penentuan panjang gelombang

Pada penelitian ini pengukuran dilakukan dengan menggunakan alat spektrofotometer pada panjang gelombang maksimum. Panjang gelombang maksimum ini harus ditentukan terlebih dahulu, pada panjang gelombang maksimum tersebut maka kepekaannya juga maksimum sehingga perubahan absorbansi untuk setiap konsentrasi adalah yang paling besar.

Spektrum serapan untuk memperoleh panjang gelombang maksimum dibuat larutan standar fluorida dengan konsentrasi 0,6 ppm yang dicampurkan dengan pereaksi SPANDS-Asam Zirkonil dan panjang gelombang maksimum yang diperoleh dalam percobaan ini yaitu 587 nm, dalam literatur panjang gelombang maksimum pereaksi SPANDS-Asam Zirkonil adalah 580 nm (Greenberg, Arnold E., 2005; 85-86). Namun pada peneltian ini diamati telah terjadinya pergeseran panjang gelombang ke arah yang lebih besar. Peristiwa penambahan panjang gelombang dari yang seharusnya disebut bathokromik, bathokromik ini dapat terjadi karena adanya perubahan pH dari larutan pereaksi (Gandjar & Rohman, 2007).

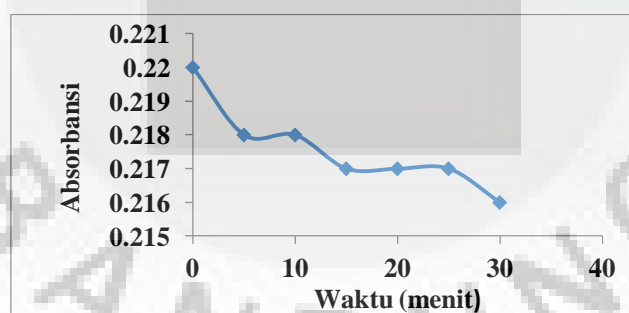
Berikut adalah hasil spektrum dari panjang gelombang maksimum dari ion fluorida dengan pereaksi SPANDS-asam zirkonil 0,6 ppm dapat dilihat pada **gambar 1**

Gambar 1. Spektrum absorpsi panjang gelombang maksimum dari ion fluorida dengan pereaksi SPANDS-asam zirkonil



Penentuan Kestabilan Serapan Warna Kompleks Hasil Reaksi Fluorida dengan Pereaksi SPANDS-Asam Zirkonil

Penentuan kestabilan serapan dilakukan untuk mengetahui waktu yang optimum dimana analisis pada selang waktu tersebut masih diperoleh nilai absorpsi yang cenderung stabil dan tidak dapat perbedaan yang signifikan pada nilai absorpsi. Berdasarkan percobaan ini diperoleh serapan warna kompleks hasil reaksi antara ion fluorida dengan pereaksi SPANDS-Asam Zirkonil yang cukup stabil adalah menit ke 5 hingga menit ke 10 setelah penambahan pereaksi. Reaksi antara ion fluorida dengan pereaksi SPANDS-Asam Zirkonil dipengaruhi oleh keasaman dari reaksi campuran tersebut dan dapat dipengaruhi juga oleh waktu reaksi sehingga dalam pengukurannya harus sangat diperhatikan waktu analisis. Berikut adalah kurva kestabilan warna kompleks hasil reaksi fluorida dengan pereaksi SPANDS-asam zirkonil dapat dilihat pada **Gambar 2**



Gambar 2. Kestabilan warna senyawa kompleks antara fluorida dengan pereaksi SPANDS-asam zirkonil

Verifikasi Metode Analisis Fluorida secara Spektrofotometri Visible

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

Pembuatan Kurva Standar

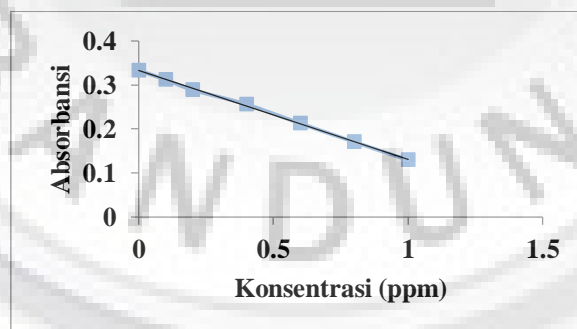
Pada penelitian ini, pembuatan kurva kalibrasi ion fluorida yang dilakukan dengan membuat tujuh larutan seri standar ion fluorida dengan berbagai konsentrasi yaitu 0,0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 dan 1,0 ppm. Persamaan kurva kalibrasi merupakan hubungan antara sumbu x dan sumbu y, dimana deretan konsentrasi yang dibuat

dinyatakan sebagai sumbu x sedangkan deretan absorbansi yang diperoleh dari hasil pengukuran dinyatakan sebagai sumbu y. Persamaan regresi linier dari kurva kalibrasi yang diperoleh adalah $y = -0,2014 + 0,3326x$ dengan koefisien korelasi $r = 0,9991$. Nilai koefisien korelasi (r) yang mendekati 1 menyatakan hubungan linier antara konsentrasi dengan absorbansi tersebut dikatakan memenuhi syarat kelinieran garis dimana $r \geq 0,9990$.

Data nilai absorbansi untuk kurva kalibrasi dapat dilihat pada **Tabel 1** dan **Gambar 3** Bentuk kurva kalibrasi yang semakin menurun dengan adanya peningkatan nilai konsentrasi ion fluorida sesuai dengan prinsip analisis ion fluorida semakin tinggi konsentrasi ion fluorida dalam larutan maka terjadi pengurangan serapan kompleks pereaksi SPANDS-Asam Zirkonil yang menyebabkan nilai absorbansinya juga menurun.

Tabel 1. Data kalibrasi antara ion fluorida dengan pereaksi SPANDS-asam zirkonil

Konsentrasi ion fluorida (ppm)	Serapan
0	0.333
0.1	0.312
0.2	0.289
0.4	0.256
0.6	0.213
0.8	0.171
1	0.13
a	0.3326
b	-0.2014
r^2	0.9991



Gambar 3. Kurva kalibrasi senyawa kompleks antara ion fluorida dengan pereaksi SPANDS-asam zirkonil pada panjang gelombang 587 nm.

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

Batas deteksi (*limit of detection*) adalah jumlah konsentrasi analit terkecil dalam sampel yang masih dapat dideteksi dan dapat memberikan respon yang signifikan dibandingkan dengan blanko. Batas deteksi merupakan parameter uji batas yang spesifik. Batas kuantitasi (*limit of quantitation*) adalah jumlah konsentrasi analit terendah dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria akurasi dan presisi.

Batas deteksi dan Batas kuantitasi dapat dihitung dengan menggunakan persamaan regresi linier dari kurva kalibrasi, yang diperoleh dari hasil perhitungan menggunakan persamaan regresi linier batas deteksi ion fluorida sebesar 0,0353 ppm dan batas kuantitasi ion fluorida sebesar 0,1177 ppm.

Uji keterulangan atau uji presisi dilakukan dengan cara mengukur keterulangan pembentukan warna kompleks hasil reaksi antara ion fluorida dengan pereaksi SPANDS-asam zirkonil. Kriteria seksama atau presisi diberikan jika metode memberikan simpangan baku relatif (koefisien variasi atau KV) sebesar 2% atau kurang. Nilai koefisien variasi yang diperoleh dari tiga konsentrasi yang berbeda dengan tiga kali pengulangan dalam penelitian ini adalah 2,85% pada konsentrasi 0,1 ppm. Dari hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa metode analisis yang digunakan memenuhi kriteria seksama.

Uji kecermatan atau perolehan kembali digunakan untuk menentukan kecermatan atau akurasi dari suatu metode. Uji perolehan kembali ini menggunakan metode simulasi dengan pembagian tiga kelompok larutan uji yang tiap kelompoknya diberi larutan ion fluorida dan ditambahkan dengan sampel hasil simulasi tersebut diperoleh konsentrasi 0,1; 0,4 dan 0,8 ppm yang memberikan hasil perolehan kembali pada rentang 97,15%-100,63%. Hal ini dikarenakan konsentrasi yang rendah, sehingga perbedaan serapan sedikit saja memberikan perbedaan hasil konsentrasi yang signifikan. Tetapi hasil uji perolehan kembali yang diperoleh masih dapat diterima karena semakin kecil jumlah analit dalam matriks semakin besar rentang kesalahan yang diijinkan (Harmita 2004).

Penetapan Kadar Fluorida dalam Sampel Teh

Sampel teh yang dikumpulkan dan telah diseduh terlebih dahulu dapat langsung dihitung kadar fluorida dengan menambahkan pereaksi SPANDS-asam zirkonil. Dalam penetapan kadar ion fluorida sampel dipipet sebanyak 5 mL kemudian ditambahkan pereaksi SPANDS-asam zirkonil sebanyak 1 mL. Penambahan pereaksi SPANDS-asam zirkonil akan menghasilkan pembentukan kompleks baru yang berwarna merah sehingga dapat diukur kadarnya dengan menggunakan alat spektrofotometer sinar tampak.

Prinsip pengukuran analisis ion fluorida yaitu semakin tinggi konsentrasi ion fluorida dalam larutan maka akan terjadi penurunan serapan kompleks pereaksi SPANDS-asam zirkonil, sehingga hasil dari penelitian ini sesuai dengan prinsip pengukuran tersebut dimana hasil yang diperoleh nilai absorbansinya menurun sebanding dengan meningkatnya konsentrasi ion fluorida.

Pemeriksaan kuantitatif dalam seduhan teh dilakukan dengan spektrofotometer sinar tampak menggunakan pereaksi SPANDS-asam zirkonil dengan panjang gelombang maksimum 587 nm. Kadar ion fluorida pada seduhan teh bervariasi antara 26,45 ppm sampai 0,145 ppm. Hasil kadar ion fluorida pada sampel seduhan teh tercantum pada **Tabel 2**.

Tabel 2. Data absorbansi dan konsentrasi pada sampel

Nama Sampel	Absorbansi	Kadar ion fluorida pada sampel (ppm)
Teh1	0,283	12,3
Teh2	0,226	26,45
Teh3	0,331	0,395
Teh4	0,332	0,145
Teh5	0,319	3,35

Berdasarkan hasil perhitungan kadar ion fluorida dalam sampel seduhan teh tersebut ada dua sampel yaitu Teh 1 dan Teh 2 menunjukkan bahwa kadar ion fluorida berada diatas rentang persyaratan yang dicantumkan oleh *WHO Fluoride & Oral Health*. Yang telah menetapkan bahwa jumlah senyawa fluorida yang boleh terkandung dalam sampel seduhan teh tidak boleh lebih dari 8,6 ppm tetapi bergantung pada lama penyeduhan, dan jumlah serta jenis teh yang digunakan.

E. Kesimpulan dan saran

Kesimpulan

Kondisi analisis optimum pada pengukuran ion fluorida diperoleh pada panjang gelombang 587 nm dengan waktu pengukuran dari menit ke-0 sampai menit ke-10 setelah penambahan pereaksi SPANDS-asam zirkonil. Hasil validasi dari analisis ion fluorida menunjukkan bahwa kriteria kurva kalibrasi, linieritas, uji presisi, uji perolehan kembali memenuhi syarat yang ditetapkan. Hasil analisis ion fluoride terhadap 7 sampel seduhan teh menunjukkan hasil kadar antara 26,45 ppm sampai 0,145 ppm, dimana hasil tersebut ada dua sampel yang tidak memenuhi persyaratan yang dicantumkan oleh *WHO Fluoride & Oral Health* yang telah mencantumkan bahwa jumlah senyawa fluorida yang boleh terkandung dalam seduhan teh tidak boleh lebih dari 8,6 ppm.

Saran

Kemudian dapat dilakukan lagi analisis terhadap sampel yang diketahui mengandung fluorida seperti pada tumbuhan seperti kentang, tomat dan ikan terutama makanan yang diperoleh dari laut.

Daftar Pustaka

- Arifin, S. (1994). 'Petunjuk Teknis Pengolahan Teh. Pusat Penelitian Teh dan Kina gambung'. Bandung
- Astriningrum, Y., Suryadi H., Azizahwati. (2011). 'Analisis Kandungan Ion Fluorida pada Sampel Air Tanah dan Air PAM secara Spektrofotometri', *Majalah Ilmu Kefarmasian*, Vol. 8 No.2
- Cao, J., Zhao, Y. & Liu, J. 1997. 'Bata tea consumption as the cause of dental fluorosis among children from Mongol', Kazak and Yugu populations in China. *Food and Chemical Toxicology* 35(8): 827-829.
- Gandjar, I. G. dan Rohman, A. (2007). *Kimia Farmasi Analisis*. Cetakan II. Yogyakarta: Pustaka Pelajar, hal 220-265;456-480
- Greenberg, Arnold E. (2005). *Standard Methods for Examination of Water & Wastewater*, 21th edition. American Public Health Association 800 I Street NW. Washington, DC 20001-3710:(4)85-86
- Harmita. (2004). *Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya*.

Majalah Ilmu Kefarmasian, Vol 1, No.3, Desember 2004, 117-135. ISSN: 1693-9883

Ni, Win Wong., Suriah A.R. (2010). 'Kesan Infusi Terhadap Kepekatan Fluorida dalam Pelbagai Jenis Teh Cina'. *Jurnal Sains Malaysiana*. 39 (4): 581-582

RSCP Publishing. (2013). *The Merck Index of Encyclopedia of Chemicals, Drug and Biological*. Fifteenth edition. The Royal Society of Chemistry, pp 1559

Widana, G. A. B., Astawa, K. P., I Komang Pasek Supartana Nida. (2014). 'Analisis Ion Fluorida (F⁻) dalam Air Minum Kemasan, PAM dan Mata Air di Wilayah Buleleng Bali', *Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia VI* ISBN: 979363174-0

World Health Organization. (1994). 'Fluorides and Oral Health Guidelines for Drinking Quality'. Geneva

