

ANALISIS KADAR MERKURI (Hg) DALAM AIR SUNGAI MENGGUNAKAN METODE COLD VAPOR-ATOMIC ABSORPTION SPECTROPHOTOMETRY (CV-AAS)

ANALYSIS OF MERCURY (Hg) LEVELS IN RIVER WATER USING COLD VAPOR- ATOMIC ABSORPTION SPECTROPHOTOMETRY (CV-AAS) METHOD

Margaretta D. R. N. S, Subur P. Pasaribu, Aman Sentosa Panggabean*

Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Mulawarman
Jln. Barong Tongkok No. 4 Kampus Gn Kelua, Samarinda, Kalimantan Timur 75123

*Corresponding Author: amanspanggabean@yahoo.com

Diterbitkan: 30 Oktober 2022

ABSTRACT

Analysis of mercury (Hg) levels in river water using the cold vapor-atomic absorption spectrophotometry (CV-AAS) method has been carried out. The basic principle of determining Hg in several river water samples is carried out by means of Hg^{2+} ions being reduced by reductants Sn^{2+} into gaseous Hg^0 atoms, and then the Hg^0 atomic vapors were analyzed quantitatively by the CV-AAS method at a wavelength of 253.7 nm. The analytical performance of the measurements obtained was very good, indicated by the linearity value (r) = 0.991, the Quality Control (QC) value Hg is below the standard, which is 10%, and the results of measurement of Hg levels in water samples around range concentration was -1.0305 sampai -0.7328 ppb. These results indicate that the Hg level in river water, according to Government Regulation No. 22 of 2021 concerning Implementation of Environmental Protection and Management, is below the threshold of the quality standard.

Keywords: Hg, cold vapor-atomic absorption spectrophotometry (CV-AAS), River waters.

ABSTRAK

Analisis kadar merkuri (Hg) dalam air sungai dengan metode uap dingin-spektrofotometri serapan atom (*Cold Vapor-Atomic Absorption Spectrophotometry (CV-AAS)*) telah dilakukan. Prinsip dasar penentuan Hg dalam beberapa sampel air sungai dilakukan dengan cara ion Hg^{2+} akan direduksi oleh reduktan Sn^{2+} menjadi atom Hg^0 berbentuk gas, selanjutnya uap atom Hg^0 dianalisis secara kuantitatif dengan metode CV-AAS pada panjang gelombang 253,7 nm. Kinerja analitik pengukuran yang diperoleh sangat baik, ditunjukkan dengan nilai linieritas (r) = 0,991, nilai *Quality Control* (QC) Hg dibawah standar yaitu 10%, dan hasil pengukuran kadar Hg dalam sampel air sungai berada pada rentang konsentrasi -1,0305 sampai -0,7328 ppb. Hasil ini menunjukkan bahwa kadar Hg dalam air sungai menurut PP Nomor 22 Tahun 2021 tentang Penyelenggaraan Perlindungan dan Pengelolaan Lingkungan Hidup, berada dibawah ambang batas baku mutu yang telah ditetapkan.

Kata Kunci: Hg, Spektrofotometri Serapan Atom-Uap Dingin, Air Sungai.

PENDAHULUAN

Air sungai merupakan salah satu sumber air yang mempunyai fungsi serba guna bagi kehidupan manusia. Jika kualitas air menurun maka lingkungan sekitar akan mengalami pencemaran [1]. Pencemaran air sungai dapat diketahui dengan cara menguji air sungai dengan beberapa parameter yang disesuaikan dengan standar kualitas dari air sungai tersebut.

Pencemaran air sungai disebabkan oleh berbagai macam sumber seperti dari limbah domestik, limbah rumah tangga atau limbah pertanian. Salah satu parameter analisa kualitas air sungai adalah parameter logam yaitu merkuri (Hg). Penurunan kualitas air ditandai dengan perubahan warna air dan bau padahal sebahagian masyarakat di pinggir sungai masih memanfaatkan air sungai untuk kebutuhan sehari-

hari. Suatu sungai dikatakan tercemar jika kualitas airnya sudah tidak sesuai dengan peruntukannya. Kualitas air ini didasarkan pada baku mutu kualitas air sesuai kelas sungai berdasarkan Peraturan Pemerintah Nomor 82 Tahun 2001 tentang Pengelolaan kualitas Air dan Pengendalian Pencemaran Air [2].

Merkuri (Hg) atau raksa merupakan salah logam berat yang berbahaya baik dalam jumlah konsentrasi yang kecil maupun besar di alam. Hg dapat menjadi sumber polutan yang terjadi secara langsung dan tidak langsung seperti penurunan kualitas air yang menyebabkan keracunan atau kematian pada biota air [3,4]. Kandungan logam merkuri dapat ditemukan dalam konsentrasi yang sangat kecil sekalipun atau runtu (*trace level*) yaitu dalam kisaran ppm atau ppb [5].

Metode yang umum digunakan untuk mengukur Hg dalam jumlah runtu ialah dengan Spektrofotometri Serapan Atom yang ditandemkan dengan metode Bejana Uap Dingin (Cold Vapor-Atomic Absorption Spectrophotometry, CV-AAS). Metode CV-AAS memiliki tingkat kepekaan, ketepatan dan ketelitian yang tinggi dalam menganalisis sampel yang memiliki konsentrasi runtu [6], serta dapat memisahkan analit tanpa adanya gangguan dari matriks sampel [7,8].

Berdasarkan uraian diatas, telah dilakukan analisis kadar merkuri (Hg) pada air sungai menggunakan metode CV-AAS. Beberapa parameter penting yang menentukan kinerja analitik pengukuran telah ditentukan, sehingga metode tersebut dinyatakan sesuai berdasarkan SNI 6989-78:2019 tentang Air dan Air Limbah dan PP Nomor 22 Tahun 2021 tentang Penyelenggaraan Perlindungan dan Pengelolaan Lingkungan Hidup.

METODOLOGI PENELITIAN

Alat dan Bahan

Adapun alat-alat yang digunakan pada proses analisis ini yaitu Spektrofotometer AA 240-FS varian lengkap dengan *Vapor Generator Accessory* VGA-76, separangkat unit komputer, neraca analitik (E^o Mettler), labu takar, Erlenmeyer, kaca arloji, spatula, pipet volume, pipet ukur, pipet mikro, *waterbath*, bulb, botol semprot, batang pengaduk.

Adapun bahan-bahan yang digunakan pada proses analisis ini yaitu larutan KMnO_4 , $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$, Hidroksilamin-NaCl, $\text{HNO}_{3(p)}$, $\text{H}_2\text{SO}_{4(p)}$, aquadest, larutan standar Hg 1000 ppm, dan sampel air sungai.

Pembuatan Larutan

Pembuatan larutan yang dilakukan telah sesuai dengan prosedur berdasarkan SNI 6989-78 : 2019 tentang Air dan Air Limbah – Bagian 78: Cara uji air raksa atau merkuri (Hg) secara CV-AAS.

Pembuatan Larutan KMnO_4 5%

Dilartukan padatan KMnO_4 sebanyak 25 g kemudian dimasukkan ke dalam labu 500 mL. Lalu ditambahkan aquades hingga tanda tera.

Pembuatan Larutan $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 5%

Dilartukan padatan $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ sebanyak 25 g kemudian dimasukkan ke dalam labu 500 mL. Lalu ditambahkan aquades hingga tanda tera.

Pembuatan Larutan Hidroksilamin - NaCl

Ditimbang padatan Hidroksilamin sulfat sebanyak 12 g, lalu ditimbang kembali 12 g NaCl dalam labu 100 mL. Kemudian ditambahkan aquades hingga tanda tera.

Preparasi Sampel

Disiapkan beberapa Erlenmeyer 250 mL khusus air raksa dan diberi label 'Blanko', 'QC', serta beberapa penomoran sampel air sungai yang akan diuji kandungan merkuri (Hg)

Pembuatan Larutan Blanko

Diambil 50 mL aquades kemudian dimasukkan ke dalam Erlenmeyer 250 mL khusus air raksa. Setelah itu ditambahkan 2,5 mL $\text{H}_2\text{SO}_{4(p)}$, lalu ditambahkan 1,25 mL $\text{HNO}_{(p)}$. Kemudian, ditambahkan 5 mL KMnO_4 5%, lalu ditambahkan $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 5%. Setelah itu, di *waterbath* pada suhu 95 °C, selama 2 jam kemudian diangkat. Sebelum dianalisa dengan CV-AAS, larutan ditambahkan 0,5 mL Hidroksilamin-NaCl.

Pembuatan Larutan QC (Quality Control)

Diambil 50 mL larutan standar 5 ppb kemudian dimasukkan ke dalam Erlenmeyer 250 mL khusus air raksa. Setelah itu ditambahkan 2,5 mL $\text{H}_2\text{SO}_{4(p)}$, lalu ditambahkan 1,25 mL $\text{HNO}_{(p)}$. Kemudian, ditambahkan 5 mL KMnO_4 5%, lalu ditambahkan $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 5%. Setelah itu, di *waterbath* pada suhu 95 °C, selama 2 jam kemudian diangkat. Sebelum dianalisa dengan CV-AAS, larutan ditambahkan 0,5 mL Hidroksilamin-NaCl.

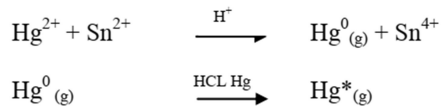
Sampel Air Sungai

Diambil 50 mL sampel air sungai kemudian dimasukkan ke dalam Erlenmeyer 250 mL khusus air raksa. Setelah itu ditambahkan 2,5 mL $H_2SO_{4(p)}$, lalu ditambahkan 1,25 mL $HNO_{(p)}$. Kemudian, ditambahkan 5 mL $KMnO_4$ 5%, lalu ditambahkan $K_2S_2O_8$ 5%. Setelah itu, di *waterbath* pada suhu $95\ ^\circ C$, selama 2 jam kemudian diangkat. Sebelum dianalisa dengan CV-AAS, larutan ditambahkan 0,5 mL Hidroksilamin-NaCl.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Prinsip Dasar Metode CV-AAS

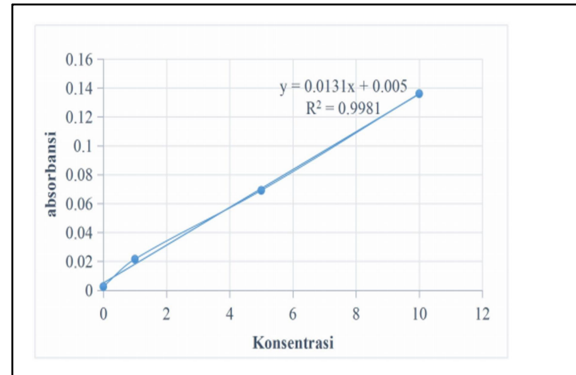
Prinsip dasar metode CV-AAS dalam penelitian ini adalah ion merkuri (Hg) dalam suasana asam akan direduksi dengan larutan $SnCl_2$ dalam suatu bejana yang umum dikenal sebagai separator gas cair, yang diletakkan diluar sistem AAS [8]. $SnCl_2$ merupakan reduktor kuat yang mampu mengubah ion merkuri (Hg^+/Hg^{2+}) dalam larutan menjadi Hg netral (Hg^0). Atom Hg^0 yang terbentuk selanjutnya oleh gas inert (Ar) dibawa mengalir ke sel tabung kuarsa yang diletakkan di atas tungku AAS, sehingga atom Hg netral (Hg^0) berbentuk gas, selanjutnya akan tereksitasi karena menyerap sinar yang berasal dari lampu katoda Hg dalam AAS dan dapat ditentukan kadarnya, seperti dapat dilihat pada reaksi berikut :



Teknik CV-AAS merupakan teknik yang paling banyak digunakan dalam penentuan kadar Hg karena memiliki ketepatan, kepekaan dan tingkat ketelitian yang tinggi, serta mampu menganalisis sampel yang memiliki konsentrasi rendah. Teknik ini memungkinkan pemisahan analit tanpa adanya gangguan dari matriks sampel.

Uji Linearitas

Linearitas adalah kemampuan metode analisis memberikan respon proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Linearitas biasanya dinyatakan dalam istilah variansi sekitar arah garis regresi yang dihitung berdasarkan persamaan matematik [9]. Uji linearitas dinyatakan sebagai koefisien korelasi (r), diperoleh kurva antara konsentrasi dan absorbansi yang dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Kurva Kalibrasi Hg secara CV-AAS

Berdasarkan Gambar 1, didapatkan persamaan garis linier adalah $y = 0,0131x + 0,005$ dengan nilai regresi $R^2 = 0,9981$ dan $r = 0,9991$. Berdasarkan SNI 6989-78 : 2019, dinyatakan bahwa persyaratan hubungan linearitas sebagai parameter pengukuran dengan nilai koefisien korelasi (r) yang memenuhi kriteria ialah sebesar $r \geq 0,995$. Pada penelitian ini, nilai koefisien korelasi (r) adalah 0,9991. Data ini menyatakan bahwa hasil data linieritas dinyatakan valid dan terdapat hubungan yang sangat kuat antara konsentrasi, absorbansi dan intensitas.

Nilai Limit of Quantification (LOQ)

Limit deteksi dinyatakan sebagai konsentrasi atau massa minimum terkecil yang masih dapat terdeteksi oleh suatu metode analisis dengan tingkat kepercayaan yang tinggi. Limit deteksi ditentukan dengan pengukuran harga absorbansi terkecil yang masih dapat dibedakan dari sinyal yang diberikan oleh blanko dengan beberapa kali pengukuran [10]. Nilai LOQ pada penelitian ini adalah 0,7328 ppb.

Nilai Quality Control (QC)

Pada penentuan nilai *Quality Control (QC)*, dilakukan pengukuran beberapa larutan standar Hg , larutan blanko dan larutan QC. Hasil pengukuran dapat dilihat pada Tabel 1.

Hasil penelitian menunjukkan nilai konsentrasi analit berada dibawah nilai LOQ. Nilai *Quality Control (QC)* Hg yang diperoleh dibawah standar yaitu 10% , menunjukkan bahwa nilai analit yang dihasilkan dapat diukur oleh pengukuran dengan menggunakan instrumentasi CV-AAS.

Tabel 1. Tabel Hasil Pengukuran

Sampel	Tabel Pengukuran	
	Absorbansi	Konsentrasi (ppb)
Larutan Standar Hg	0,0215	1
Larutan Standar Hg	0,0691	5
Larutan Standar Hg	0,1360	10
Blanko	0,0169	0,0909
QC(Quality Control)	0,0682	0,4835

Analisis Kadar Hg Dalam Sampel Air Sungai

Pada pengujian yang telah dilakukan pada 10 sampel air sungai pada sumber yang berbeda yang mengalir di kota Samarinda, diperoleh hasil pengukuran dengan nilai konsentrasi adalah minus (-). Hal tersebut diperoleh karena hasil konsentrasi kadar Hg adalah nilai konsentrasi yang runtu yang berada dibawah nilai LOQ yang telah ditetapkan dan telah diverifikasi. Pelaporan nilai (-) tersebut dapat ditampilkan oleh hasil yang kurang dari nilai LOQ Hg yang telah ditetapkan oleh laboratorium uji yaitu sebesar < 0,0024 ppb yang menunjukkan bahwa nilai konsentrasi analit sampel terendah yang terkuantisasi oleh batas atau limit kuantisasi yang menentukan limit rentang kerja dalam suatu pengukuran yang telah disetujui oleh laboratorium uji [11].

Berdasarkan hasil analisis pengukuran kadar Hg pada seluruh sampel yang diperoleh, didapatkan bahwa rentang nilai terendah sampai tertinggi konsentrasi sampel ialah pada rentang konsentrasi -1,0305 sampai -0,7328 ppb. Sehingga berdasarkan Peraturan Pemerintah Nomor 22 Tahun 2021 tentang Penyelenggaraan Perlindungan dan Pengelolaan Lingkungan Hidup, kadar maksimum Hg pada perairan adalah sebesar 0,005 mg/L. Sehingga seluruh sampel air sungai yang diuji masih dibawah batas baku mutu yang telah ditetapkan

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan untuk penentuan (Hg) dalam sampel air sungai dengan metode CV-AAS, menunjukkan hasil pengujian yang baik dan dapat dipertanggung jawabkan. Hasil analisis kadar Hg dalam beberapa sampel air sungai dari berbagai sumber yang mengalir di kota Samarinda, tidak melewati batas baku mutu yang telah ditetapkan menurut Peraturan Pemerintah Nomor 22 Tahun 2021 tentang Penyelenggaraan Perlindungan dan Pengelolaan Lingkungan Hidup.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Mardhia, D., & Abdullah, V. 2018. Studi Analisis Kualitas Air Sungai Brangbiji Sumbawa Besar. *Jurnal Biologi Tropis*. 18 (2): 182-189.
- [2] Pohan, D. A. S., Budiyono., & Syafruddin. 2016. Analisis Kualitas Air Sungai Guna Menentukan Peruntukan Ditinjau Dari Aspek Lingkungan. *Jurnal Ilmu Lingkungan*. 14 (2): 63-71.
- [3] Wilhelm, S.M., (2011), Estimate of Mercury Emissions to the Atmosphere from Petroleum, *Environmental Science & Technology*, 35(24), 4704-4710.
- [4] Panggabean, A. S, Pasaribu, S. P., & Kristiana, F., (2018), The Utilization of Nitrogen Gas a Carrier Gas in Determination of Hg Ions Using Cold Vapor-Atomic Absorption Spectrophotometer (CV-AAS), *Indonesian Journal of Chemistry*, 18(2), 279-285.
- [5] Parengkuan, K., Fatimawali., & Ningtyas, G.C. 2013. Analisis Kandungan Merkuri Pada Krim Pemutih Yang Beredar Di Kota Manado. *Jurnal Ilmiah Farmasi*. 2 (1) : 62-68.
- [6] Anggraini, R., Hairani, R., & Panggabean, A.S. 2018. Validasi Metode Penentuan Hg Pada Sampel Waste Water Treatment Plant Dengan Menggunakan Teknik Bejana Uap Dingin- Spektrofotometer Serapan Atom (CV-AAS). *Jurnal Kimia Mulawarman*. 16(1) : 10-15.
- [7] Gorecki, J., Burmistrz, P., Trzaskowska, M., Sołtys, B. & Golas, J., (2018), Method development and validation for total mercury determination in coke oven gas combining a trap sampling method with CV-AAS detection, *Talanta*, 188, 293–298.
- [8] Panggabean, A.S., Pasaribu, S.P., Amran, M.B., & Buchari., (2013), Gas-liquid separator integrated to HG-QFAAS

- method for determination of tin at trace levels in the water samples, *Eurasian Journal of Analytical Chemistry*. 8(1). 17-27.
- [9] Miller, J.N. and Miller J.C. (2005). *Statistics and Chemometrics for Analytical Chemistry*. 5th Edition. Pearson Education Limited, England.
- [10] Napitupulu, R.M., Julia, D., & Panggabean, A.S. (2019). Validasi Metode Penentuan Mn Dalam Oli Lubrikan Dengan Metode Pengenceran Langsung Menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom, *Indonesian Journal of Chemical Research*, 6(2), Hal. 94-100.
- [11] Harmono, H. D. 2020. Validasi Metode Analisis Logam Merkuri (Hg) Terlarut pada Air Permukaan dengan Automatic Mercury Analyzer. *Indonesian Journal Of Laboratory*. 2 (3) : 11-16.