

**VALIDASI METODA *COLD VAPOUR ATOMIC ABSORPTION*  
*SPECTROMETRY (CV-AAS)* UNTUK PENENTUAN TOTAL  
MERKURI PADA SAMPEL SEDIMEN**

**SKRIPSI**

**Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains di  
bidang Studi Kimia pada Fakultas MIPA**

**Oleh :**

**AGUSTINI SARTIKA**

**08081003051**



**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS SRIWIJAYA**

**2013**



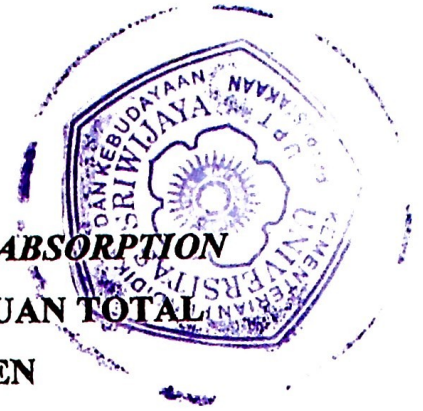
23945/24495

2  
552.507

Agu  
u

2013

CV130439



**VALIDASI METODA COLD VAPOUR ATOMIC ABSORPTION  
SPECTROMETRY (CV-AAS) UNTUK PENENTUAN TOTAL  
MERKURI PADA SAMPEL SEDIMEN**

**SKRIPSI**

**Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains di  
bidang Studi Kimia pada Fakultas MIPA**

Oleh :

**AGUSTINI SARTIKA**

**08081003051**



**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS SRIWIJAYA**

**2013**

## LEMBAR PERSETUJUAN SKRIPSI

Judul Proposal Skripsi : Validasi Metoda Cold *Vapour Atomic Absorption Spectrometry (CV-AAS)* Untuk Penentuan Merkuri Pada Sampel Sedimen

Nama Mahasiswa : Agustini Sartika

NIM : 08081003051

Jurusan : Kimia

Telah disetujui untuk disidangkan pada tanggal Januari 2013

Indralaya, Januari 2013

Pembimbing :

1. Dr. Suheryanto, M.Si

NIP. 196006251989031006



.....

2. Nova Yuliasari, M.Si.

NIP. 197307261999032001



.....

**HALAMAN PENGESAHAN SKRIPSI**

Judul Proposal Skripsi : *Validasi Metoda Cold Vapour Atomic Absorption Spectrometry (CV-AAS) Untuk Penentuan Merkuri Pada Sampel Sedimen*

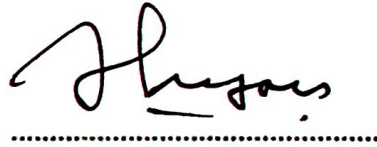
Nama Mahasiswa : Agustini Sartika  
NIM : 08081003051  
Jurusan : Kimia

Telah dipertahankan dihadapan pembimbing dan pembahas sidang sarjana Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sriwijaya pada tanggal 14 Januari 2013 Dan telah diperbaiki, diperiksa, serta disetujui sesuai dengan masukan yang diberikan.

Indralaya, Januari 2013

Ketua :

1. **Dr. Suheryanto, M.Si.**  
NIP. 196006251989031006



.....

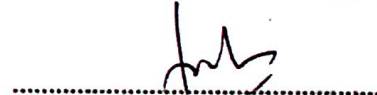
Anggota :

2. **Nova Yuliasari, M.Si.**  
NIP. 197307261999032001



.....

3. **Dra. Fatma, M.S.**  
NIP. 196207131991022001



.....

4. **Dr. Heni Yohandini, M.Si.**  
NIP. 197011152000122004



.....

5. **Addy Rachmat, M.Si.**  
NIP. 197409282000121001



.....

Mengetahui,

Ketua Jurusan Kimia





## **PERNYATAAN KEASLIAN KARYA ILMIAH**

Yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama mahasiswa : Agustini sartika  
NIM : 08081003051  
Fakultas/Jurusan : MIPA/Kimia

Menyatakan bahwa skripsi ini adalah hasil karya saya sendiri dan karya ilmiah ini belum pernah diajukan sebagai pemenuhan persyaratan untuk memperoleh gelar kesarjanaan strata satu (S1) dari Universitas Sriwijaya maupun perguruan tinggi lain.

Semua informasi yang dimuat dalam skripsi ini yang berasal dari penulis lain baik yang dipublikasikan atau tidak telah diberikan penghargaan dengan mengutip nama sumber penulis secara benar. Semua isi dari skripsi ini sepenuhnya menjadi tanggung jawab saya sebagai penulis.

Demikian surat pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Indralaya, 15 Januari 2013  
Penulis,

Agustini sartika  
08081003051

## HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS

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

Nama : Agustini Sartika  
NIM : 08081003051  
Fakultas/Jurusan : MIPA/Kimia  
Jenis Karya : Skripsi

Demi pengembangan ilmu pengetahuan, saya menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Sriwijaya “hak bebas royalti non-ekklusif (*non-exclusively royalty-free right*) atas karya ilmiah saya yang berjudul :

“ Validasi Metoda *Cold Vapour Atomic Absorption (CV-AAS)* untuk penentuan Total Merkuri Pada Sampel Sedimen”

Beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan hak bebas royalti non-ekklusif ini Universitas Sriwijaya berhak menyimpan, mengalihmedia/memformatkan , mengelolah dalam bentuk pangkalan data (*database*), merawat, dan mempublikasikan tugas akhir atau skripsi saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik hak cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sesungguhnya.

Indralaya, 15 Januari 2013  
Yang menyatakan,

Agustini Sartika  
08081003051



## HALAMAN PERSEMBAHAN

*Motto : "Tidak ada yang tidak mungkin selama ada kemauan untuk mencoba"*

*" Segala yang baik dimulai dari pemikiran dan pilihan yang terbaik"*

*"Try and try..., you can find the top it at last"*

*Kupersembahkan skripsi ini untuk :  
Mama yang terus berjuang tuk ku  
Papa yang telah damai di surga  
Kak mika, kak heri, yuk elvi, kakek dan keponakan - keponakan ku  
Calon suamiku  
Teman – teman seperjuanganku  
Almamaterku*

## KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT, karena atas izin dan kehendaknyalah skripsi yang berjudul *Validasi Metoda Cold Vapour Atomic Absorption Spectrometry (CV-AAS) Untuk Penentuan Total Merkuri Pada Sampel Sedimen* dapat diselesaikan.

Penulis sangat menyadari sepenuhnya bahwa selama penelitian, penulisan, presentasi dan akhirnya mencapai penulisan skripsi ini penulis telah banyak mendapat bantuan dari berbagai pihak baik moril maupun materi. Oleh karena itu, pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih tak terhingga kepada:

1. Bapak Dr. Suheryanto, M.Si., selaku Ketua Jurusan Kimia dan pembimbing utama yang telah memberikan pengarahan, bimbingan, ilmu dan semangat yang terus memicu penulis untuk terus berusaha belajar dan tidak menyerah hingga penulisan skripsi ini selesai.
2. Ibu Nova Yuliasari, M.Si., selaku pembimbing pendamping yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan hingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini.
3. Bapak Drs. Bambang Yudono, M.Sc., selaku dosen pembimbing akademik.
4. Bapak Djati Gunawan yang telah banyak membantu selama penelitian berlangsung.
5. Semua Dosen dan Karyawan Program Studi Kimia FMIPA Universitas Sriwijaya
6. Orang tua dan keluarga ku yang terus memberi semangat buat ku.



7. Sahabat – Sahabat ku Erwin, Dini bio, Airani, Yuda, Yoka, Dhyni, Ena, Maria, Linggar, Septy, Yetri, Elok, Yesi, Shinta, Ratna, Sylva, Moko, Hendra, Prasetyo, Ridho dan Sumarni.
8. Teman-teman seperjuangan di Jurusan Kimia FMIPA angkatan 2008 yang telah membantu, dan Semua pihak yang membantu baik secara langsung maupun tidak langsung.

Demikianlah skripsi ini penulis persembahkan, sebagai buah karya fikir yang diharapkan dapat bermanfaat bagi kita semua. Penulis menyadari bahwa penyajian skripsi ini jauh dari sempurna, penulis mengharapkan saran dan kritik yang membangun dari pembaca sehingga skripsi ini menjadi lebih sempurna. Amin.

Penulis

**A VALIDATED COLD VAPOUR ATOMIC ABSORPTION  
SPECTROMETRY (CV-AAS) METHOD FOR DETERMINING TOTAL  
MERCURY IN SEDIMENT SAMPLES**

**Agustini Sartika  
Nim : 08081003051**

**ABSTRACT**

A validation of cold vapour-atomic absorption spectrometry (CV-AAS) method on determining total mercury in sediment samples has been performed. Validation parameter were tested for the range of linearity, the correlation coefficient ( $r$ ), the limit of detection (LOD), the limit of quantitation (LOQ), precision and accuracy. It also determined the uncertainty. Linearity of response was verified for concentrations ranging from 1 to 70 ng/mL of mercury. Correlation coefficient of the calibration straight lines was 0.9998. Limits of detection and quantitation were 0.59 ng/mL and 1.47 ng/mL. Precision of the method resulted from Relative Standard Deviation (RSD) was 3.86%. The accuracy of the method was calculated from Rupit River sediment samples recovery was 85.70%. Uncertainty using the repeatability method of  $1.124 \mu\text{g/g} \pm 0,089 \mu\text{g/g}$  and without using repeatability method of  $1.124 \mu\text{g/g} \pm 0,084 \mu\text{g/g}$ . This method has been applied on the determination of total mercury in sediment from the Rupit River.

**Key words:** Validation, CV-AAS, Sediments, Uncertainty.



20450

**VALIDASI METODA *COLD VAPOUR ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY (CV-AAS)* UNTUK PENENTUAN TOTAL MERKURI PADA SAMPEL SEDIMEN**

**Agustini Sartika  
Nim : 08081003051**

**ABSTRAK**

Validasi metoda *CV-AAS (Cold Vapour Atomic Absorption Spectrometry)* untuk analisis total merkuri pada sampel sedimen telah dilakukan. Parameter validasi yang di uji antara lain kisaran linieritas, koefisien korelasi ( $r$ ), limit deteksi ( $LOD$ ), limit kuantitasi ( $LOQ$ ), presisi, dan akurasi. Selain itu, juga ditentukan ketidakpastian pengukuran. Kisaran linieritas ditunjukkan pada kisaran konsentrasi 1,00 – 70,00 ng/mL. Koefisien regresi linier kurva ( $r$ ) 0,9998. Limit deteksi dan limit kuantitasi adalah 0,59 ng/mL dan 1,47 ng/mL. Presisi metoda diperoleh dari RSD yaitu 3,86%. Akurasi metoda dihitung dari *recovery* sampel sedimen Sungai Rupit yaitu 85,70%. Ketidakpastian dengan *repeatability* metode sebesar  $1,124 \mu\text{g/g} \pm 0,089 \mu\text{g/g}$  dan tanpa *repeatability* metode sebesar  $1,124 \mu\text{g/g} \pm 0,084 \mu\text{g/g}$ . Metode ini telah diaplikasikan untuk penentuan total merkuri pada sampel sedimen dari Sungai Rupit.

Kata kunci : Validasi, *CV-AAS*, Sedimen, Ketidakpastian.



DAFTAR ISI

	<b>Halaman</b>
HALAMAN JUDUL.....	i
LEMBAR PERSETUJUAN.....	ii
LEMBAR PENGESAHAN.....	iii
LEMBAR PERNYATAAN KEASLIAN KARYA ILMIAH .....	iv
LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS .....	v
LEMBAR PERSEMBAHAN DAN MOTTO .....	vi
KATA PENGANTAR .....	vii
ABSTRACT .....	ix
ABSTRAK .....	x
DAFTAR ISI.....	xi
DAFTAR TABEL.....	xiii
DAFTAR GAMBAR .....	xv
DAFTAR LAMPIRAN.....	xvi
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1. Latar Belakang .....	1
1.2. Rumusan Masalah .....	4
1.3. Tujuan Penelitian .....	4
1.4. Manfaat Penelitian .....	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1. Metoda <i>CV-AAS</i> .....	5
2.1.1. Prinsip Kerja <i>CV-AAS</i> .....	5
2.1.2. Macam Reaktor Pembentukan Uap Dingin .....	7
2.2. Validasi Metoda Pengujian .....	9
2.3. Merkuri.....	13
2.3.1. Sifat Fisik dan Kimia Merkuri.....	13
2.3.2. Merkuri Pada Sedimen .....	14
BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....	16
3.1. Waktu dan Tempat Penelitian .....	16
3.2. Alat dan Bahan.....	16
3.3. Prosedur Kerja.....	17
3.3.1. Preparasi Sampel Sedimen .....	17
3.3.2. Pembuatan Larutan Stok Merkuri.....	17
3.3.3. Pembuatan Larutan Standar.....	18
3.3.4. Destruksi Sampel Sedimen.....	18
3.3.5. Penentuan Kondisi Optimum Analisis .....	19
3.3.6. Pembuatan Kurva dari Larutan Standar.....	19
3.3.7. Penentuan Kadar Merkuri.....	21
3.3.8. Penentuan Nilai Ketidakpastian Pengukuran.....	23
3.4. Analisis Data .....	26
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....	27
4.1 Optimasi Spektrometri Serapan Atom Uap Dingin ( <i>CV-AAS</i> )	27



sistem <i>Batch</i> .....	27
4.1.1 Optimasi Terhadap Kuat Arus Lampu Cekung Katoda....	27
4.1.2 Optimasi Terhadap Tekanan gas Nitrogen (N <sub>2</sub> ).....	28
4.2 Penentuan Linieritas dan Sensitifitas .....	29
4.3 Penentuan Limid Deteksi ( <i>LOD</i> ) dan Limid Kuantitasi ( <i>LOQ</i> ) Metode.....	31
4.4 Penentuan Presisi Metode <i>CV-AAS</i> .....	31
4.5 Penentuan Akurasi Metode dan <i>Recovery</i> .....	34
4.6 Aplikasi Metode <i>CV-AAS</i> untuk penentuan Total Merkuri (Hg) <sub>T</sub> .....	34
4.8 Estimasi Ketidakpastian metode .....	35
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	38
5.1 Kesimpulan .....	38
5.2 Saran.....	39
DAFTAR PUSTAKA .....	40
LAMPIRAN .....	43

## DAFTAR TABEL

	<b>Halaman</b>
<b>Tabel 1.</b> Simpangan baku dan simpangan baku relatif dalam persen (perhitungan dibuat berdasarkan kepercayaan 95%) .....	32
<b>Tabel 2.</b> Nilai rata – rata dari uji <i>recovery</i> .....	33
<b>Tabel 3.</b> Kadar Total Merkuri (Hg) <sub>T</sub> Pada Sampel Sedimen.....	35
<b>Tabel 4.</b> Ketidakpastian baku dari parameter yang dihitung.....	37
<b>Tabel 5.</b> Pengaruh kuat arus lampu katoda cekung terhadap atomisasi merkuri .....	42
<b>Tabel 6.</b> Pengaruh tekanan gas N <sub>2</sub> terhadap atomisasi merkuri .....	43
<b>Tabel 7.</b> Data kurva kalibrasi larutan standar .....	44
<b>Tabel 8.</b> Data pengukuran dari blanko .....	47
<b>Tabel 9.</b> Simpangan baku (SD) dan simpangan baku relatif (RSD) sampel non <i>spike</i> (perhitungan dibuat berdasarkan kepercayaan 95%) .....	49
<b>Tabel 10.</b> Simpangan baku (SD) dan simpangan baku relatif (RSD) sampel <i>spike</i> 50 ng/mL (perhitungan dibuat berdasarkan kepercayaan 95%).....	50
<b>Tabel 11.</b> Simpangan baku (SD) dan simpangan baku relatif (RSD) sampel <i>spike</i> 100 ng/mL (perhitungan dibuat berdasarkan kepercayaan 95%).....	51
<b>Tabel 12.</b> Simpangan baku (SD) dan simpangan baku relatif (RSD) sampel <i>spike</i> 150 ng/mL (perhitungan dibuat berdasarkan kepercayaan 95%).....	52

<b>Tabel 13.</b> Data recovery yang di spike 50 ng/mL .....	54
<b>Tabel 14.</b> Data <i>recovery</i> yang di spike 100 ng/mL .....	55
<b>Tabel 15.</b> Data <i>recovery</i> yang di spike 150 ng/mL .....	56
<b>Tabel 16.</b> Kadar Total Merkuri (Hg)T Pada Sampel Sedimen.....	57
<b>Tabel 17.</b> Simpangan baku asal <i>recovery</i> .....	62
<b>Tabel 18.</b> Parameter penyumbang ketidakpastian .....	66

## DAFTAR GAMBAR

### Halaman

<b>Gambar 1.</b> Diagram analisis merkuri dengan metode <i>CV-AAS</i> sistem <i>batch</i> yang dilengkapi MHS-10.....	6
<b>Gambar 2.</b> Reaktor pembentukan uap dingin <i>CV-AAS</i> sistem <i>batch</i> .....	7
<b>Gambar 3.</b> Reaktor pembentukan uap dingin <i>CV-AAS</i> sistem <i>batch</i> .....	8
<b>Gambar 4.</b> Pengaruh kuat arus lampu katoda cekung terhadap atomisasi merkuri.....	27
<b>Gambar 5.</b> Pengaruh tekanan gas nitrogen .....	28
<b>Gambar 6.</b> Kurva kalibrasi larutan standar merkuri .....	30
<b>Gambar 7.</b> Diagram <i>fish bond</i> dalam penentuan ketidakpastian pengukuran .....	36
<b>Gambar 8.</b> Rangkaian alat gorsuch untuk destruksi sampel sedimen.....	68
<b>Gambar 9.</b> Rangkaian AAS perkin elmer 3110 yang dirangkai dengan MHS-10terhadap atomisasi merkuri.....	68
<b>Gambar 10.</b> Sampel hasil destruksi dan siap dianalisis .....	69
<b>Gambar 11.</b> Sampel yang sudah ditambahkan $\text{HNO}_3$ : $\text{HCl}$ (3:1) sebelum didestruksi.....	69

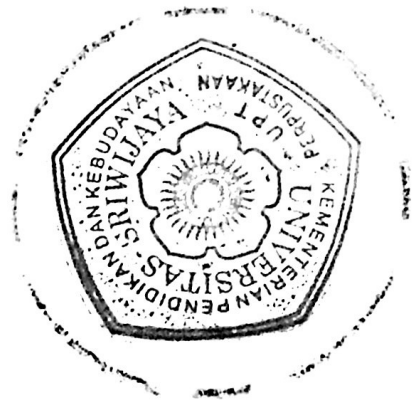


## DAFTAR LAMPIRAN

	<b>Halaman</b>
<b>Lampiran 1.</b> Data pengaruh kuat arus lampu katoda cekung terhadap atomisasi merkuri .....	43
<b>Lampiran 2.</b> Data pengaruh tekanan gas N <sub>2</sub> terhadap atomisasi merkuri .....	43
<b>Lampiran 3.</b> Data dan perhitungan untuk kurva kalibrasi .....	44
<b>Lampiran 4.</b> Perhitungan <i>LOD</i> dan <i>LOQ</i> metode berdasarkan uji statistik.....	46
<b>Lampiran 5.</b> Data perhitungan <i>LOD</i> dan <i>LOQ</i> metode berdasarkan blanko eksperimen .....	47
<b>Lampiran 6.</b> Perhitungan untuk simpangan baku (SD) dan simpangan baku relatif (RSD).....	49
<b>Lampiran 7.</b> Perhitungan uji <i>recovery</i> .....	54
<b>Lampiran 8.</b> Perhitungan kadar total merkuri (Hg) <sub>T</sub> pada sampel sedimen .....	57
<b>Lampiran 9.</b> Estimasi ketidakpastian penentuan kadar merkuri dalam sampel sedimen .....	59
<b>Lampiran 10.</b> Gambar dalam penelitian .....	68

# BAB I

## PENDAHULUAN



### 1.1 Latar Belakang

Salah satu penambangan emas tradisional di Sumatera Selatan terletak di Desa Suka Menang, Kecamatan Karang Jaya Musi Rawas. Pada umumnya para penambang mengolah bijih emas dengan metode amalgamasi menggunakan logam merkuri ( $Hg^0$ ). Limbah padat dan cair proses amalgamsi ditampung pada kolam penampungan dan selanjutnya dialirkan atau dibuang ke Sungai Rupit. Proses amalgamasi selain menghasilkan amalgam emas, juga menghasilkan residu merkuri yang berpotensi menyebabkan pencemaran di sungai tersebut. Ambang batas merkuri dalam sedimen menurut *National Oceanic And Atmospheric Administration* (2004) dalam air tawar adalah 170 ppb. Konsentrasi merkuri yang terdapat pada air dan sedimen sungai dapat digunakan sebagai indikator pencemaran sungai. Merkuri yang berada di lingkungan sungai akan terakumulasi dalam sedimen melalui fenomena adsorpsi, sehingga konsentrasi merkuri yang dikandungnya lebih tinggi dibandingkan merkuri yang terdapat di air. Oleh karena itu, sedimen sering dipilih sebagai sampel dalam penelitian (Goegeon dan Domini. 2003; Schnoor. 1996).

Ada beberapa metode yang dapat digunakan untuk penentuan merkuri baik merkuri organik maupun merkuri anorganik, yaitu metode *NAA* (*Neutron Activation Analysis*), *CV-AFS* (*Cold Vapour Atomic fluorescence Spectrometry*), *GC-CVAFC* (*Gas chromatography-Cold Vapour Atomic fluorescence*

*Spectrometry*), *HG-ICPMS (Hydride Generation Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry)*, *ETAAS (Electrothermal Atomization Atomic Absorption Spectrometry)*, dan metode *CV-AAS (Cold Vapour Atomic Absorption Spectrometry)*. Namun, metode yang sering digunakan untuk analisis merkuri adalah metode *CV-AAS (Cold Vapour Atomic Absorption Spectrometry)* atau metode pembentukan uap dingin. Metode *CV-AAS* hanya dapat digunakan khusus untuk atomisasi merkuri. Metode *CV-AAS* banyak digunakan dalam penentuan total merkuri karena lebih sederhana, memiliki sensitivitas yang tinggi dan relatif bebas dari interferensi (Martinez *et al.* 1999). Pada metoda *CV-AAS*, sistem pengatoman dilakukan dengan cara pembentukan uap dingin dalam suatu reaktor. Penentuan merkuri dengan metode *CV-AAS* didasarkan pada reduksi ion  $\text{Hg}^{2+}$  menjadi  $\text{Hg}^0$  dengan menggunakan reduktor  $\text{NaBH}_4$  atau  $\text{SnCl}_2$  (Suheryanto, 2010).

Dalam aplikasinya di lingkungan, metode *CV-AAS* digunakan untuk penentuan merkuri dalam air, biota maupun sedimen. Keberadaan merkuri dalam ekokompartemen tersebut umumnya sangat rendah (ppb-ppm), sehingga memerlukan ketelitian yang tinggi dan limit deteksi yang rendah. Untuk mendapatkan hasil pengukuran dengan akurasi dan presisi yang tinggi, maka *CV-AAS* sebelum digunakan perlu divalidasi. Validasi merupakan suatu proses untuk membuktikan bahwa suatu metode uji layak (absah) dipergunakan atau konfirmasi bahwa metode uji memenuhi persyaratan tertentu, sesuai dengan tujuan dari pengujian (Suheryanto, 2011). Beberapa parameter validasi metode *CV-AAS* yang perlu ditentukan antara lain, ketepatan (akurasi), presisi, *recovery*, linieritas, *LOD*

(*Limit of Detection*), dan *LOQ (Limit of Quantitation)* (BSN, 2005). Selain beberapa parameter tersebut, ditentukan juga nilai ketidakpastian pengukuran hasil pengujian konsentrasi total merkuri dalam sampel sedimen.

Franklin *et al.*, (2012) telah mendapatkan nilai limit kuantitasi sebesar 0,01 mg/kg, *recovery* 96,2% dalam penentuan merkuri dalam sampel sedimen dengan *CV-AAS* menggunakan reduktor  $\text{SnCl}_2$ . Sedangkan penelitian yang dilakukan oleh Suheryanto (2010) diperoleh limit deteksi (*LOD*) 0,57 ng/mL, limit kuantitasi (*LOQ*) 1,88 ng/mL dan *recovery* metode sebesar 102,65 % menggunakan *CV-AAS* sistem *batch* dengan reduktor  $\text{NaBH}_4$  dan *AAS* yang dipakai adalah *AAS* Perkin Elmer Model Analyst 200. Penelitian lain juga pernah dilakukan oleh Martinez *et al.*, (1999) dengan memperoleh nilai *recovery* 98% dan presisi < 3% menggunakan *CV-AAS* sistem *flow injection* dengan reduktor  $\text{NaBH}_4$ . Sedangkan dalam penelitian dilakukan dengan menggunakan *CV-AAS* sistem *batch* dengan reduktor  $\text{NaBH}_4$  dan *AAS* yang di pakai adalah *AAS* Perkin Elmer Model 3110 yang belum pernah digunakan untuk penentuan merkuri.

Dalam penelitian ini, *AAS* Perkin Elmer Model 3110 yang digunakan dilengkapi reaktor pembentukan uap dingin MHS-10 dengan sistem *batch*. Selama ini metode tersebut belum pernah divalidasi atau di konfirmasi terhadap standar metode pengujian yang berlaku. Oleh karena itu, metode *CV-AAS* sistem *batch* tersebut harus divalidasi. Selanjutnya, metode ini diaplikasikan untuk penentuan kadar total merkuri ( $\text{Hg}$ )<sub>T</sub> pada sampel sedimen.



## 1.2 Rumusan Masalah

Metoda *CV-AAS* yang digunakan dalam penelitian penentuan total merkuri dalam sampel sedimen perlu di validasi. Permasalahannya adalah bagaimana validitas metoda tersebut dengan menguji akurasi, presisi, sensitivitas, *LOD*, *LOQ*, *recovery*, linieritas serta nilai ketidakpastian pengukuran hasil uji konsentrasi total merkuri dalam sampel sedimen.

## 1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Menentukan presisi, akurasi, sensitivitas, *LOD*, *LOQ*, kelinieritasan kurva dan *recovery* dari penentuan total merkuri pada sampel sedimen dengan metode *CV-AAS* sistem *batch*.
2. Menentukan ketidakpastian pengukuran hasil pengujian merkuri pada sampel sedimen dengan metode *CV-AAS* sistem *batch*.

## 1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah :

1. Metoda *CV-AAS* yang telah divalidasi dapat di aplikasikan untuk penentuan total merkuri pada sampel sedimen, tanah, batuan dan lainnya.
2. Dapat digunakan sebagai rujukan bagi para peneliti tentang metode baku untuk penentuan merkuri pada sampel sedimen, tanah, batuan dan lainnya.
3. Menambah wawasan pengetahuan tentang validasi metoda pengujian dengan prosedur yang baku SNI 06-6992.2-2004.

## DAFTAR PUSTAKA

- Alfian, Z., dan Chairuddin. (2008). Analisis Logam Raksa Dengan Metode Spektrofotometer Serapan Atom Yang Digabungkan Dengan Tehnik CVHGA Yang Komersil Dan Yang Dimodifikasi. *Jurnal Tehnologi Proses*, 7, 40-44
- Anonim. (2010). *Merkuri*. Tersedia pada <http://www.chem-is-try.org>. Diakses pada tanggal 18 januari 2012.
- Badan Standarisasi Nasional. (2005). *Persyaratan Umum Kompetensi Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi*. SNI17025.2005.
- Badan Standarisasi Nasional. (2011). *Cara Uji Raksa (Hg) Secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) Uap Dingin (Cold Vapour) atau Mercury Analyze*. SNI 6989.78:2011.
- Badan Standarisasi Nasional. (2004). *Cara Uji Merkuri (Hg) Secara Uap Dingin (Cold vapour) dengan Mercury Analyzer*. SNI 06-6992.2-2004.
- Bassett, J.RC dan Denney. (1994). *Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik*. EGC, Jakarta.
- Blevre, P., and Gunler, H. *Measurement Uncertainty In Chemical Analysis*. Springer. Tersedia pada <http://www.books-google.co.id>. Diakses pada tanggal 23 November 2012.
- Cai, Y., Jaffe, R., Jones, R. (1997). Ethylmercury in the Soils and Sediments of the Florida Everglades. *Environ Sci Technol*, 31, 302– 5
- Chen, Y., *et al* (2008). Determination of Trace Mercury in Chinese Herbal Medicine by Cold Vapour Generation-Atomic Fluorescence Spectrometry. *Asian Journal of Chemistry*, 20(6), 4639-4646
- Clarkson, W.T. (2002). The Three Faces of mercury. *Enviromental Health Prospectives*, 10
- Endang, Rochyatun., *et al*. 2006. Distribusi Logam Berat dalam Air dan Sedimen di Perairan Sungai Cisadane. *Jurnal SAINS*, 10(1) ,35-40.
- Environmental Protection agency. (1997). *Mercury Study Report to Congress*. 3(EPA-452/R-97-005)
- Euro, Chlor. (2009). *Determination of Mercury in Liquids*. Analitical 7, Edisi III

- Franklin, Robson., *et al.* (2012). Organic and Total Mercury Determination in Sediments by Cold Vapour Atomic Absorbtion spectrometry: Methodology validation and measurement. *Quim Nova*, 35, p1 45-50
- Franklin, Robson., *et al.* (2011). *Comparison Of Total Hg Result in Sediment Samples From Rio Grande Reservoir Determined By NAA and CV-AAS*. Makalah disajikan pada Seminar International Nuclear Atlantic Conference 2011 di Brazil.
- Garfield, F.M. (1991). *Quality Assurance Principles for Analytical Laboratories*. AOAC International, USA, p. 71
- Goegeon, C., and Domini, J. (2003). *Appl Geochem* 18.457 – 470
- Harmita. (2004). Petunjuk Pelaksanaan validasi Metode dan cara Perhitungannya. *Majalah Ilmu kefarmasian*, 1(3), 117-135
- Lesbani, Aldes. (1997). *Analisis Merkuri Pada Sedimen Di Aliran Sungai Musi Dengan Metoda Spektrometri Serapan Atom Uap Dingin Sistem Batch*. Skripsi Jurusan Kimia FMIPA Universitas Sriwijaya. Palembang. Tdk dipublikasikan.
- Martinez, G.M.L., *et al.* (1999). Determination of Mercury in Estuarine Sediments by Flow Injection-Cold Vapour Atomic Absorption Spectrometry After Microwave Extraction. *Science*, 27, 61-65
- NOAA. (2004). *NOAA Screening Quick Reference Tables*, NOAA OR&R Report 08-1, Seattle WA. Office of Response and Restoration Division, National Oceanic and Atmospheric Administration
- Novelina, Y.M., *et al.* (2009, 19 November). *Validasi Metode Analisis Penetapan Kadar Senyawa Siklamat dalam Minuman Ringan*. Prosiding PPI Standarisasi di Jakarta.
- Perring L., and Andrey D. (2001). Optimization and Validation of Total Mercury Determination in Food Products by Cold Vapor AAS: Comparison of Digestion Methods and With ICP-MS Analysis. *Atomic Spectroscopy*. 22(5)
- Rajasha, R.G. (1998). *Pembuatan Pembangkit Uap Dingin Sederhana Sistem Batch Spektrofotometer Serapan Atom untuk Analisa Merkuri*. Skripsi Jurusan Kimia FMIPA Universitas Sriwijaya. Tidak dipublikasikan.
- Santosa, P.B., and Hamdani, M. (2007). *Statistika Deskriptif*. Erlangga, Jakarta.

- Schnoor, J. (1996). *Environmental Modeling*. Jon Wiley & Son,inc. New York.
- Silva M.F *et al.*, (2006). Determination of Mercury in Fish by Cold Vapor Atomic Absorption Spectrophotometry Using a Multicommuted Flow Injection Analysis System. *Analytical Science*, The Japan Society for Analytical Chemistry,22
- Sudjana. (2005). *Metoda Statistika*. Edisi ke 6. Bandung. Tarsito
- Suheryanto. (2011, juli 6). *Validasi Metode CV-AAS Untuk Analisis Total Merkuri Pada Sampel Sedimen*. Makalah disajikan pada Seminar The Internasional year of Chemistry 2011 di Yogyakarta
- Suheryanto. (2010). *Demetilasi Metilmerkuri oleh Bakteri yang diisolasi dari Sedimen Sungai Sangon*. Disertasi. Sekolah Pascasarjana Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta
- Suheryanto. (2001). Spesiasi Metilmerkuri dan Merkuri Anorganik di Perairan Sungai Musi dengan Metode Ekstraksi dan CV-AAS. *Jurnal Kimia Lingkungan*. 2(2),107-114
- Suheryanto. (1994). *Penggabungan Metode Kromatografi Gas dan Spektrometri Serapan Atom (GC-AAS) untuk Spesiasi Organomerkuri*. Tesis Program Pascasarjana Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta
- Suryono, Tri., *et al.* (2010). Status Kontaminasi Merkuri di Ruas Sungai Cikaniki Jawa Barat.*Jurnal Limnotek*,17(1),37-48(2-3)