

## VALIDASI METODE UJI MERKURI MENGGUNAKAN *INDUCTIVELY COUPLED PLASMA EMISSION SPECTROMETRY (ICPE) 9000*

Ni Nyoman Trisnawati\*, I Gst. Ayu Kunti Sri Panca Dewi

Putu Primantari Vikana Suari, Ni Putu Ayu Krismayanti

UPT Laboratorium Analitik, Universitas Udayana, Badung, Bali, Indonesia, 80361

[\\*trisna68@gmail.com](mailto:*trisna68@gmail.com)

**ABSTRAK:** UPT Laboratorium Analitik merupakan laboratorium pendidikan yang berfungsi sebagai penunjang kegiatan Tri Dharma Perguruan Tinggi yaitu memberikan praktikum kepada mahasiswa, praktek kerja lapangan, membantu uji kimia dalam penelitian baik mahasiswa maupun dosen dan melayani masyarakat untuk uji kimia dan fisika pada bahan-bahan baik air, limbah, makanan, tanah, kompos dan lain lain. Salah satu parameter yang di uji oleh pelanggan baik mahasiswa, dosen maupun dari masyarakat adalah logam merkuri (Hg). Logam tersebut merupakan salah satu logam yang sangat berbahaya dan beracun sehingga sangat membahayakan kesehatan. Metoda uji logam Merkuri dilakukan dengan menggunakan instrument ICPE 9000 dengan larutan standar Merkuri (Hg). Larutan standar tersebut belum CRM sehingga perlu dilakukan validasi standar. Validasi standar digunakan untuk membuktikan bahwa larutan standar yang digunakan dalam metoda uji memenuhi persyaratan sehingga diperoleh data yang akurat dan dapat dipercaya. Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah validasi metode yang dibagi menjadi 5 validasi metode yaitu uji presisi, uji akurasi, uji LOD, LOQ, dan uji linearitas. Hasil yang diperoleh pada penelitian ini adalah nilai  $r$  sebesar 0,9969, nilai LOD dan LOQ sebesar 0,1 mg/L dan 0,3 mg/L, dan sudah terkonfirmasi, hasil uji akurasi sudah masuk dalam rentang yang ditetapkan yakni 90 - 110%, hasil analisis uji presisi memiliki nilai % RSD < 2/3 CV Horwitz. Hasil yang diperoleh sudah memenuhi persyaratan sehingga standar merkuri dengan  $HgSO_4$  sudah valid sebagai standar Hg sehingga dapat digunakan dalam metode uji.

**Kata kunci:** larutan standar Merkuri, validasi metode, ICPE 9000

**ABSTRACT:** The UPT. Analytical Laboratory of Udayana University is located in Bukit Jimbaran Campus the Laboratory work follows the three responsibilities of Higher Education in Indonesia, namely teaching, research and social services. The laboratory serves academic staff, students of Udayana University and clients outside Udayana University in the area of chemical and physical analysis, research and training. The Laboratory also serves the society through providing analysis of waters, waste water, food products, soil, compost, and others. One parameter that often tested in this laboratory by academic staffs, students and other clients is Mercury (Hg). ICPE 9000 (Inductively Coupled Plasma Emission) Spectroscopy is used in the determining mercury in this laboratory. To calibrate the instrument, certified standard solutions are usually used but because CRM is difficult to find then standard solution is made in the laboratory using  $HgSO_4$  Pro Analysis grade. Validation methods in this study consisted of 6 tests namely precision, accuracy, LOD, LOQ and Linearty tests. The results of the five tests were:  $r$  value was 0,9969; the value of LOD and LOQ were 0,10 mg/L and 0,30 mg/L respectively and they were already confirmed: result of accuracy was in the range of 90-100 %. Result of precision test was % RSD < 2/3 CV Hortwitz. From the above results it could be concluded that the standard solutions of Hg made from  $HgSO_4$  were valid and could be used for Hg analysis with a reliable result. From the above results it can be concluded that the

standard solutions made in the laboratory using  $\text{HgSO}_4$  was valid to use in determination of mercury (Hg) and a reliable result was obtained

**Keywords:** Mercury standard solution, validation of ICPE 9000

## 1 PENDAHULUAN

UPT. Laboratorium Analitik merupakan laboratorium yang berada di bawah rektor berfungsi untuk menunjang kegiatan tri dharma perguruan tinggi yaitu dibidang pendidikan. Kegiatan yang dilakukan termasuk praktikum kepada mahasiswa yang memerlukan praktikum kimia lingkungan dan kimia analitik. Pada bidang Penelitian dengan membantu analisis/uji sampel dalam rangka penelitian baik mahasiswa maupun dosen yang sedang penelitian di Laboratorium Analitik sedangkan dibidang pengabdian kepada masyarakat kegiatan yang dilakukan melayani pengujian kimia bahan/sampel dari masyarakat yang memerlukan pengujian seperti makanan, air minum, air baku, limbah dan lain-lain. Untuk dapat memuaskan pelanggan dan menghasilkan data uji/analisis yang akurat dan dapat dipercaya serta dapat dipertanggung jawabkan harus didukung oleh sumber daya manusia yang kompeten, alat laboratorium yang sesuai dan zat kimia/reagen kimia yang memenuhi standard untuk pengujian serta metoda uji yang sesuai Standar Nasional Indonesia (SNI). Sesuai dengan ketentuan dari akreditasi laboratorium yaitu SNI ISO/IEC 17025:2017, Dalam penggunaan metoda uji, reagen/ zat kimia yang digunakan harus sudah sertifikat/CRM, kalau belum harus divalidasi dahulu sebelum digunakan untuk mendapatkan data hasil uji yang akurat.

Dalam melayani stakeholder, UPT. laboratorium Analitik melakukan pengujian/analisis kandungan logam-logam berat yang terdapat dalam bahan itu sendiri salah satunya logam berat yang dianalisis adalah logam merkuri (Hg).

Pengujian /analisis logam Merkuri (Hg) di UPT.Lab. Analitik dilakukan dengan menggunakan instrument *Inducted*

*Coupled Plasma Emission* (ICPE) 9000 dengan larutan standar Merkuri (Hg). Larutan standar Merkuri(Hg) yang digunakan di UPT Laboratorium Analitik Universitas Udayana belum baku karena belum CRM, sehingga perlu dilakukan validasi larutan standar terlebih dahulu. Validasi larutan standar digunakan untuk membuktikan bahwa larutan standar yang digunakan dalam suatu penelitian memenuhi persyaratan sehingga dapat dinyatakan bahwa data yang diperoleh selama penelitian merupakan hasil yang baik dan dapat dipercaya (Harmita, 2004). Hal ini sesuai dengan sistem manajemen mutu Standar Indonesia (SNI-17025:2017) mengharuskan laboratorium pengujian dalam menganalisis bahan menggunakan metode pengukuran yang valid. Berdasarkan uraian di atas, maka pada penelitian ini akan dilakukan validasi larutan standar Merkuri menggunakan ICPE 9000 yang ada di UPT Laboratorium Analitik Universitas Udayana.

## 2 PERCOBAAN

### 2.1 Bahan dan Peralatan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah neraca analitik, gelas beker, labu ukur, pipet volume, pipet tetes, *ball filler*, spatula, batang pengaduk, botol, tabung sampel, alat instrumen yakni ICPE-9000 *Shimadzu*. Bahan kimia yang diperlukan untuk penelitian ini adalah  $\text{HgSO}_4$  dan akuades.

### 2.2 Metode

#### Pembuatan Larutan Induk Hg 1000 mg/L

Sebanyak 0,0015 gram serbuk  $\text{HgSO}_4$  ditimbang dengan teliti dan dilarutkan dengan akuades dalam labu ukur 1000 mL.

#### Pembuatan Larutan Standar Hg

Larutan induk Hg 1000 mg/L diencerkan menjadi konsentrasi 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,6; 0,8 dan 1,0 mg/L. Pembuatan larutan standar menjadi konsentrasi yang rendah harus secara bertahap. Larutan induk harus diencerkan terlebih dahulu menjadi 100 mg/L, kemudian 10 mg/L, lalu 1,0 mg/L, dan diencerkan menjadi konsentrasi 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,6 dan 0,8 mg/L. Larutan standar dibuat sebanyak 12 kali untuk tiap konsentrasi.

### Pengujian Larutan Standar Hg

Intensitas larutan standar dibaca dengan ICPE 9000. Persamaan regresi linier masing-masing standar selanjutnya ditentukan dan data yang diperoleh digunakan untuk menentukan uji validasi metode.

### Analisis Data

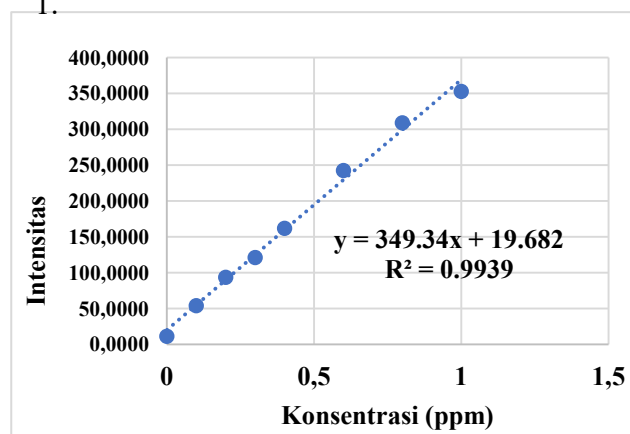
Data yang diperoleh diolah melalui proses seleksi data dan data akhir digunakan untuk menghitung presisi, akurasi, LOD, LOQ, dan linieritas.

## 3 HASIL DAN PEMBAHASAN

### Uji Linieritas

Linieritas adalah kemampuan metode analisis yang memberikan respon secara langsung atau dengan bantuan transformasi matematik yang baik, proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel [3]. Penentuan linieritas ditentukan untuk mengetahui kemampuan suatu metode analisis dalam memperoleh hasil yang sesuai terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Linieritas pengukuran diperoleh dengan mengukur intensitas larutan standar Hg dengan variasi 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,6; 0,8 dan 1,0 mg/L menggunakan ICPE. Tujuan dilakukan pengukuran ini adalah untuk memperoleh persamaan garis regresi dari kurva kalibrasi yang dibuat. Uji linieritas dinyatakan sebagai koefisien korelasi ( $r$ ) [3]. Hasil pengukuran larutan standar pada uji linieritas dinyatakan dalam bentuk kurva kalibrasi. Kurva kalibrasi ini diperoleh dari data akhir setelah proses

seleksi data, dan dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Kurva kalibrasi larutan standar Hg

Berdasarkan Gambar 1. dapat diketahui persamaan regresi yang diperoleh adalah  $y = 349,34x + 19.682$  dengan nilai regresi  $R^2 = 0,9939$  dan  $r = 0,9969$ . Persyaratan nilai koefisien korelasi ( $r$ ) yakni harus lebih besar dari 0,995. Nilai  $r$  yang diperoleh sebesar 0,9969 yang menyatakan bahwa hasil data linieritas dinyatakan valid dan terdapat korelasi antara konsentrasi dan intensitas.

### Uji LOD dan LOQ

Batas deteksi (*Limit of Detection*, LOD) adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi yang masih memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blanko. Batas kuantitasi (*Limit of Quantitation*, LOQ) merupakan parameter pada analisis renik dan diartikan sebagai kuantitas terkecil analit dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama [3]. Batas deteksi dan kuantitasi dapat dihitung secara statistik melalui garis regresi linier dari kurva kalibrasi. Nilai pengukuran akan sama dengan nilai  $b$  pada persamaan garis linier  $y = bx + a$ , sedangkan simpangan baku blanko sama dengan simpangan baku residual ( $Sy/x$ ) [3]. Adapun hasil pengukuran LOD dan LOQ dapat dilihat pada Tabel 1. Berdasarkan Tabel 1. diperoleh nilai LOD sebesar 0,1 mg/L dan LOQ sebesar

Tabel 1. Penentuan LOD dan LOQ

Deret Standar	Standar (mg/L)	Rata-rata Intensitas terbaca (Yi)	Intensitas terhitung dari persamaan regresi (Yc)	(Yi-Yc) <sup>2</sup>
1	0	11,1418	19,6820	72,9348
2	0,1	53,8073	54,6160	0,6541
3	0,2	93,4305	89,5500	15,0584
4	0,3	120,9882	124,4840	12,2208
5	0,4	161,7665	159,4180	5,5156
6	0,6	242,4059	229,2860	172,1324
7	0,8	308,9230	299,1540	95,4338
8	1	352,7500	369,0220	264,7788
Jumlah				638,7288
Sy/x				10,3177
LOD				0,1
LOQ				0,3

0,3 mg/L. Nilai ini menunjukkan jumlah analit yang masih dapat terukur oleh ICPE. Konsentrasi Hg dalam analit dapat dipercaya sebagai sinyal alat terhadap analit apabila konsentrasinya lebih besar dari limit deteksi yaitu 0,1 mg/L. Apabila konsentrasi analit kurang dari 0,1 mg/L atau dapat dikatakan dibawah nilai LOD, maka sinyal yang ditangkap oleh alat adalah sepenuhnya noise, sehingga sinyal yang diperoleh tidak dapat dipercaya. Sementara itu, nilai limit kuantitasi diperoleh sebesar 0,3 mg/L yang menunjukkan konsentrasi analit terendah yang terkuantitasi, dimana nilai dari limit kuantitasi menentukan batas rentang kerja yang harus dicapai dalam suatu pengukuran.

LOD dan LOQ yang diperoleh selanjutnya dievaluasi dengan membuat larutan standar Hg konsentrasi 0,1 dan 0,3 masing-masing sebanyak 7 kali dan dibaca pada alat. Larutan standar Hg konsentrasi 0,1 mg/L diperoleh data 0,118; 0,123; 0,0756; 0,0680; 0,0878; 0,0647; 0,0639 mg/L dan untuk konsentrasi 0,3 mg/L diperoleh data 0,329; 0,169; 0,174; 0,170; 0,168; 0,181; 0,164 mg/L. Dengan tidak ada hasil yang tak terbaca, maka LOD dan LOQ teoritis terkonfirmasi valid dan dapat diterima.

### Uji Akurasi

Kecermatan (Akurasi) adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Kecermatan dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (recovery) analit yang ditambahkan [3]. Nilai % Recovery dapat dilihat pada Tabel 2. Hasil akurasi dinyatakan baik apabila diperoleh nilai dengan rentang 90 - 110%. Pada penelitian ini hasil uji akurasi sudah masuk dalam rentang yang ditetapkan, sehingga data dapat dinyatakan akurat dan valid.

### Uji Presisi

Presisi adalah ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual, diukur melalui penyebaran hasil individual dari rata-rata jika prosedur diterapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogen [3]. Presisi diukur sebagai simpangan baku atau simpangan baku relatif (koefisien variansi). Presisi dapat dikatakan pula ukuran kedekatan hasil analisis yang diperoleh dari serangkaian pengukuran ulang dari ukuran yang sama. Hal ini dapat digunakan untuk mencerminkan kesalahan acak yang terjadi dalam suatu metode. Kesalahan acak yang

Tabel 2. Uji Akurasi

Konsentrasi Larutan Standar (mg/L)	0,1	0,2	0,3	0,4	0,6	0,8	1,0
% Recovery	97,68	105,55	96,66	101,68	106,26	103,50	95,34

Tabel 3. Uji Presisi

Konsentrasi Larutan Standar (mg/L)	0,1	0,2	0,3	0,4	0,6	0,8	1,0
% RSD	1,11	1,42	0,99	1,79	3,34	0,73	0,91
2/3 CV Horwitz	15,14	13,48	12,85	12,21	11,41	10,97	10,74

dilakukan dalam laboratorium sangat susah untuk dihindari, hal ini dikarenakan banyak berhubungan dengan instrument ukur, peralatan contoh yang diukur, prosedur, dan lingkungan sekitar. % RSD yang diperoleh pada penelitian ini dapat dilihat pada Tabel 3.

Uji presisi yang dianggap baik apabila % RSD yang diperoleh masuk dalam batas kriteria keberterimaan yaitu % RSD < 2/3 CV Horwitz [4]. Berdasarkan hasil analisis uji presisi pada Tabel 3 diketahui bahwa % RSD metode sudah memenuhi kriteria keberterimaan yaitu memiliki nilai % RSD < 2/3 CV Horwitz, sehingga data dapat dinyatakan presisi dan valid.

#### 4 KESIMPULAN

Kesimpulan yang dapat diambil dari penelitian ini adalah nilai r yang diperoleh sebesar 0,9969 yang menyatakan bahwa hasil data linieritas dinyatakan valid dan terdapat korelasi antara konsentrasi dan intensitas. Diperoleh nilai LOD sebesar 0,1 mg/L dan LOQ sebesar 0,3 mg/L. Sudah dilakukan evaluasi dengan tidak ada hasil yang tak terbaca, sehingga LOD dan LOQ teoritis terkonfirmasi valid dan dapat diterima. Hasil uji akurasi sudah masuk dalam rentang yang ditetapkan yakni 90 - 110%, sehingga data dapat dinyatakan akurat dan valid. Hasil analisis uji presisi diketahui bahwa % RSD metode sudah memenuhi kriteria keberterimaan yaitu memiliki nilai %RSD < 2/3 CV Horwitz,

sehingga data dapat dinyatakan presisi dan valid. Standar merkuri dengan HgSO<sub>4</sub> sudah valid sebagai standar untuk digunakan dalam metode uji, sehingga dalam pengujian diperoleh data yang akurat, dapat dipercaya dan dapat dipertanggungjawabkan.

#### 5 UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih peneliti sampaikan kepada LPPM UNUD yang telah memberikan hibah Pranata Laboratorium dari dana DIPA PNBPU Universitas Udayana TA-2020, sesuai dengan Surat Perjanjian Penugasan Pelaksanaan Penelitian Nomor : B/20-8/UN14.4.A/PT. 01.05/2020, Tanggal 10 Maret 2020.

#### 6 REFERENSI

- [1] Clarkson, T., "The Toxicology of Mercury and Its Chemical Compounds", *Critical Reviews in Toxicology*, 2006, 36: 609-662.
- [2] Budiono, A., "Pengaruh Pencemaran Merkuri terhadap Biota Air", IPB, Bogor, 2003.
- [3] Harmita, "Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya", Majalah Ilmu Kefarmasian, Jakarta, 2004.
- [4] Aradea, A., "Your Reliable Partner for Accredited Lab", PT Merck Tbk, Semarang, 2014.