

## UJI SELEKTIFITAS DAN VALIDITAS PADA KINERJA *TEST KIT* MERKURI(II)

**Bhurman Pratama Putra, Hermin Sulistyarti\*, Qonitah Fardiyah**

*Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya  
Jl. Veteran Malang 65145*

\*Alamat korespondensi, Tel : +62-341-575838, Fax : +62-341-575835  
Email: hermin@ub.ac.id

### ABSTRAK

Merkuri adalah logam berat yang sering diketahui masyarakat tentang bahayanya jika terpapar oleh manusia. Untuk mengetahui kadar merkuri, biasanya digunakan instrumentasi yang mahal. Pada penelitian ini, telah dibuat metode alternatif berupa *test kit* untuk penentuan kadar merkuri berdasarkan pembentukan kompleks merkuri dengan ditizon yang berwarna oranye. Namun *test kit* yang telah dibuat tersebut belum dilakukan uji selektifitas dan validitasnya. Uji selektifitas dilakukan dengan melihat pengaruh ion  $Ag^+$  dan  $Pb^{2+}$  terhadap kinerja *test kit* dengan rentang konsentrasi 1-10 ppm. Penambahan ion  $Ag^+$  10 ppm menurunkan absorbansi *test kit* merkuri 1-10 ppm sebesar 12,12 %, sedangkan penambahan ion  $Pb^{2+}$  dengan konsentrasi yang sama yakni 10 ppm, absorbansi *test kit* merkuri relatif konstan. Untuk memvalidasi *test kit* merkuri ini, dilakukan dengan cara menguji sampel sintesis merkuri dan membandingkannya dengan metode standar AAS (spektrofotometer serapan atom). Hasil validasi menunjukkan bahwa *test kit* merkuri memberikan akurasi 90% sedangkan metode standar AAS memberikan nilai akurasi yang tinggi, yakni sebesar 98,83%.

**Kata kunci:** Merkuri, *test kit*, ditizon, selektifitas, validitas

### ABSTRACT

Mercury and its compounds are highly toxic compounds which can cause severe health problems. An expensive instrumentation is typically used to determine the level of mercury. Simple method in the form of a test kit has been made for the determination of mercury by forming an orange complex of mercury dithizone. However, the test kit has not been tested its selectivity and validity. Selectivity test has been done by investigating the effect of  $Ag^+$  and  $Pb^{2+}$  ions to the performance of test kit under concentration range of 1-10 ppm. The addition of 10 ppm  $Ag^+$  ion to 1-10 ppm mercury decreased the absorbance of mercury dithizone complex by 12,12%, whereas the addition of  $Pb^{2+}$  ion under the same concentration in order 10 ppm, showed relatively constant absorbance. To validate the mercury test kit, synthetic sample of mercury was analyzed using the test kit and the results were compared with those obtained by standard methods of AAS (atomic absorption spectroscopy). Validation results showed that the mercury test kit gave 90% accuracy while the standard methods AAS showed high accuracy of 98,83%.

**Key words:** Mercury, test kits, dithizone, selectivity, validity

### PENDAHULUAN

Merkuri (Hg), merupakan satu-satunya logam yang berwujud cair pada suhu ruang baik logam maupun metil merkuri ( $CH_3Hg^+$ ). Pencemaran logam Hg cenderung meningkat seiring dengan meningkatnya proses industrialisasi modern maupun tradisional. Sejak merkuri diketahui memiliki manfaat yang besar untuk ekstraksi emas (amalgamsi) banyak penambang emas tradisional yang menggunakan merkuri sebagai pelebur butir emas. Para

penambang tidak menggunakan alat perlindungan diri, hanya menggunakan tangan yang langsung terpapar dengan kulit mereka [1].

Data Badan Pengelolaan dan Pelestarian Lingkungan Hidup tahun 2002, melaporkan bahwa setiap tahun diperkirakan 10 ton Hg sisa penambangan emas tradisional dibuang ke sungai. Provinsi Kalimantan Tengah terdapat 65.000 penambang emas tradisional yang menggunakan merkuri sebagai pelebur butir emas dan sekitar 25.000 penambang emas bekerja di 11 aliran sungai besar yang menyebabkan limbah langsung mencemari sungai. Masalah pencemaran merkuri di Indonesia seperti contoh tersebut semakin meningkat, karena limbah dari kegiatan tambang tradisional yang tidak diolah terus menerus mengalir ke sungai-sungai besar [2,3].

Para penambang pada umumnya tercemar merkuri melalui kontak langsung dengan kulit, menghirup uap merkuri, dan memakan ikan yang telah tercemar merkuri [4]. Untuk mengetahui konsentrasi merkuri dari limbah penambangan emas ini, diperlukan analisis yang melibatkan cara kimia yang cukup rumit dan instrumentasi yang mahal. Analisis konsentrasi merkuri yang umum yakni dengan metode AAS (*atomic absorption spectroscopy*) yang memerlukan biaya yang mahal. Oleh karena itu dibutuhkan alat analisis yang praktis, mudah dan murah untuk memudahkan masyarakat mengetahui konsentrasi merkuri yaitu dengan menggunakan *test kit*.

Danwittayakul [5] melaporkan metode sederhana untuk penentuan ion merkuri dengan cara menyaring sampel merkuri dengan penyaring membran ester selulose yang dilapisi dengan ditizon, dan warna yang terbentuk dideteksi secara kolorimetri. Metode ini bisa mendeteksi ion merkuri sampai 0,057 ppb. Kemudahan dan sensitifitas metode ini digunakan sebagai dasar pembuatan *test kit* merkuri dalam penelitian ini. *Test Kit* di Indonesia saat ini masih impor dari negara lain. Hal inilah yang menjadi sorotan peneliti untuk memudahkan menciptakan alat analisis merkuri. Pada penelitian ini, *test kit* merkuri didasarkan pada pembentukan kompleks Hg(II)-ditizonat, karena ditizon mudah bereaksi dengan merkuri(II) membentuk senyawa kompleks oranye yang stabil dalam kondisi asam [6].

Pada penelitian tentang *test kit* merkuri(II) sebelumnya [7], telah dilakukan optimasi terhadap berbagai parameter kimia, namun penelitian tersebut belum dilakukan pengaruh ion asing yang dapat mempengaruhi kinerja *test kit* merkuri(II) dan validitas *test kit* merkuri(II) terhadap sampel merkuri pada penambangan emas rakyat di lapangan. Banyak logam lain yang biasanya bersamaan dengan limbah penambangan emas tersebut, seperti perak dan

timbang. Logam ini biasanya berbentuk ion yang akan berikatan dengan ditizon dan yang dapat mengganggu pengukuran kompleks Hg(II)-DTZ. Maka pada penelitian ini akan dilakukan uji selektifitas terhadap ion  $\text{Ag}^+$  dan  $\text{Pb}^{2+}$  dan juga uji validitas *test kit* merkuri(II) terhadap sampel merkuri sintetis dengan membandingkannya dengan hasil yang diperoleh dari metode standar SSA.

## **METODA PENELITIAN**

### **Bahan dan Alat**

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini antara lain  $\text{HgCl}_2$  (*Merck*), ditizon (*Merck*), ammonium hidroksida (*Merck*), larutan asam klorida 38% (*Merck*), larutan asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) 65% (*Merck*), larutan asam sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) 95-97% (*Merck*), kalium persulfat ( $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ ) (*Merck*),  $\text{SnCl}_2$  (*Merck*), klorofom ( $\text{CHCl}_3$ ) (*Merck*), dan akuadem. Sedangkan alat-alat yang digunakan adalah neraca analitik *Ohaus Precision Advanced*, Spektrofotometer UV-Vis *Shimadzu 1601*, Spectronic 20 dan spektrofotometer serapan atom *Shimadzu AA 6200*.

### **Prosedur**

#### **Uji selektifitas ion $\text{Ag}^+$ dan $\text{Pb}^{2+}$ terhadap kinerja *test kit***

Uji selektifitas ion  $\text{Ag}^+$  terhadap kinerja *test kit* dilakukan dengan cara memasukkan 1,6 mL larutan merkuri 1 ppm ke dalam tabung reaksi, ditambahkan 1,6 mL larutan perak 10 ppm, kemudian ditambahkan 16 mL asam nitrat 2 M dan ditambahkan 8 mL larutan ditizon konsentrasi optimum yaitu 0,003%, direaksikan didalam *beaker glass* dengan dikocok selama 8 menit. Fasa organik yang terbentuk (warna oranye) dipipet dan selanjutnya dilakukan pengukuran absorbansi menggunakan Spectronic 20 dengan panjang gelombang maksimum yaitu 493,5 nm. Pada uji selektifitas ion  $\text{Pb}^{2+}$  dilakukan dengan cara yang sama seperti uji selektifitas ion  $\text{Ag}^+$ .

#### **Pembuatan komparator warna *test kit***

Pembuatan komparator warna *test kit* merkuri(II) dilakukan dengan cara memasukkan 0,4 mL larutan merkuri konsentrasi 1-10 ppm ke dalam tabung reaksi ditambahkan 2 mL asam nitrat 2 M kemudian ditambahkan 1 mL larutan ditizon konsentrasi optimum yaitu 0,003% dan dikocok untuk mempercepat reaksi. Warna kompleks Hg(II)-DTZ setiap konsentrasi yang diperoleh segera difoto dan hasil foto di-*crop* untuk dibentuk komparator

warna dari konsentrasi rendah ke tinggi. Warna yang dihasilkan dari komparator ini digunakan untuk menentukan konsentrasi Hg pada sampel sintetis.

### **Uji validasi *test kit* merkuri(II)**

Untuk mengetahui akurasi dari metode yang dibuat, maka dilakukan uji validasi *test kit* merkuri(II). Uji validasi *test kit* dilakukan dengan cara mengaplikasikan *test kit* yang dibuat untuk mendeteksi konsentrasi merkuri dalam sampel merkuri sintetis. Sampel merkuri sintetis yang digunakan mempunyai konsentrasi 5 ppm. Hasil yang diperoleh kemudian dibandingkan dengan hasil pengukuran metode standar spektrofotometri serapan atom (SSA).

### **Penentuan sampel sintetis merkuri dengan metode standar SSA**

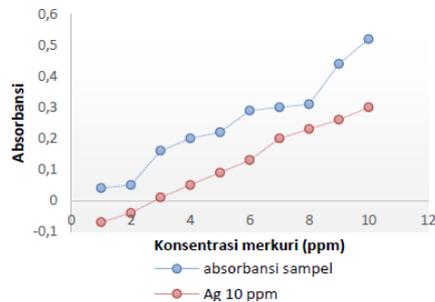
Pembuatan kurva kalibrasi metode standar SSA dilakukan dengan cara memasukkan larutan standar Hg dengan berbagai konsentrasi yaitu 0, 2, 4, 6 dan 8 ppm ke dalam erlenmeyer lalu ditambahkan 2,5 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat dan 1,25 mL HNO<sub>3</sub> pekat ke dalam masing-masing erlenmeyer. Kemudian menambahkan 4 mL larutan K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> ke dalam masing-masing erlenmeyer dan dipanaskan diatas penangas air 95°C selama 1 jam dan didinginkan. Kemudian masing-masing erlenmeyer ditambahkan 2,5 mL larutan SnCl<sub>2</sub> dan dibaca nilai absorbansi pada panjang gelombang maksimum 253,7 nm. Untuk pengukuran sampel merkuri sintetis (5 ppm) dilakukan dengan cara yang sama dengan prosedur pada pembuatan kurva kalibrasi.

## **HASIL DAN PEMBAHASAN**

### **Uji selektifitas ion Ag<sup>+</sup> terhadap kinerja *test kit***

Uji selektifitas ion Ag<sup>+</sup> terhadap kinerja *test kit* dilakukan dengan melihat pengaruh absorbansi Hg(II)-DTZ dengan adanya ion Ag<sup>+</sup>. Hasil pengukuran ditunjukkan pada Gambar 1. Ion Ag<sup>+</sup> sangat mengganggu pada kinerja *test kit* merkuri dengan presentase penurunan absorbansi sebesar 12,12 %. pada setiap konsentrasi merkuri (1-10 ppm). Absorbansi kompleks Hg(II)-DTZ dengan konsentrasi merkuri 10 ppm memiliki absorbansi sebesar 0,52, setelah ditambahkan ion pengganggu Ag<sup>+</sup> 10 ppm, absorbansi larutan menurun menjadi 0,3. Hal ini disebabkan oleh persaingan antara atom pusat Hg(II) dan Ag(I) untuk membentuk senyawa kompleks dengan ligan ditizon yang berwarna oranye. Hal ini dimungkinkan konstanta kestabilan kompleks (Kst) Ag(I)-DTZ cukup besar dibandingkan Kst Hg(II)-DTZ sehingga dapat mengganggu pembentukan kompleks merkuri dengan ditizon. Dengan

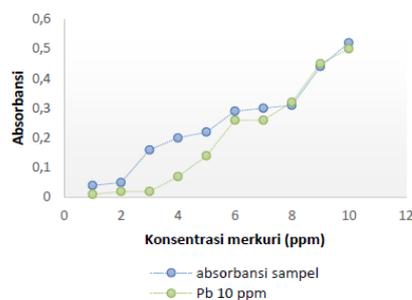
konsentrasi ion asing sama, kinerja *test kit* terganggu dengan menurunnya intensitas warna dan absorbansi larutan.



Gambar 1. Absorbansi Kompleks Hg(II)-DTZ dengan adanya ion pengganggu Ag<sup>+</sup>

### Uji selektifitas ion Pb<sup>2+</sup> terhadap kinerja *test kit*

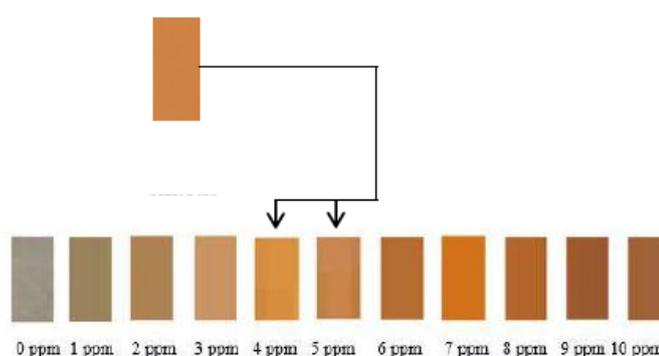
Uji selektifitas ion Pb<sup>2+</sup> terhadap kinerja *test kit* dilakukan dengan melihat pengaruh absorbansi Hg(II)-DTZ dengan adanya ion Pb<sup>2+</sup>. Hasil pengukuran ditunjukkan pada Gambar 2. Ion Pb<sup>2+</sup> sedikit mengganggu dan relatif konstan pada kinerja *test kit* merkuri dengan presentase penurunan absorbansi sebesar 5,18% pada setiap konsentrasi merkuri (1-10 ppm). Absorbansi kompleks Hg(II)-DTZ dengan konsentrasi merkuri 10 ppm memiliki absorbansi sebesar 0,52, setelah ditambahkan ion pengganggu Pb<sup>2+</sup> dari larutan PbNO<sub>3</sub> 10 ppm, absorbansi larutan tidak jauh beda yakni 0,5. Jika ditinjau dari konstanta kestabilan kompleks, kompleks Hg(II)-DTZ mempunyai harga konstanta kesetimbangan kompleks yang lebih besar sebesar  $(5,5 \pm 1,1) \cdot 10^6$  daripada konstanta kesetimbangan kompleks Pb(II)-DTZ sebesar  $(4,0 \pm 0,3) \cdot 10^5$  [8]. Oleh sebab itu pada konsentrasi sama yakni 10 ppm, kompleks Hg(II)-DTZ tidak terganggu dengan adanya ion Pb<sup>2+</sup>.



Gambar 2. Absorbansi kompleks Hg(II)-DTZ dengan adanya ion pengganggu Pb<sup>2+</sup>

## Uji validitas test kit merkuri(II)

Uji validitas *test kit* merkuri menggunakan sampel merkuri sintetis dan membandingkan hasil yang diperoleh dengan metode standar SSA. Komparator warna test kit merkuri(II) 1-10 ppm ditunjukkan pada Gambar 3. Warna yang dihasilkan dari sampel merkuri sintetis ternyata memiliki warna yang sama dengan komparator warna *test kit* merkuri(II) pada rentang konsentrasi 4-5 ppm sehingga kadar merkuri dalam sampel disimpulkan sekitar 4,5 ppm. Sampel merkuri sintetis yang digunakan mempunyai konsentrasi 5 ppm, maka akurasi dari metode *test kit* adalah sebesar 90 % (Tabel 1).



Gambar 3. Warna sampel merkuri sintetis pada komparator warna *test kit*

Kurva kalibrasi Hg dari metode SSA yang memiliki persamaan linier  $y=0,00057x + 0,00168$ , kemudian untuk sampel yang memberikan absorbansi 0,0045 akan setara dengan konsentrasi Hg sebesar 4,94 ppm dan akurasi metode standar SSA adalah sebesar 98,83% (Tabel 1).

Tabel 1. Hasil yang ditunjukkan dari kedua metode yang digunakan

Sampel Hg Sintetis (ppm)	Metode	
	Test Kit Merkuri(II) (ppm)	Standar SSA Hg (ppm)
5	4,5±0,00	4,94±0,08
Akurasi (%)	90 %	98,83 %

## KESIMPULAN

Dari hasil penelitian uji selektifitas dan validitas *test kit* merkuri(II) dapat disimpulkan bahwa ion  $Ag^+$  10 ppm sangat berpengaruh terhadap kinerja *test kit* merkuri(II) dengan

penurunan absorbansi sebesar 12,12 % sedangkan ion  $Pb^{2+}$  pada konsentrasi yang sama, absorbansi *test kit* merkuri(II) relatif konstan dengan penurunan 5,18 % dengan rentang konsentrasi merkuri 1-10 ppm. Uji validitas menunjukkan bahwa pada penentuan kadar sampel Hg sintetis metode *test kit* merkuri(II) mempunyai akurasi yang cukup tinggi, yaitu sebesar 90%.

## DAFTAR PUSTAKA

1. Lestaris, T, 2010, Faktor-Faktor yang Berhubungan dengan Keracunan Merkuri (Hg) pada Penambang Emas Tanpa Ijin (Peti) Di Kecamatan Kurun, Kabupaten Gunung Mas, Kalimantan Tengah, Universitas Diponegoro, Semarang.
2. Bapedalda Provinsi Kalimantan Tengah dan PPLH Universitas Palangka Raya, 2001, Inventarisasi/Pendataan Usaha Pemerintah, Swasta dan Masyarakat yang Dapat Mengubah Fungsi Lingkungan di Sepanjang DAS Kahayan, Palangkaraya.
3. Bapedalda Kalimantan Tengah dan PPLH Universitas Palangka Raya, 2001, Inventarisasi/Pendataan Pemanfaatan Air Raksa (Merkuri) oleh Penambang Emas Tradisional dan Pembeli Emas di Sepanjang DAS Kahayan, Palangkaraya.
4. Halida, L.S, 2002, Toksisitas Merkuri dan Penanganannya, USU digitalized Library, Medan.
5. Danwittayakul, S., Takahasi Y., Suzuki T., Tanhabunsombut A, 2008, Simple Detection of Mercury Ion Using Dithizon nanoloaded membrane, J. Metals, Minerals, and Materials, Vol. 18, No.2, 37-40.
6. Rajesh, N., and Gurulakshmanan, G., 2007, Solid Phase Extraction and Spectrophotometric Determination of Mercury by Adsorption of Its Diphenylthiocarbazone Complex On An Alumina Column, ScienceDirect, 69, Pages 391–395, Department of Chemistry, Birla Institute of Technology and Science, India.
7. Indriana, S.A, Pengaruh Konsentrasi Asam Nitrat dan Diameter Kertas untuk *Spot* Reaksi pada *Test Kit* Merkuri (II), Universitas Brawijaya, Malang.
8. Balt, S. and Van Dalen, E. , 1963, The Reactions of Diphenylcarbazide and Diphenylcarbazone With Cations : Part V. Extraction Dissociation Constants of The Carbazone Complexes, Free University, Amsterdam, 439.