

## Validasi Metode Pengujian Merkuri pada Ikan Tuna Menggunakan *Mercury Analyzer Type MA-3 Solo dan DMA-80*

### *Mercury Test Method Validation in Tuna Using Mercury Analyzer Type MA-3 Solo And DMA-80*

La Ode Sumarlin<sup>1</sup>, Rita Mukhtar<sup>2\*</sup>, Ericka Putri Wijaya<sup>1</sup>, Andriantoro<sup>2</sup>, Yunesfi Syofyan<sup>2</sup>, dan  
M. Iqbal Suryatama<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, UIN Syarif Hidayatullah Jakarta, Banten, 15412

<sup>2</sup>Pusat Standardisasi Instrumen Kualitas Lingkungan Hidup - Kementerian Lingkungan Hidup dan Kehutanan,  
Serpong, Tangerang Selatan

E-mail\*: ritamukhtar71@gmail.com

Diterima 22 Maret 2023, direvisi 16 Mei 2023, disetujui 19 Mei 2023

#### ABSTRAK

**Validasi metode pengujian total merkuri pada ikan menggunakan *Mercury Analyzer Type MA-3 Solo dan DMA-80*.** Perkembangan industri dapat membantu manusia dalam melaksanakan kegiatannya, namun memberikan dampak yang tidak baik pula bagi manusia dan lingkungan sekitarnya. Salah satu dampaknya ialah pembuangan limbah industri yang mengandung logam merkuri yang bersifat toksik. Merkuri dalam air dengan konsentrasi yang tidak terkontrol akan mempengaruhi makhluk hidup di dalam air, termasuk ikan. Penelitian ini bertujuan untuk memvalidasi pengukuran merkuri pada ikan tuna dengan menggunakan *Hg Analyzer type MA-3 Solo* dan *type DMA-80*, dengan metode acuan menggunakan US EPA (*United States Environmental Protection Agency*) *Method 7473* tahun 2017, *Manual book Hg Analyzer type MA-3 Solo* dan *type DMA-80*. Prinsip metode USEPA ini adalah proses detruksi, dekomposisi dan kondensasi otomatis, kemudian diukur absorbansinya dengan menggunakan panjang gelombang 253,7 nm. Validasi metode meliputi parameter MDL (*Method Detection Limit*), LoQ (*Limit of Quantification*), akurasi, dan presisi sesuai ISO/IEC17025. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa alat *Hg Analyzer type MA-3 Solo* mampu mengukur konsentrasi merkuri pada ikan tuna sebesar 0,0210 µg/g dan memenuhi syarat parameter validasi meliputi MDL 0,002 µg/g, LoQ 0,008 µg/g, akurasi 105,1%, presisi 3,95 µg/g ≤ 19,58 µg/g, dan pada *type DMA-80* mampu mengukur konsentrasi merkuri pada ikan sebesar 0,0160 µg/g dan memenuhi syarat parameter validasi meliputi MDL 0,004 µg/g, LoQ 0,011 µg/g, akurasi 93,8%, presisi 6,56 µg/g ≤ 19,76 µg/g. Secara keseluruhan, alat *Hg Analyzer type MA-3 Solo* dan *type DMA-80* dapat diusulkan untuk menjadi alat yang valid dan sangat praktis untuk analisis merkuri di laboratorium secara rutin.

**Kata kunci:** DMA-80, ikan tuna, MA-3 Solo, Total Merkuri (Hg), validasi

#### ABSTRACT

***Mercury Test Method Validation in Tuna Using Mercury Analyzer Type MA-3 Solo And DMA-80.*** Industrial development can help humans in carrying out their activities, however, it also has an impact that is not good for humans and the surrounding environment. One of the impacts is the disposal of industrial waste containing toxic metal mercury. Mercury in water with uncontrolled concentrations will affect living things in the water, including fish. This study aims to determine the ability of valid tools and methods to confirm the method of analyzing Hg content in fish using the *Hg Analyzer type MA-3 Solo* and *DMA-80*, with reference to US EPA (*United States Environmental Protection Agency*) *Method 7473* of 2017, *Manual book Hg Analyzer Type MA-3 Solo and DMA-8*. The principle of the USEPA method

is an automatic process of destruction, decomposition and condensation and then the absorbance was measured using a wavelength of 253.7 nm. Method validation has parameters including MDL (Method Detection Limit), LoQ (Limit of Quantification), accuracy, and precision according to ISO/IEC 17025. The results of this study indicate that the Hg Analyzer type MA-3 Solo is capable of measuring mercury concentrations in tuna of 0.0210  $\mu\text{g/g}$  and met the validation parameter requirements including MDL 0.002  $\mu\text{g/g}$ , LoQ 0.008  $\mu\text{g/g}$ , accuracy 105.1%, precision 3.95  $\mu\text{g/g} \leq 19.58 \mu\text{g/g}$ , and that of DMA-80 capable of measuring mercury concentrations in tuna of 0.0160  $\mu\text{g/g}$  and fulfilling the validation parameter requirements including MDL 0.004  $\mu\text{g/g}$ , LoQ 0.011  $\mu\text{g/g}$ , accuracy 93.8%, precision 6.56  $\mu\text{g/g} \leq 19.76 \mu\text{g/g}$ . Overall, the Hg Analyzer Type MA-3 Solo and DMA-80 can be proposed as valid and practical tool in measuring mercury in laboratory work.

**Keywords:** DMA-80, tuna, MA-3 Solo, Mercury (Hg), validation

## 1. Pendahuluan

Merkuri umumnya dikenal sebagai polutan atmosfer yang persisten dan logam berat bio-akumulatif. Menurut WHO, merkuri dianggap sebagai salah satu dari sepuluh bahan kimia yang harus diperhatikan dan batas merkuri yang diperbolehkan adalah 0,002 mg/L (Pavithra et al., 2023). Merkuri di dalam air dengan konsentrasi yang tidak terkendali akan mempengaruhi makhluk hidup yang berada di dalam air, termasuk Ikan. Ikan adalah hewan air yang banyak dimanfaatkan oleh manusia (Lissimia et al., 2021). Peningkatan konsentrasi logam berat di dalam tubuh makhluk hidup sangat berbahaya disebabkan oleh sistem biokumulasi (Nuraini et al., 2015).

Keberadaan logam merkuri (Hg) mungkin dapat ditemukan dalam lingkungan perairan. Salah satu kawasan perairan yang diperkirakan terpapar pencemar logam merkuri (Hg) adalah Perairan Muara Angke, Jakarta Utara. Pada wilayah tersebut terdapat industri yang menggunakan bahan-bahan yang mengandung logam berat seperti industri pembuatan barang dari logam. Disisi lain, perairan tersebut juga dijadikan sebagai salah satu daerah penangkapan ikan yang cukup intensif (Robin, 2019). Jika logam berbahaya terakumulasi dalam tubuh ikan, maka masalah kesehatan akan menjadi isu utama, sehingga banyak lembaga yang melakukan kajian konsentrasi maksimum

merkuri yang masih dapat ditolerir oleh tubuh manusia (Kaur & Uniyal, 2017). Dengan demikian upaya menemukan metode yang valid untuk mengukur logam merkuri (Hg) sangat penting dilakukan.

Pada penelitian ini digunakan 2 (dua) metode pengujian yaitu MA-3 Solo dan DMA-80 yang biasa digunakan oleh Pusat Standarisasi Instrumen Kualitas Lingkungan Hidup (PSIKLH) untuk pengujian merkuri. Penggunaan kedua alat ini didasari dengan proses *thermal decomposition* yaitu proses perubahan senyawa kimia kompleks menjadi senyawa kimia yang lebih sederhana disebabkan adanya panas (Rasyada et al., 2019). Alat ini memiliki keunggulan dan penggunaannya dapat digunakan pada berbagai matriks (tanah, tumbuhan, cairan, dan biota) dan proses pengukurannya lebih sederhana dibandingkan alat pengukur merkuri lainnya seperti AAS (*Atomic Absorption Spectrofotometry*) yang membutuhkan beberapa proses sebelum pengukuran seperti isolasi dan destruksi (Anggraini et al., 2018). Dengan demikian, dari kegiatan ini diharapkan akan mendapatkan hasil data yang valid untuk pengujian merkuri pada contoh uji ikan tuna.

Mengingat penting dan kemanfaatan yang besar dengan beberapa keunggulan tersebut, maka proses validasi kedua alat tersebut perlu dilakukan. Proses validasi ini akan meningkatkan kepercayaan pengguna

terhadap validitas yang tinggi terhadap data yang dihasilkan khususnya untuk merkuri (Hg).

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini berupa ikan Tuna dari Pasar Ikan Muara Angke dengan asumsi bahwa sampel tersebut berasal dari hasil penangkapan di Perairan Muara Angke yang diduga tercemar dengan logam berat merkuri (Lissimia *et al.*, 2021). Diharapkan penelitian ini dapat memberikan informasi penggunaan alat *Hg Analyzer Type MA3-Solo dan DMA-80*. Selain itu, menyajikan perbandingan validitas data yang dihasilkan oleh *Hg Analyzer Type MA3-Solo dan DMA-80* untuk pengukuran logam merkuri (Hg) di perairan.

## 2. Metodologi

### 2.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian ini dimulai pada bulan Maret sampai Agustus 2022 di Laboratorium Merkuri dan Metrologi Lingkungan, Pusat Standardisasi Instrumen Kualitas Lingkungan Hidup - Kementerian Lingkungan Hidup dan Kehutanan (PSIKLH-KLHK) yang berlokasi di Kawasan BRIN, Serpong, Tangerang Selatan.

## 2.2 Metode

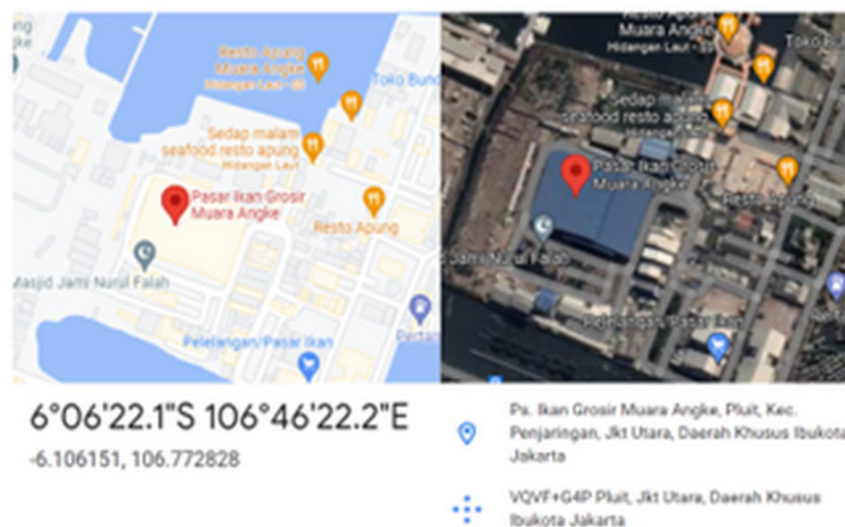
### 2.2.1 Lokasi Pengambilan Contoh Uji

Pengambilan contoh uji dilakukan di Pasar Ikan Muara Angke. Lokasi tepatnya berada di Jl. Muara Angke, Kelurahan Pluit, Kecamatan Penjaringan, Kota Jakarta Utara, Daerah Khusus Ibukota Jakarta dengan titik koordinat 6°06'20.4"S 106°46'21.7"E (Gambar 1).

Ikan dalam keadaan beku kemudian disimpan di wadah yang terhindar dari panas, dan disimpan dalam *freezer* < -15°C (ISO (*International Organization for Standardization*), 2007). Ikan yang digunakan adalah ikan tuna (*Thunnus sp.*) dengan berat 0,44 kg, panjang 27 cm, dan lebar 7,5 cm

### 2.2.2 Preparasi Contoh Uji

Preparasi contoh uji mengacu pada *United States Environmental Protection Agency* (U.S EPA) 1991 tentang Pedoman Pemantauan dan Penilaian Metode Preparasi Ikan di Laboratorium. Contoh uji menggunakan ikan tuna segar (*Thunnus sp.*) yang diperoleh dari Pasar Ikan Grosir Muara Angke. Bagian ikan tuna yang digunakan adalah daging ikan. Tahap pertama



Gambar 1. Lokasi Pengambilan Sampel

preparasi contoh uji meliputi pencucian dan pemotongan ikan sehingga didapatkan daging ikan. Tahap kedua yaitu penyimpanan contoh uji. Contoh uji yang sudah dipotong disimpan di wadah berbahan *polypropylene*. Contoh uji disimpan ke dalam *freezer* dengan suhu di bawah  $-20^{\circ}\text{C}$  (SNI (Standar Nasional Indonesia), 2006).

### 2.2.3 Pembuatan larutan baku standar Hg (100mg/L)

Larutan standar Hg 1000  $\mu\text{g/mL}$  dipipet 5 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL, kemudian diencerkan dengan larutan HCL 2% sampai tanda tera (untuk alat *Hg Analyzer Type DMA-80*). Perlakuan yang sama dilakukan dalam pembuatan larutan untuk alat *Mercury Analyzer MA-3 Solo*, namun pada pengenceran digunakan L-sistein (100 mg/L). Untuk pembuatan larutan standar proporsional dengan konsentrasi 0 ppb, 10 ppb, 100 ppb, 1 ppm dan 10 ppm menggunakan larutan HCL 2% untuk alat *Hg Analyzer DMA-80* dan larutan L-Sistein (100 mg/L) untuk *type MA3-Solo*. Larutan baku standar yang telah dimasukan ke wadah kemudian disimpan di tempat yang sejuk.

### 2.2.4 Proses Pengukuran Contoh Uji dengan alat DMA-80

Pengukuran contoh uji dengan alat DMA-80 dilakukan dengan pemanasan alat terlebih dahulu untuk mencapai suhu  $250^{\circ}\text{C}$  selama 60 detik. Jika alat sudah mencapai suhu yang ditentukan, contoh uji yang telah dipreparasi dimasukan ke dalam batang boat untuk dilakukan pengukuran. Proses pengukuran contoh uji dilakukan dengan dikeringkan dan didekomposisi pada suhu  $250^{\circ}\text{C}$  sampai  $650^{\circ}\text{C}$  selama kurang lebih 90 detik dan dilanjutkan dengan proses pendinginan alat selama kurang lebih 150 detik. Proses pendinginan selesai, hasil analisis merkuri pada alat DMA-80 akan terlihat.

### 2.2.5 Proses Pengukuran Contoh Uji dengan alat MA-3 Solo

Sebelum dilakukan pengukuran contoh uji menggunakan alat MA-3 Solo, dilakukan pemeriksaan instrumen selama 30 menit dan kenaikan suhu sekitar 20 menit. Pemanasan tabung kolektor merkuri dan pengukuran absorbansi dengan panjang gelombang 253,7 nm. Pemanasan terjadi 2 kali selama 9 menit, lebih dari  $600^{\circ}\text{C}$  untuk pemanasan pertama dan  $850^{\circ}\text{C}$  untuk pemanasan kedua. Proses pengukuran contoh uji dibutuhkan waktu untuk kurva rendah dan tinggi yaitu 5 sampai 10 detik. Setelah terjadi pemanasan, dilakukan pembersihan jalur pengukuran dan pendinginan selama 20 detik, sehingga analisis merkuri akan terdeteksi.

### 2.2.6 Pembuatan Kurva Kalibrasi Logam

Alat Hg analyzer *NIC Type MA3 Solo* dan *Hg Analyzer type DMA-80* diatur dan dioptimalkan untuk analisis merkuri sesuai dengan petunjuk penggunaan alat. Panjang gelombang yang digunakan untuk logam merkuri (Hg) adalah 253,7nm. Kurva kalibrasi yang dibuat dari data diatas, ditentukan persamaan garis lurusnya dengan batas linearitas kurva kalibrasi ( $r > 0,995$ ).

Batas yang digunakan agar penentuan kurva kalibrasi ini valid adalah jika nilai koefisien korelasinya lebih dari 0,995 ( $r \geq 0,995$ ). Kurva Standar dibuat dengan grafik antara Konsentrasi (C) dengan Absorbansi (A) yang akan membentuk garis linier atau garis lurus melewati titik nol. Range kurva kalibrasi standar 0,5 ng-1500 ng untuk alat DMA-80 dan range kurva kalibrasi standar 0,5 ng-1000 ng untuk MA-3 SOLO.

### 2.2.7 Penentuan *Limit of Quantification* (LoQ)

LoQ dapat ditentukan melalui persamaan:

$$LoQ = MDL \times 10 \dots\dots\dots(1)$$

Keterangan:

LoQ : Nilai batas kuantitas

MDL : Nilai *Method Detection Limit*

### 2.2.8 Penentuan Akurasi dengan Standar Tengah

Larutan standar tengah merupakan larutan kerja yang terdapat dalam konsentrasi deret kurva kalibrasi yang digunakan masing-masing elemen.

Persamaan untuk menghitung nilai % RSD (*Relative Standard Deviation*) adalah sebagai berikut:

$$\%RSD = \frac{\bar{x}}{SD} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

Keterangan:

- % RSD : (Relative Standard Deviation) (%)
- X : Nilai rata-rata konsentrasi hasil pengukuran
- SD : Standar deviasi

Persamaan untuk menghitung nilai akurasi yang dinyatakan % R adalah sebagai berikut:

$$\%R = \frac{\text{Konsentrasi hasil uji}}{\text{Konsentrasi teoritis}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(3)$$

Keterangan:

- % R : Nilai perolehan kembali (*recovery*) dalam persen

### 2.2.9 Penentuan *Methods Detection Limit* (MDL) (Eurachem, 2014)

Batas yang digunakan agar penentuan MDL ini valid adalah jika nilai MDL lebih kecil daripada kadar *spike*, besar kadar *spike* lebih kecil dibanding 10 kali nilai MDL, nilai % RSD lebih kecil sama dengan 0,67 CV *Horwitz* dan nilai % R ≈ 80-110% sesuai dengan AOAC 2016. Persamaan untuk menghitung nilai % RSD (*Relative Standard Deviation*) dapat dilihat pada persamaan (2). Nilai MDL dapat dihitung dengan persamaan sebagai berikut:

$$MDL = 3,14 \times SD \quad \dots\dots\dots(4)$$

Keterangan:

- MDL : nilai *Method Detection Limit*
- SD : standar deviasi

Persamaan untuk menghitung nilai LoQ adalah sebagai berikut:

$$LoQ = MDL \times 10 \quad \dots\dots\dots(5)$$

Keterangan:

- LoQ : Nilai Batas Kuantitas
- MDL : Nilai *Method Detection Limit*

Persamaan untuk menghitung nilai CV *Horwitz* adalah sebagai berikut:

$$0,67 CV_{Horwitz} = 0,67 \times 2^{1-0,5 \log C} \quad \dots\dots\dots(6)$$

Keterangan:

- CV *Horwitz* : koefisien variasi *Horwitz*
- C : Kadar (konsentrasi) analit berkaitan dengan hasil pengulangan penelitian yang dinyatakan dalam bentuk fraksi

### 2.2.10 Penentuan Presisi

Penentuan presisi/repitabilitas dan reproduibilitas dapat dihitung dengan rumus sebagai berikut:

$$\%RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% < (0,67) 2^{1-0,5 \log C} \quad \dots\dots\dots(7)$$

Keterangan:

- Horwitz* : % RSD yang diharapkan
- C : Kadar (konsentrasi) analit berkaitan dengan hasil pengulangan penelitian yang dinyatakan dalam bentuk fraksi
- % RSD : *Relative Standard Deviation* (%)
- X : Nilai rata-rata konsentrasi hasil pengukuran
- SD : Standar Deviasi

## 3. Hasil dan Pembahasan

### 3.1 Validasi Metode Analisis

Validasi metode analisis pada dasarnya perlu dilakukan untuk menjamin bahwa metode yang digunakan spesifik, akurat dan reproduibel sehingga hasil penelitian dapat dipertanggungjawabkan. Validasi metode meliputi beberapa parameter yaitu linearitas, akurasi, presisi, dan batas deteksi metode yang mengacu pada ISO/IEC 17025 tahun 2017. Penelitian yang dilakukan tentang Validasi Metode Analisis Logam Merkuri (Hg) Terlarut pada Air Permukaan dengan *Automatic Mercury Analyzer* menggunakan parameter pengujian seperti linearitas, batas deteksi metode, akurasi dan presisi mengacu pada ISO/IEC 17025 tentang syarat keberterimaan validasi di laboratorium (Harmono, 2020). Datanya dinyatakan valid sehingga dapat digunakan sebagai parameter analisis rutin di Laboratorium (Harmono, 2020).

### 3.2 Kurva Kalibrasi (Linearitas)

Linearitas berguna untuk melihat apakah detektor memberikan hasil yang linear terhadap konsentrasi analit yang kemudian dibuat kurva kalibrasinya untuk mendapatkan persamaan regresi linear. Penentuan linearitas penting dilakukan karena menjadi salah satu syarat dari parameter uji. Pengujian validasi meliputi parameter linearitas untuk memperoleh persamaan garis regresi dari kurva kalibrasi yang dibuat (Anggraini et al., 2018). Linearitas dapat menyatakan ketelitian pengerjaan metode analisis yang ditentukan oleh nilai koefisien korelasi ( $r$ ) pada analisis regresi linear  $Y = ax + b$ . Hubungan linear yang ideal bergantung pada nilai  $a$  (*slope*) dan koefisien korelasi ( $r$ ). Nilai  $b$  (*intersep*) menunjukkan kepekaan analisis terutama pada instrumen yang digunakan (Harmono, 2020). Menurut Eurachem (2014), jika nilai  $R^2$  yang diperoleh lebih besar dari 0,995 maka respon analitiknya linier pada rentang konsentrasi tertentu. *Slope* dari regresi linear akan memberikan gambaran tentang sensitivitas (Trisnawati et al., 2021). Oleh karena itu jika  $r = 0,9994$  (Type MA-3 Solo) dan  $0,9997$  (Type DMA-80) (Gambar 2) maka nilai koefisien tersebut dinyatakan valid.

Data luas area dan konsentrasi digunakan untuk menentukan nilai kemiringan (*slope*), intersep, dan koefisien korelasi ( $r$ ). Sebanyak 6 sampai 7 kali percobaan pada alat *Hg analyzer Type*

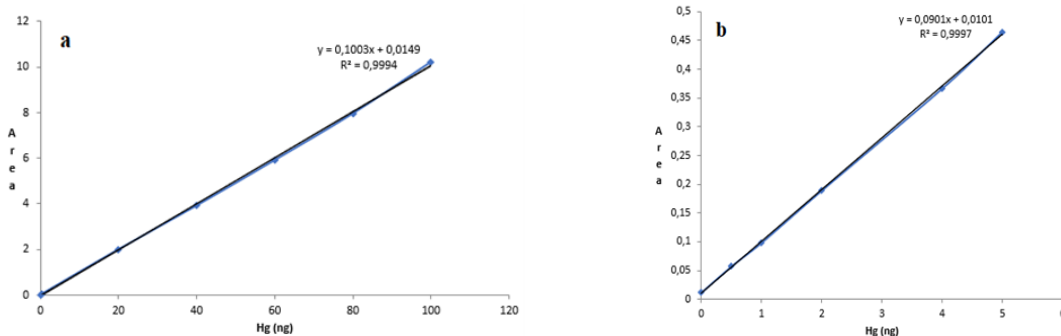
*MA-3 Solo* (Tabel 1) dan *DMA-80* (Tabel 2) bertujuan untuk mengukur keragaman nilai hasil uji yang didapatkan

Nilai koefisien korelasi ( $r$ ) memiliki kriteria yaitu  $\geq 0,995$  sesuai dengan ketentuan ISO/IEC 17025-2017 tentang syarat keberterimaan validasi di laboratorium (Eka et al., 2012). Parameter linearitas yaitu untuk mengetahui respon metode terhadap perubahan konsentrasi analit (Kartikasari & Utami, 2018). Hal ini terlihat dari data slope bahwa adanya perubahan konsentrasi yang sama, *Hg Analyzer Type MA-3 Solo* (Tabel 1) memberikan respon yang lebih besar dibandingkan *Type DMA-80* (Tabel 2).

### 3.3 MDL (*Methods Detection Limit*) dan LoQ (*Limit of Quantification*)

MDL dan LoQ merupakan parameter yang termasuk ke dalam limit deteksi. Limit deteksi merupakan jumlah konsentrasi terkecil analit dalam sampel yang masih dapat terdeteksi. Parameter ini dapat dijadikan salah satu syarat keberterimaan uji validasi sesuai dengan ketentuan (Anggraini et al., 2018).

Metode deteksi limit (MDL) adalah kadar analit yang ditentukan sesuai tahapan metode pengujian secara menyeluruh sehingga menghasilkan sinyal dengan probabilitas 99% di mana sinyal tersebut berbeda dengan blanko (Hadi, 2010). Dalam penentuan nilai MDL dibutuhkan larutan campuran antara sampel dengan larutan standar paling



**Gambar 2.** Kurva kalibrasi Hg Analyzer, (a) Type MA-3 Solo, (b) Type DMA-80

**Tabel 1.** Hasil Linearitas Kurva Standar Merkuri (Hg) pada Ikan Tuna menggunakan alat *Hg Analyzer Type MA-3 Solo*

Larutan Standar	Konsentrasi (ng)	Area
Std-1	0	0,015
Std-2	0,5	0,058
Std-3	20	2,000
Std-4	40	3,922
Std-5	60	5,918
Std-6	80	7,962
Std-7	100	10,228
<i>Method Slope</i>		0,1010
<i>Intercept</i>		-0,0371
<i>Correlation Determination (R)</i>		0,9994
<i>Correlation Coefficien (r)</i>		0,9997
Batas keberterimaan		$r \geq 0,995$
Kesimpulan Linearitas		Diterima

**Tabel 2.** Hasil Linearitas Kurva Standar Merkuri (Hg) pada Ikan Tuna menggunakan alat *Hg Analyzer Type DMA-80*

Larutan Standar	Konsentrasi (ng)	Area
Std-1	0	0,0115
Std-2	0,5	0,0572
Std-3	1	0,0983
Std-4	2	0,189
Std-5	4	0,3664
Std-6	5	0,465
<i>Method Slope</i>		0,0901
<i>Intercept</i>		0,0101
<i>Correlation Determination (R)</i>		0,9997
<i>Correlation Coefficien (r)</i>		0,9998
Batas keberterimaan		$r \geq 0,995$

rendah (0,1 mL/g) yang disebut *spike* (Eka *et al.*, 2012). Konsentrasi standar tersebut dikonversi ke dalam ng/g dengan cara membagi konsentrasi yang didapat di alat dengan berat sampel ikan yang digunakan sehingga menjadi 17,34 ng/g atau 0,01734 µg/g untuk alat *MA-3 Solo* dan 18,33 ng atau 0,01833 µg/g untuk alat *DMA-80*. Batas deteksi metode dilakukan dengan mengukur sampel dan *spike* (sampel + standar) paling sedikit 7 kali pengulangan. Ketentuan ini sejalan penelitian yang

dilakukan oleh Anggraini *et al.*, (2018), dimana Validasi Metode Penentuan Hg pada Sampel *Wastewater Treatment Plant* dengan Menggunakan Reknik Bejana Uap Dingin-Spektrofotometer Serapan Atom (CV-AAS) dengan melakukan pengulangan sebanyak  $\geq 7$  kali pengulangan dan menghasilkan data MDL yang valid sesuai dengan syarat keberterimaan parameter Laboratorium ISO/IEC 17025:2017. Nilai MDL dapat diterima apabila nilai MDL lebih kecil daripada konsentrasi *spike* dan konsentrasi

*spike* kurang dari 10x nilai MDL (Badan Standardisasi Nasional, 2017). Nilai ini dapat valid apabila nilai akurasi (% *Recovery*) dan presisi yang meliputi *repeatability* dan *reproducibility* telah memenuhi kriteria nilai yang berlaku sesuai parameter Laboratorium ISO/IEC 17025:2017 sehingga dapat digunakan analisis rutin di Laboratorium.

Hasil analisis menunjukkan bahwa nilai bahwa hasil MDL yang diperoleh pada kedua alat *Hg analyzer* tersebut memenuhi batas keberterimaan sesuai persyaratan yang berlaku yaitu pada alat *Hg Analyzer Type MA-3 Solo* nilai MDL di bawah 0,0173 µg/g dan melebihi 10% *spike* 0,00173 µg/g (Tabel 3). Sementara itu, *Hg Analyzer Type DMA-80* nilai MDL dibawah 0,0183 µg/g dan melebihi 10% *spike* 0,00183 µg/g (Tabel 4). Penggunaan syarat ini telah dilakukan oleh Nurmalawati et al., (2021) ketika menentukan MDL metode uji fosfat dengan spektrofotometer UV-Vis dengan perbandingan 0,692 mg/L dan 0,0692 mg/L

yang dinyatakan diterima.

Nilai LoQ yang didapat pada alat *Hg Analyzer Type MA-3 Solo* sebesar 0,008 µg/g (Tabel 3) dan pada alat *Hg Analyzer Type DMA-80* sebesar 0,011 µg/g (Tabel 4). Nilai LoQ yang diperoleh menunjukkan bahwa nilai dari analit yang masih bisa diukur secara presisi adalah diatas hasil yang didapat. Berdasarkan nilai LoQ tersebut menunjukkan bahwa konsentrasi Hg terkecil dalam sampel yang masih dapat diukur dengan akurat dan presisi oleh alat *Hg Analyzer Type MA-3 Solo* dan *Hg Analyzer Type DMA-80* masing-masing sebesar 0,008 µg/g dan 0,011 µg/g. Nilai LoQ tersebut dikatakan baik karena nilai konsentrasi sampel yang diuji berada diatas dari nilai LoQ, sehingga sesuai dengan batas keberterimaan yang berlaku. Selebihnya untuk dikatakan valid atau tidaknya suatu metode yang digunakan ini dapat ditentukan melalui parameter presisi dan akurasi. Penelitian Trisnawati et al., (2021) dan nilai

**Tabel 3.** Penentuan MDL Merkuri menggunakan *Hg Analyzer Type MA-3 Solo*

Pengulangan Sampel	Konsentrasi Sampel (µg/g)	Konsentrasi <i>spike</i> (µg/g)	Konsentrasi target (µg/g)	<i>Recovery</i> (%)
1	0,023	0,041	0,019	108,56
2	0,022	0,040	0,019	108,72
3	0,022	0,039	0,017	100,55
4	0,023	0,040	0,017	97,14
5	0,023	0,042	0,019	107,65
6	0,021	0,040	0,018	104,90
7	0,022	0,041	0,019	106,74
Rata-rata			0,018	104,89
Standar Deviasi (SD)			0,001	
% RSD			5.202	
MDL = 3.143xSD			0,002	
LoQ = 10xSD			0,008	
<b>Batas Keberterimaan</b>				
1) 10% <i>Spike</i> < MDL < <i>Spike</i>	0,00173	< 0,002	< 0,017	DITERIMA
2) %RSD ≤ Nilai Horwitz		5.202	< 19.57	DITERIMA
3) %Rec =80-110 %		104.89		DITERIMA
<b>KESIMPULAN MDL</b>			<b>0,002</b>	
<b>KESIMPULAN LoQ</b>			<b>0,008</b>	



**Tabel 4.** Penentuan MDL Merkuri menggunakan *Hg Analyzer DMA-80*

Pengulangan Sampel	Konsentrasi Sampel (µg/g)	Konsentrasi spike (µg/g)	Konsentrasi target (µg/g)	Recovery (%)
1	0,015	0,031	0,017	92,00
2	0,015	0,032	0,017	95,08
3	0,016	0,031	0,015	84,18
4	0,016	0,035	0,019	102,19
5	0,015	0,033	0,018	98,84
6	0,014	0,031	0,017	94,16
7	0,015	0,033	0,018	100,67
Rata-rata			0,017	95,30
Standar Deviasi (SD)			0,001	
%RSD			7.252	
MDL = 3.143xSD			0,004	
LoQ = 10xSD			0,011	
<b>Batas Keberterimaan</b>				
1) 10% Spike < MDL < Spike	0,00183	< 0,004	< 0,018	DITERIMA
2) % RSD ≤ Nilai horwitz		7.252	< 19.74	DITERIMA
3) % Rec = 80-110 %		95.30		DITERIMA
<b>KESIMPULAN MDL</b>			<b>0,004</b>	
<b>KESIMPULAN LoQ</b>			<b>0,011</b>	

LoQ (*Limit of Quantification*) terkonfirmasi dinyatakan valid dengan memenuhi parameter MDL dan LoQ sesuai dengan parameter validasi laboratorium ISO/IEC 17025:2017 (Trisnawati *et al.*, 2021). Apabila LoQ yang dihasilkan hasilnya kecil, maka deteksi alat tersebut masih bagus dan dapat memberikan hasil analisis analit yang sesuai (Ratnawati *et al.*, 2019).

### 3.4 Akurasi dan Presisi

Parameter penting dalam validasi metode lainnya adalah akurasi dan presisi, termasuk reproduibilitas dan reipabilitas. Akurasi merupakan perbandingan antara nilai rerata hasil pengulangan dengan nilai benar dari bahan acuan bersertifikat (CRM) yang dinyatakan dalam presentase. Jika hasil akurasi 100% maka pengujian yang dilakukan memiliki akurasi yang sangat baik. Akurasi ditentukan dengan nilai persen perolehan kembali (% *Recovery*). Pada penelitian ini digunakan metode adisi standar untuk menentukan akurasi. (Sulistyaningrum *et al.*, 2014) menyatakan bahwa metode adisi standar memiliki sensitivitas metode yang

lebih baik daripada kalibrasi standar.

Sampel dilakukan pengulangan analisis sebanyak 7 kali, setelah itu ditambahkan dengan sejumlah analit tertentu ke dalam sampel (*spike*) dan kembali diukur sebanyak 7 kali pengulangan. Selisih kedua hasil kemudian dibagi dengan kadar analit sebenarnya dan dikali 100 untuk mencari akurasi (Simane *et al.*, 2017).

Presisi adalah ukuran keterulangan metode analisis yang biasa ditentukan dengan nilai simpangan baku relatif atau RSD (*Relative Standard Deviation*). Presisi dilakukan dengan dua perbedaan kondisi pengujian, yaitu keterulangan (reipabilitas) dan ketertiruan (reproduibilitas). Reipabilitas mengacu pada presisi di bawah kondisi operasi yang sama (misalnya analisis dan peralatan) selama interval waktu yang singkat (Perelonia *et al.*, 2021). Reipabilitas mengungkapkan ketepatan suatu metode dalam kondisi operasi yang berbeda (Perelonia *et al.*, 2021). Semakin kecil nilai reipabilitas, maka semakin baik presisi hasil pengulangan pengujian yang

dilakukan analisis. Penentuan reipitabilitas dilakukan dengan melakukan pengujian paling sedikit 7 kali pengulangan dan kemudian dihitung nilai %RSD seperti yang ditunjukkan oleh penelitian (Eka et al., 2012)) tentang *Validation of Mercury Analyzer for Determination of Mercury in Snake Fruit* dilakukan minimal 7 kali pengulangan untuk mendapatkan hasil keterulangan yang lebih optimal (Eka et al., 2012).

Reiproduisibilitas mengungkapkan ketepatan suatu metode dalam kondisi operasi yang berbeda (Perelonia et al., 2021). Parameter reiproduisibilitas sangat berguna untuk laboratorium karena tingkat presisi ini memberikan gambaran batasan keragaman hasil pengujian yang masih dapat dicapai oleh laboratorium. Hasil pengukuran dalam penelitian ini menunjukkan syarat keberterimaan reiproduisibilitas melalui pengulangan sebanyak 7 kali. Hasil tersebut informasi keberagaman pengujian yang tidak terlalu jauh pada masing-masing alat dengan rata-rata sebesar 0,018219 µg/g (analisis 1) dan 0,01832 µg/g (analisis 2) untuk alat MA-3 Solo dan 0,1747 µg/g (analisis 1) dan 0,01694 (analisis 2) untuk alat DMA-80.

Pengukuran reiproduisibilitas ditentukan dengan mencari %RSD (*Relative Standard Deviation*) dibandingkan dengan 0,67 CV Horwitz. Penelitian yang dilakukan (Trisnawati et al., 2021) tentang metode validasi pengujian merkuri dengan alat yang berbeda dihasilkan memenuhi syarat keberterimaan parameter validasi yang mengacu pada ISO/IEC 17025:2017 yang meliputi reipitabilitas dan reiproduisibilitas dengan membandingkan nilai %RSD (*Relative Standard Deviation*) dengan 0,67 Horwitz (Anggraini et al., 2018).

Hasil pengukuran presisi menunjukkan bahwa pada penggunaan alat *Hg Analyzer Type MA-3 Solo* menghasilkan akurasi sebesar 105,1% (Tabel 5) dan untuk DMA-80 sebesar 93,8% (Tabel 6). Jika kedua hasil tersebut dibandingkan dengan rentang akurasi yang diperbolehkan menurut AOAC

(2016) yaitu rentang akurasi yang dapat diterima adalah antara 80-110%, maka *Hg Analyzer Type MA-3 Solo* dan Type DMA-80 memenuhi batas keberterimaan akurasi yang telah ditentukan. Dengan demikian, dapat dikatakan bahwa metode analisis yang digunakan memiliki ketepatan atau akurasi yang baik. Selain itu, pada tingkat analit yang sama, (AOAC, 2016) menetapkan nilai RSD maksimum yang sesuai sebesar 15%. Oleh karena itu, dapat diajukan bahwa metode yang diusulkan menunjukkan presisi yang wajar berdasarkan nilai RSD yang diperoleh.

Hasil uji reipitabilitas menggunakan *MA-3 Solo* pada analisis pertama, sebesar 4,227% yang masih berada di bawah nilai 0,67 CV Horwitz yaitu 19,585 %. Hasil untuk analisis kedua, sebesar 3,986% yang juga berada di bawah nilai 0,67 CV Horwitz yaitu 19,572%. Parameter selanjutnya yaitu uji reipitabilitas *DMA-80* untuk kedua analisis juga masing-masing masih di bawah nilai 0,67 CV Horwitz, yaitu pada analisis pertama sebesar 6,422% yang masih berada di bawah nilai 0,67 Horwitz yaitu 19,713% dan analisis kedua yaitu 6,852% yang masih berada di bawah nilai 0,67 Horwitz yaitu 19,797%.

Uji reiproduisibilitas juga dilakukan oleh Eka et al., (2012), pada penelitian yang dilakukan oleh 2 analisis berbeda dengan kondisi dan waktu pengukuran yang sama didapatkan hasil dari dua analisis tersebut konsisten dan dinyatakan valid karena memenuhi syarat keberterimaan sesuai parameter di Laboratorium (Eka et al., 2012). Hasil tersebut membuktikan bahwa metode dan alat yang digunakan sesuai dan kedua analisis konsisten terhadap pengujian senyawa tersebut.

Tahap selanjutnya yaitu penentuan reiproduisibilitas dengan syarat keberterimaan %RSD 0,67 Horwitz. Nilai yang didapatkan untuk alat *MA-3 Solo* yaitu 3,95% lebih kecil dari 19,58%, dan untuk *DMA-80* yaitu 6,56% yang juga lebih kecil dari 19,76%. Kedua hasil ini menunjukkan bahwa metode

**Tabel 5.** Data Repitabilitas, reproduibilitas dan akurasi kadar merkuri dengan alat *Hg Analyzer Type MA-3 Solo*

Pengulangan	Hasil analisis 1 ( $\mu\text{g/g}$ )	Hasil analisis 2 ( $\mu\text{g/g}$ )
1	0,018879	0,018581
2	0,018907	0,018103
3	0,017487	0,016755
4	0,016895	0,018571
5	0,018722	0,018756
6	0,0182430	0,018674
7	0,0185635	0,018829
<b>Rata-rata</b>	0,018219	0,01832
<b>Standar Deviasi (SD)</b>	0,0008	0,00073
<b>%RSD</b>	4,227	3,99
<b>Nilai Horwitz</b>	29,23	29,21
Repitabilitas analisis 1: % RSD $\leq$ 0,67 nilai Horwitz	4,227	19,585
Repitabilitas analisis 2: % RSD $\leq$ 0,67 nilai Horwitz	3,986	19,572
<b>Repitabilitas</b>	<b>DITERIMA</b>	
<b>Grand mean</b>	0,02	
<b>Standar Deviasi (SD)</b>	0,0007	
<b>%RSD</b>	3,953	
<b>Nilai Horwitz</b>	29,22	
<b>Reproduisibilitas :</b>		
% RSD $\leq$ Nilai Horwitz	3,95	29,22
<b>Reproduisibilitas</b>	<b>DITERIMA</b>	
Akurasi	105,1%	
Batasan akurasi	80-110%	
<b>Akurasi</b>	<b>DITERIMA</b>	

**Tabel 6.** Data Repitabilitas, reproduibilitas dan akurasi kadar merkuri dengan alat *Hg Analyzer Type DMA-80*

Pengulangan	Hasil analisis 1 ( $\mu\text{g/g}$ )	Hasil analisis 2 ( $\mu\text{g/g}$ )
1	0,016867	0,01632
2	0,017432	0,01723
3	0,015433	0,01654
4	0,018735	0,01776
5	0,018121	0,01618
6	0,017263	0,01576
7	0,0184567	0,01911
<b>Rata-rata</b>	0,01747	0,01694
<b>Standar Deviasi (SD)</b>	0,0011	0,00116
<b>%RSD</b>	6,422	6,83
<b>Nilai Horwitz</b>	29,42	29,56
Repitabilitas analisis 1:		

**Tabel 6.** Lanjutan

Pengulangan	Hasil analisis 1 ( $\mu\text{g/g}$ )	Hasil analisis 2 ( $\mu\text{g/g}$ )
% RSD $\leq 0.67$ nilai Horwitz Repitabilitas analisis 2:	6,422	19,713
% RSD $\leq 0.67$ nilai Horwitz	6,852	19,797
<b>Repitabilitas</b>	<b>DITERIMA</b>	
<b>Grand mean</b>	0,02	
<b>Standar Deviasi (SD)</b>	0,0011	
<b>%RSD</b>	6,564	
<b>Nilai Horwitz</b>	29,48	
<b>Reprodusibilitas :</b>		
% RSD $\leq$ nilai Horwitz	6,56	29,48
<b>Reprodusibilitas</b>	<b>DITERIMA</b>	
Akurasi	93,8 %	
Batasan akurasi	80-110 %	
<b>Akurasi</b>	<b>DITERIMA</b>	

yang digunakan pada penelitian ini dapat digunakan di laboratorium. Kesimpulan dari hasil validasi metode modifikasi US EPA ini adalah metode ini valid dan dapat digunakan. Hal ini dibuktikan dari hasil parameter uji yang memenuhi syarat keberterimaan masing-masing parameter.

### 3.5 Hasil Pengukuran Kadar Merkuri (Hg) pada Contoh Uji Ikan Tuna

Merkuri dapat terakumulasi pada tubuh ikan melalui adsorpsi melalui rantai makanan pada ikan. Hasil analisis penelitian ini menunjukkan bahwa hasil pengukuran kadar merkuri pada sampel ikan tuna menggunakan *Hg analyzer type MA-3 Solo* terdeteksi kandungan logam merkuri (Hg). Konsentrasi yang ditunjukkan masing-masing sebesar 0,0210  $\mu\text{g/g}$  (Tabel 7) dan 0,016  $\mu\text{g/g}$  pada *Hg analyzer type DMA-80* (Tabel 8). Hasil pengukuran kadar merkuri dengan menggunakan 2 (dua) alat tersebut didapatkan perbedaan yang cukup

signifikan. Hal ini terjadi karena perbedaan sensitivitas alat dimana pada *MA-3 Solo* diduga karena adanya proses pemanasan lebih lama dengan suhu mencapai 850°C dibandingkan dengan *DMA-80* yang suhu pemanasannya mencapai 650°C (Zhang & Zhou, 2020). Pemanasan yang lebih lama dengan suhu yang tinggi akan memberikan hasil pembakaran yang lebih optimal pada hasil pengukuran (Zhang & Zhou, 2020).

Hasil pengukuran tersebut (Tabel 7 dan Tabel 8) menunjukkan perbandingan kemampuan pengukuran kadar merkuri menggunakan 2 alat *Hg Analyzer Type MA-3 Solo* dan *DMA-80* dalam mengukur kadar konsentrasi dalam ikan tuna. Hasilnya menunjukkan bahwa alat *Type MA-3 Solo* lebih sensitif dibandingkan *Type DMA-80*. Diduga kemampuan ini didukung oleh parameter waktu dan suhu yang digunakan lebih tinggi pada *Type MA-3* sehingga menghasilkan pembakaran yang lebih baik.

**Tabel 7.** Kadar Logam Merkuri menggunakan alat *Hg Analyzer Type MA-3 Solo*

No	Jenis contoh	Bobot Contoh (g)	Area	Konsentrasi (ng)	Konsentrasi (ug)	Hasil uji (ug/g)	Rata-rata (ug/g)
1	STD 1ng (10ppb)	0,1015	0,120	1,024	10,088	10,089	10,089
2	STD 40ng (1000ppb)	0,039	3,822	37,942	972,871	972,871	972,871
3	STD 400ng (10ppm)	0,0392	39,019	402,168	10259,362	10259,362	10259,362
4	DORM 4	0,0115	0,49254	4,737	411,913	411,913	411,913
5	BLANKO						
6	Sampel 1	0,0542	0,1318	1,14	0,00114	0,0210	
7	Sampel 2	0,0558	0,1396	1,218	0,00122	0,0218	
8	Sampel 3	0,0559	0,1434	1,256	0,00123	0,0224	
9	Sampel 4	0,0576	0,1397	1,219	0,00121	0,0211	
10	Sampel 5	0,0574	0,1430	1,252	0,0013	0,0218	
11	Sampel 6	0,056	0,1470	1,291	0,0013	0,0230	
12	Sampel 7	0,0577	0,1511	1,333	0,0013	0,0231	
13	Sampel 8	0,0575	0,1432	1,254	0,0013	0,0218	
14	Sampel 9	0,0591	0,1477	1,299	0,0013	0,0219	
15	Sampel 10	0,0592	0,1597	1,419	0,0014	0,0239	
16	Sampel 11	0,055	0,1222	1,044	0,0010	0,0189	
17	Sampel 12	0,0557	0,1231	1,053	0,0010	0,0189	
18	Sampel 13	0,0563	0,1336	1,158	0,0011	0,0205	
19	Sampel 14	0,0561	0,1299	1,121	0,0011	0,0199	
20	Sampel 15	0,0576	0,1384	1,206	0,0012	0,0209	
21	Sampel 16	0,0562	0,1280	1,102	0,0011	0,0196	
22	Sampel 17	0,0563	0,1348	1,17	0,0011	0,0207	
23	Sampel 18	0,0542	0,1236	1,058	0,0010	0,0195	
24	Sampel 19	0,0575	0,1313	1,136	0,0011	0,0197	
25	Sampel 20	0,0549	0,1282	1,104	0,0011	0,0209	0.0210
26	Spike 1	0,0590	0,2632	2,455	0,0024	0,0416	
27	Spike 2	0,0571	0,2543	2,361	0,0024	0,0413	
28	Spike 3	0,0571	0,2443	2,262	0,0022	0,0396	
29	Spike 4	0,0576	0,2409	2,228	0,0022	0,0386	
30	Spike 5	0,058	0,2499	2,317	0,0023	0,0399	
31	Spike 6	0,0584	0,2514	2,332	0,0023	0,0399	
32	Spike 7	0,058	0,2504	2,323	0,0023	0,0400	
33	Spike 8	0,0579	0,2540	2,358	0,0024	0,0407	
34	Spike 9	0,0585	0,2481	2,299	0,0023	0,0392	
35	Spike 10	0,0588	0,2515	2,334	0,0023	0,0396	
36	Spike 11	0,0589	0,2569	2,388	0,0024	0,0405	
37	Spike 12	0,057	0,2430	2,249	0,0022	0,0394	
38	Spike 13	0,0598	0,2538	2,356	0,0024	0,0393	
39	Spike 14	0,0585	0,2484	2,302	0,0023	0,0393	
40	Spike 15	0,0525	0,2415	2,234	0,0022	0,0425	
41	Spike 16	0,0559	0,2519	2,338	0,0023	0,0417	
42	Spike 17	0,057	0,2465	2,284	0,0022	0,0401	
43	Spike 18	0,0569	0,2489	2,307	0,0023	0,0405	
44	Spike 19	0,0577	0,2498	2,317	0,0023	0,0401	
45	Spike 20	0,0557	0,2392	2,211	0,00221	0,0396	

**Tabel 8.** Kadar Logam Merkuri menggunakan alat *Hg Analyzer Type DMA-80*

No	Jenis contoh	Bobot Contoh (g)	Area	Konsentrasi (ng)	Konsentrasi (ug)	Hasil uji (µg/g)	Rata-rata (µg/g)
1	STD 1ng	0,1057	0,1029	1,0363	9,80416272	9,8041627	9,8041627
2	STD 2ng (10ppb)	0,2	0,1931	2,0344	10,172	10,172	10,1720
3	STD 10ng (100ppb)	0,1	0,4089	10,318	103,18	103,18	103,1800
4	STD 400ng (1000ppb)	0,4	0,2858	394,45	986,125	986,125	986,125
5	DORM 4	0,0111	0,3283	3,5303	318,045	318,045	318,04504
6	BLANKO						
7	Sampel 1	0,0528	0,0841	0,8283	0,0008283	0,01568	
8	Sampel 2	0,0518	0,0778	0,7586	0,0007586	0,01464	
9	Sampel 3	0,0546	0,0854	0,8427	0,0008427	0,01543	
10	Sampel 4	0,0535	0,0851	0,8395	0,0008395	0,01569	
11	Sampel 5	0,0532	0,091	0,9046	0,0009046	0,01700	
12	Sampel 6	0,0546	0,0918	0,9135	0,0009135	0,01673	
13	Sampel 7	0,0513	0,0886	0,8781	0,0008781	0,01711	
14	Sampel 8	0,056	0,0863	0,8526	0,0008526	0,0152	
15	Sampel 9	0,0519	0,0816	0,8006	0,0008006	0,01542	
16	Sampel 10	0,057	0,0894	0,8869	0,0008869	0,01555	
17	Sampel 11	0,0551	0,0951	0,95	0,00095	0,01723	
18	Sampel 12	0,0551	0,0919	0,9146	0,0009146	0,01659	
19	Sampel 13	0,0518	0,0865	0,8548	0,0008548	0,01659	
20	Sampel 14	0,056	0,0945	0,9434	0,0009434	0,01684	
21	Sampel 15	0,0516	0,0831	0,8172	0,0008172	0,01572	
22	Sampel 16	0,0543	0,0858	0,8471	0,0008471	0,01560	
23	Sampel 17	0,0525	0,0925	0,921	0,000921	0,01754	
24	Sampel 18	0,0516	0,0773	0,735	0,000735	0,01424	
25	Sampel 19	0,0557	0,0833	0,8194	0,0008194	0,01471	
26	Sampel 20	0,0542	0,088	0,8714	0,0008714	0,01607	0,016
27	Spike 1	0,0532	0,1684	1,761	0,001761	0,03310	
28	Spike 2	0,054	0,162	1,6902	0,0016902	0,0313	
29	Spike 3	0,0513	0,1953	2,0587	0,0020587	0,04013	
30	Spike 4	0,055	0,176	1,8451	0,0018451	0,03354	
31	Spike 5	0,0548	0,1834	1,927	0,001927	0,03512	
32	Spike 6	0,0524	0,1692	1,7699	0,0017699	0,03377	
33	Spike 7	0,0549	0,1685	1,7622	0,0017622	0,03203	
34	Spike 8	0,0552	0,1664	1,7392	0,0017392	0,03150	
35	Spike 9	0,0521	0,1655	1,7292	0,0017292	0,03319	
36	Spike 10	0,0546	0,1635	1,707	0,001707	0,03126	
37	Spike 11	0,0536	0,16	1,6683	0,0016683	0,0311	
38	Spike 12	0,0563	0,1668	1,7433	0,0017433	0,03096	
39	Spike 13	0,056	0,1676	1,7522	0,0017522	0,03128	
40	Spike 14	0,0545	0,1588	1,6543	0,0016543	0,03035	
41	Spike 15	0,0529	0,169	1,7677	0,0017677	0,03341	
42	Spike 16	0,0524	0,1757	1,842	0,001842	0,03515	
43	Spike 17	0,0524	0,1679	1,7555	0,0017555	0,03350	
44	Spike 18	0,0576	0,1803	1,8931	0,0018931	0,03286	
45	Spike 19	0,0564	0,1702	1,781	0,001781	0,03150	
46	Spike 20	0,0539	0,2025	1,842	0,001842	0,03417	

#### 4. Simpulan

Alat Hg Analyzer Type MA-3 Solo dan DMA-80 mampu mengukur konsentrasi pencemar logam merkuri (Hg) menggunakan contoh uji ikan Tuna dengan rata-rata kadar konsentrasi pada sampel ikan sebesar 0,0210 µg/g untuk alat MA-3 Solo dan 0,016 µg/g untuk alat DMA-80. Hasil pengukuran berdasarkan sensitivitas alat yang berbeda dari segi waktu dan suhu pemanasan, menunjukkan bahwa alat MA-3 Solo lebih sensitif dibandingkan DMA-80 karena memiliki waktu pengukuran lebih lama dan pembakaran pada suhu tinggi mencapai 850°C. Hasil validasi metode pengujian merkuri (Hg) pada ikan tuna menggunakan alat Hg Analyzer type MA-3 Solo memenuhi syarat parameter validasi meliputi MDL (*Method Detection Limit*) 0,002 µg/g, LoQ (*Limit of Quantification*), 0,008 µg/g, akurasi 105,1%, presisi  $3,95\% \leq 19,58\%$ , pada DMA-80 mampu mengukur konsentrasi merkuri pada ikan sebesar 0,0160 µg/g dan memenuhi syarat parameter validasi meliputi MDL (*Method Detection Limit*), 0,004 µg/g, LoQ (*Limit of Quantification*), 0,011 µg/g, akurasi 93,8%, presisi  $6,56\% \leq 19,76\%$ . Secara keseluruhan, alat Hg Analyzer Type MA-3 Solo dan DMA-80 diusulkan sesuai dengan tujuannya dan sangat praktis untuk analisis laboratorium rutin khususnya untuk pengujian Merkuri (Hg) pada ikan tuna (*Thunnus* sp.).

#### 5. Ucapan Terima Kasih

Ucapan terimakasih pada Laboratorium Merkuri dan Metrologi Lingkungan Pusat Standardisasi Instrumen Kualitas Lingkungan Hidup - Kementerian Lingkungan Hidup dan Kehutanan (PSIKLH-KLHK) yang telah memfasilitasi penelitian ini. Penulis juga mengucapkan terimakasih kepada Dr. Hendrawati, M. Si dan Dr. Yusraini, DIS, M. Si, tim editor dan mitra bestari yang telah mengoreksi artikel ini.

#### 6. Kepengarangan

La Ode Sumarlin menyelesaikan dan mengoreksi draft artikel, Rita membuat konsep dan merancang penelitian, Ericka Putri Wijaya melakukan kegiatan pengumpulan data penelitian dan interpretasi data, Andriantoro, Yunesfi Syofyan, dan M. Iqbal Suryatama melakukan supervisi dalam penelitian dan pengumpulan data.

#### Daftar Pustaka

- Anggraini, R., Hairani, R., & Panggabean, A. S. (2018). Validation Of The Methods of Hg Determination On Waste Water Treatment Plant Samples Using Cold Vapour-Atomic Absorption Spectrophotometer (CV-AAS) Technique. *Jurnal Kimia Mulawarman*, 16(1), 10–15. <https://doi.org/10.30872/jkm.v16i1.667>
- AOAC. (2016). Appendix F: Guidelines for Standard Method Performance Requirements. In *AOAC Official Method of Analysis* (pp. 1–18). AOAC International.
- Badan Standardisasi Nasional. (2017). “SNI ISO/IEC 17025:2017 – ‘Persyaratan Umum Kompetensi Laboratorium Pengujian Dan Laboratorium Kalibrasi.’” 1–32.
- Eka, N., Heri, D. H., Astuti, & Rohman, A. (2012). Validation of Mercury Analyzer for Determination of Mercury in Snake Fruit. *International Food Research Journal*, 19 (3):, 933–936.
- Eurachem. (2014). *The Fitness for Purpose of Analytical Methods (A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics)*. Windsor: Eurachem.
- Hadi, A. (2010). Penentuan Batas Deteksi Metode (Method Detection Level) Dan Batas Kuantifikasi (Limit Of Quantitation) Pengujian Sulfida Dalam Air Dan Air Limbah Dengan Biru Metilen Secara Spektrofotometri. *Jurnal Ecolab*, 4(2), 70–80. <https://doi.org/10.20886/jklh.2010.4.2.70-80>
- 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. <https://doi.org/10.22146/ijl.v2i3.57047>
- ISO (International Organization for Standardization). (2007). *ISO 7218 Microbiology of Food and Animal Feeding Stuffs* (3rd ed.). ISO.
- Kartikasari, L. E., & Utami, W. (2018). Penetapan Kadar Logam Pb Dan Cd Dalam Sediaan Spirulina Dengan Metode Spektroskopi Serapan Atom (SSA). *Jurnal Farmasi Sains Dan Praktis*, 4(2), 31–36. <https://doi.org/10.31603/pharmacy.v4i2.2318>
- Kaur, M., & Uniyal, P. (2017). Study on Structural, Multiferroic, Optical and Photocatalytic Properties of Ferroelectromagnetic Nanoparticles: Bi<sub>0.9</sub>Ba<sub>0.1</sub>Fe<sub>0.8</sub>Ti<sub>0.2</sub>O<sub>3</sub>. *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 30(2), 431–439. <https://doi.org/10.1007/s10948-016-3737-2>
- Lissimia, F., Riyadi, G. W., Tirta, R. B., & Anisa, A. (2021). Environmental Attributes Review of Muara Angke Fish Market and Auction, Jakarta, Indonesia. *International Journal of Built Environment and Scientific Research*, 5(1), 23–29. <https://doi.org/10.24853/ijbesr.5.1.23-30>
- Nuraini, Iqbal, & Sabhan. (2015). Analisis Logam Berat dalam Air Minum Isi Ulang (AMIU) dengan menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). *Jurnal Gravitasi*, 14(1): 36-.
- Nurmalawati, S., Banon, C., & Devirizanty, D. (2021). Validasi Dan Verifikasi Metode Uji Fosfat Dengan Spektrofotometer Uvi-Vis Di Laboratorium Kimia. *Jurnal Pengelolaan Laboratorium Sains Dan Teknologi*, 1(2), 68–76. <https://doi.org/10.33369/labsaintek.v1i2.18352>
- Pavithra, K. G., SundarRajan, P., Kumar, P. S., & Rangasamy, G. (2023). Mercury sources, contaminations, mercury cycle, detection and treatment techniques: A review. *Chemosphere*, 312, 137314. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2022.137314>
- Perelonia, K. B. S., Benitez, K. C. D., Banicod, R. J. S., Tadifa, G. C., Cambia, F. D., & Montojo, U. M. (2021). Validation of an analytical method for the determination of cadmium, lead and mercury in fish and fishery resources by graphite furnace and Cold Vapor Atomic Absorption Spectrometry. *Food Control*, 130, 108363. <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2021.108363>
- Rasyada, F., Agustin, S. D. P., & Naryono, E. (2019). Pengolahan Sampah Plastik Dan Kertas Di Jurusan Teknik Kimia Dengan Menggunakan Metode Dekomposisi Termal Sistem Direct. *Distilat: Jurnal Teknologi Separasi*, 5(2), 86–93. <https://doi.org/10.33795/distilat.v5i2.35>
- Ratnawati, N. A., Prasetya, A. T., & Rahayu, E. F. (2019). Validasi Metode Pengujian Logam Berat Timbal (Pb) dengan Destruksi Basah Menggunakan FAAS dalam Sedimen Sungai Banjir Kanal Barat Semarang. *Indonesian Journal of Chemical Science*, 8(1), 60–68.
- Robin, R. (2019). Fisheries Adaptive Mechanism Analysis and Livelihood Vulnerability At Jakarta Bay. *Sodality: Jurnal Sosiologi Pedesaan*, 6(3). <https://doi.org/10.22500/sodality.v6i3.20371>
- Simane, A., Oliveira, F. J. S., Filho, W. D. O. P., & Frescura, V. L. A. (2017). *Method Validation of Total Mercury in Petroleum Green Coke Samples By Cold Vapor Atomic Fluorescence Spectrometry ( CVAFS ): A Metrological Approach*. 3(2), 5–15.
- SNI (Standar Nasional Indonesia). (2006). *Tuna loin beku Bagian 2: Persyaratan bahan baku*.
- Sulistyaningrum, I., Git Utami, M. P., & Istiningrum, R. B. (2014). Perbandingan Metode Kalibrasi dan Adisi Standar untuk Penentuan Timbal Terlarut dalam Air Bak Kontrol Candi Borobudur Secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)-Nyala. *Jurnal Konservasi Cagar Budaya*, 8(2), 62–67. <https://doi.org/10.33374/jurnalkonservasicagarbudaya.v8i2.133>
- Trisnawati, N. N., Ayu, I. G., Sri, K., & Dewi, P. (2021). *Validasi Metode Uji Merkuri Menggunakan Inductively Coupled Plasmad Emission Spectrofotometri (ICPE) 9000*. 9, 24–28.
- U.S. EPA (U.S. Environmental Protection Agency). (1991). *Environmental Monitoring and Assessment Program*



- (EMAP) *Near Coastal Program Laboratory Methods for Filleting and Compositing Fish for Organic and Inorganic Contaminant Analyses*. Office of Research and Development, Environmental Research Laboratory, Narragansett, RI.
- U.S. EPA (U.S. Environmental Protection Agency). (2007). *Mercury In Solids and Solutions by Thermal Decomposition, Amalgamation, and Atomic Absorption Spectrophotometry*. Office of Research and Development, Washington, DC.
- Zhang, S., & Zhou, M. (2020). Comparison of DMA-80 and ICP-MS Combined with Closed-Vessel Microwave Digestion for the Determination of Mercury in Coal. *Journal of Analytical Methods in Chemistry*, 2020, 1–9. <https://doi.org/10.1155/2020/8867653>.