

# BAB I PENDAHULUAN

## 1.1 Latar Belakang

Keberadaan logam berat yang melebihi ambang batas di lingkungan memang menjadi suatu masalah yang merugikan. Pada kasus tertentu bahkan dalam konsentrasi yang rendah, beberapa logam berat dengan toksisitas tinggi dapat mempengaruhi kehidupan makhluk hidup khususnya bagi kehidupan akuatik salah satunya dikarenakan oleh logam merkuri (Hg). Hal ini dikarenakan banyaknya aktivitas manusia yang menghasilkan merkuri sebagai limbahnya seperti pertambangan emas dan kegiatan industri. Sumber alami terbesar merkuri di lingkungan adalah proses *degassing* kerak bumi, emisi dari gunung berapi, erosi atau pencucian dari deposit cinnabar (HgS), dan penguapan dari badan air alami [1].

Seperti yang telah diketahui, merkuri di lingkungan dapat berada dalam air [2], sedimen [3], rambut [4], darah [5], urin [4], dan biota laut [6]. Merkuri sebagai logam berat memiliki sifat yang stabil dan merupakan pencemar lingkungan yang persisten terhadap lingkungan perairan. Dalam sedimen, merkuri menunjukkan kadar yang lebih tinggi dibanding dalam air, karena dalam sedimen terjadi akumulasi logam berat yang menyebabkan penumpukkan di dasar perairan atau sedimentasi [2]. Oleh karena itu, penelitian ini dilakukan terhadap sampel sedimen. Berdasarkan hasil penelitian, bahwa sedimen yang terdapat di Sungai Cikijing memiliki kadar merkuri yang cukup tinggi, sehingga sampling dilakukan di daerah tersebut [3].

Penentuan kadar merkuri dalam sampel sedimen ini tentunya mengharuskan perlakuan digesti yang biasanya menggunakan pelarut asam. Pada sistem terbuka, digesti dengan asam terkonsentrasi pada suhu tinggi menyebabkan banyak kehilangan senyawa (organo) merkuri, sedangkan digesti pada suhu ruang memberikan oksidasi tak sempurna dari matriks sampel [7]. Untuk menghindari banyaknya merkuri yang hilang dan terbentuknya oksidasi yang sempurna maka diperlukan optimasi kondisi digesti seperti yang telah dilaporkan oleh Elisabeth Mohammed dkk (2017) bahwa merkuri dalam jaringan otot ikan hiu paling

optimum dilakukan menggunakan reagen  $\text{HNO}_3$  pada suhu  $85\text{ }^\circ\text{C}$  selama 120 menit [8]. Optimasi serupa dilakukan dengan menggunakan sampel sedimen.

Optimasi dilakukan dengan beberapa variabel diantaranya reagen asam untuk digesti, suhu digesti serta waktu atau lamanya proses digesti. Berdasarkan kemampuan oksidasinya, reagen digesti yang biasa digunakan adalah asam-asam kuat seperti  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{HCl}$ ,  $\text{HF}$ , dan  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Banyak campuran asam yang biasa digunakan untuk digesti sampel tanah, seperti  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HNO}_3/\text{HCl}$ , seringkali untuk meningkatkan kemampuan oksidasi reagen ditambahkan dengan oksidator kuat seperti  $\text{KMnO}_4$ ,  $\text{HClO}_4$ , dan  $\text{H}_2\text{O}_2$ , karena digesti dengan hanya satu asam telah menunjukkan %*recovery* yang tidak sempurna [7]. Pada penelitian ini reagen yang digunakan adalah  $\text{HNO}_3$ , akua regia, dan campuran  $\text{HNO}_3:\text{H}_2\text{O}_2$ . Asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) yang dibuat campuran dengan hidrogen klorida ( $\text{HCl}$ ) dengan perbandingan 1:3 atau yang biasa disebut akua regia/ air raja menghasilkan senyawa nitrosil klorida dan klorin yang merupakan oksidator kuat. Selain asam, tingginya suhu akan meningkatkan energi kinetik ( $E_k$ ) rata-rata sehingga meningkatkan tumbukan antara asam dengan sampel. Suhu digesti yang digunakan ditentukan melalui titik didih asam dan volatilitas analit, dimana titik didih dari asam nitrat adalah  $120\text{ }^\circ\text{C}$ , akuaregia  $108\text{ }^\circ\text{C}$ , dan campuran asam nitrat dan hidrogen peroksida perbandingan 1:1 adalah  $85\text{ }^\circ\text{C}$ . Fungsi dari waktu digesti adalah untuk mengontrol lama penguraian matriks sampel oleh agen pengoksidasi. Dimana semakin lama proses penguraian akan meningkatkan proses eksotermis yang berpengaruh terhadap proses pelarutan logam dan matriks sampel [8].

Optimasi kondisi digesti yang dilakukan terhadap sampel akan mempengaruhi kadar dari logam yang akan ditentukan. Pengukuran kadar logam biasanya menggunakan instrumen *Flame-Atomic Absorption Spectrophotometer* (F-AAS) dengan limit deteksi mencapai satuan mg/L. Namun, untuk logam Hg karena memiliki sifat yang mudah menguap menyebabkan pengukuran menggunakan instrumen F-AAS menjadi kurang teliti karena lebih banyak Hg yang terkondensasi bersama sisa buangan, yaitu sekitar 90%. Untuk itu, diperlukan instrumen yang lebih sensitif dengan limit deteksi yang lebih tinggi agar dapat mengukur kadar Hg secara maksimal. Salah satunya dengan menggunakan teknik *Vapor Generation Accessory-Atomic Absorption Spectrophotometer* (VGA-AAS) yang merupakan

modifikasi dari SSA. VGA-AAS ini memiliki sensitivitas yang lebih baik dibandingkan SSA dalam menentukan *trace elements*. Selain untuk penentuan Hg, instrumen ini dapat menganalisis logam lain seperti arsen (As) [9], antimony (Sb), bismut (Bi), selenium (Se), telurium (Te), tin (Sn) [10]. Dalam sedimen sendiri teknik VGA-AAS ini dapat mengukur logam As, Bi, Cd, Ge, Hg, Pb, Sb, Se, Sn dan Te [11].

Untuk mendukung data hasil analisis, diperlukan rangkaian validasi metode dalam analisis merkuri menggunakan instrumen VGA-AAS sehingga metode tersebut dapat diterima. Validasi metode ini akan menunjukkan apakah metode yang digunakan sudah tepat dan sesuai, selain itu validasi metode ini juga dapat menunjukkan kelayakan instrumen dalam menganalisis. Kali ini parameter validasi metode yang digunakan yaitu linearitas, presisi, akurasi, limit deteksi dan limit kuantisasi.

Penelitian ini bertujuan untuk menentukan metode digesti yang optimum, efektif dan efisien untuk menganalisis merkuri dalam sampel sedimen Sungai Cikijing melalui beberapa variabel, yaitu jenis reagen, suhu dan waktu dengan sistem terbuka. Digesti menggunakan sistem terbuka memberikan kemudahan yaitu, alat-alatnya mudah didapat dan juga tidak perlu mengeluarkan biaya yang besar (*low cost*).

## **1.2 Rumusan Masalah**

Berdasarkan latar belakang di atas maka permasalahan yang perlu dirumuskan adalah sebagai berikut:

1. Kondisi digesti seperti apa yang dapat memberikan hasil tertinggi dalam analisis sedimen berdasarkan reagen, suhu, dan waktu digesti yang digunakan?
2. Bagaimana hasil validasi metode analisis merkuri dalam sampel sedimen?

## **1.3 Batasan Masalah**

Berdasarkan permasalahan yang telah dirumuskan, penelitian ini akan dibatasi pada beberapa masalah berikut:

1. Sampling sedimen dilakukan di Desa Cimanggung yang merupakan hulu sungai di aliran sungai Cikijing, Rancaekek.

2. Asam yang digunakan sebagai reagen pendestruksi adalah asam nitrat, akua regia ( $\text{HNO}_3:\text{HCl}$ , 1:3), dan  $\text{HNO}_3:\text{H}_2\text{O}_2$  (1:1) dengan *grade* teknis.
3. Digesti sampel sedimen dilakukan pada suhu 25 °C, 60 °C, 85 °C, dan 100 °C.
4. Variasi waktu digesti, diantaranya 24 menit, 48 menit, 72 menit, 96 menit, dan 120 menit.
5. Analisis merkuri dalam sedimen dilakukan menggunakan instrumen VGA-AAS.

#### **1.4 Tujuan Penelitian**

Berdasarkan latar belakang dan rumusan masalah yang diajukan, tujuan dilakukannya penelitian ini adalah untuk menemukan metode yang sederhana, efektif dan efisien melalui optimasi dengan cara:

1. Memperoleh kombinasi paling efektif dan efisien dari reagen, suhu, dan waktu digesti.
2. Memperoleh validasi dari metode yang digunakan dalam analisis merkuri.

#### **1.5 Manfaat Penelitian**

Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi khususnya untuk bidang pendidikan, mengenai metode yang efektif, efisien, juga dengan biaya yang relatif murah dalam proses preparasi sampel untuk menentukan kandungan logam merkuri (Hg) dalam sedimen setelah dilakukan optimasi kondisi preparasi sampel.