

Validasi Metode Pengujian Metil Merkuri (Me-Hg) dalam Sampel Biota menggunakan *Mercury Analyzer*

Validation of Methyl Mercury (Me-Hg) Testing Method in Biota Sample using Mercury Analyzer

Siti Masitoh, Nurmalia Safitri, Muhammad Azzam, dan Adi Mulyadi

Pusat Standardisasi Instrumen Kualitas Lingkungan Hidup. Kawasan BJ Habibie BRIN Gedung 210 Jalan Raya Serpong Tangerang Selatan. 153114 Banten

E-mail: kiyi_06@yahoo.com

Diterima 15 Februari 2024, direvisi 22 Februari 2024, disetujui 28 Maret 2024

ABSTRAK

Validasi metode pengujian Metil Merkuri (Me-Hg) dalam sampel Biota menggunakan *Mercury Analyzer*. Merkuri (Hg) merupakan salah satu logam berat yang sangat berbahaya bagi kesehatan dan lingkungan hidup karena bersifat toksik, persisten, bioakumulasi dan dapat berpindah dalam jarak jauh di atmosfer. Hg dapat berupa senyawa anorganik dan organik. Salah satu senyawa merkuri organik berbahaya adalah metil merkuri (Me-Hg). Merkuri di lingkungan dapat diubah oleh bakteri menjadi metilmerkuri, kemudian terbioakumulasi (bioakumulasi terjadi ketika suatu organisme mengandung konsentrasi zat yang lebih tinggi daripada lingkungan) pada ikan dan kerang. Metil merkuri juga mengalami biomagnifikasi. Misalnya, ikan pemangsa besar lebih mungkin memiliki kadar merkuri yang tinggi sebagai akibat dari makan banyak ikan kecil yang telah memperoleh merkuri melalui konsumsi plankton (WHO, 2017). Pengujian Me-Hg dalam matriks biota dilakukan pada sampel ikan, sebagai bagian dari kajian pencemaran lingkungan untuk mendukung implementasi Peraturan Presiden (PERPRES) Nomor 21 Tahun 2019. Rencana Aksi Nasional Pengurangan dan Penghapusan Merkuri atau PP 21:2019 RAN PPM terkait mensupport ketersediaan metode pengujian. Laboratorium Pusat Standardisasi Instrumen dan Kualitas Lingkungan Hidup (PSIKLH) melakukan validasi pengujian Me-Hg dalam sampel biota berupa ikan dengan mengadopsi metode kegiatan *The International Measurement Evaluation Programme* (IMEP) yaitu IMEP-115: *Determination of Methylmercury in Seafood by Elemental Mercury Analysis: Collaborative Study*. Kegiatan dilakukan pada bulan Februari - Agustus 2023. Senyawa metil merkuri (MeHg) dalam contoh uji diekstraksi menggunakan metode ekstraksi cair-cair dengan pelarut organik dan larutan L-Cystein, dan kemudian dianalisis dengan menggunakan *mercury analyzer*. Validasi dilaksanakan dengan memperhatikan aspek penentuan kurva kalibrasi, linearitas, limit deteksi metode dan limit kuantifikasi, akurasi, presisi, dan ketahanan metode. Pengujian dilakukan dengan menggunakan *Certified Reference Material* (CRM) DORM-4 yang memiliki kisaran konsentrasi $0,355 \pm 0,028$ mg/kg. Hasil validasi laboratorium PSIKLH menunjukkan limit deteksi sebesar 0,01 mg/kg, limit kuantifikasi sebesar 0,05 mg/kg, dengan nilai akurasi dan presisi memenuhi syarat keberterimaan (AOAC 2016).

Kata kunci: Metil merkuri, *mercury analyzer*, L-Cystein, validasi, biota, ikan.

ABSTRACT

Validation of Methyl Mercury (Me-Hg) in Biota sample using Mercury Analyzer. Mercury (Hg) is a heavy metal that is very dangerous for health and the environment because it is toxic, persistent, bioaccumulating and can move long distances in the atmosphere. Hg can be in the form of inorganic and organic compounds. One of the dangerous organic mercury compounds is methyl mercury (Me-Hg). Mercury in the environment can be converted by bacteria into methylmercury, then bioaccumulates (bioaccumulation occurs when an organism contains a higher concentration of the substance than the environment) in fish and shellfish. Methylmercury also undergoes biomagnification. For example, large predatory fish are more likely to have high levels of mercury as a result of eating many small fish that

have eaten mercury through consuming plankton (WHO, 2017). Me-Hg testing in the biota matrix was carried out on fish samples, as part of an environmental pollution study to support the implementation of PP 21:2019 RAN PPM related to supporting the availability of test methods. The Central Laboratory for Instrument Standardization and Environmental Quality (PSIKLH) validated Me-Hg testing in biota samples in the form of fish by adopting a method based on The International Measurement Evaluation Programme IMEP-115: Determination of Methylmercury in Seafood by Elemental Mercury Analysis: Collaborative Study. These activities were carried out in February - August 2023. Me-Hg compound in the test samples was extracted using the liquid extraction method- liquid with organic solvent and L-Cystein solution and then analyzed using a mercury analyzer. Validation is carried out by focusing on aspects of determining the calibration curve, linearity, method detection limits and quantification limits, accuracy, precision and method robustness. The test was carried out using Certified Reference Material (CRM) DORM-4 which has a concentration range of 0.355 ± 0.028 mg/kg. PSIKLH laboratory validation results show a detection limit of 0.01 mg/kg, a quantification limit of 0.05 mg/kg, with accuracy and precision values meeting acceptance requirements (AOAC 2016).

Keywords: Methyl mercury, mercury analyzer, L-Cystein, validation, biota, fish.

1. Pendahuluan

Perubahan iklim telah menjadi salah satu Merkuri adalah logam berat yang sangat beracun dan berbahaya bagi organisme air dan juga manusia. Merkuri tidak dapat didegradasi oleh bakteri sehingga dapat menumpuk di perairan. Merkuri dapat masuk ke dalam air karena aktivitas penambangan, residu pembakaran batubara, limbah pabrik, fungisida, pestisida, limbah rumah tangga dan sebagainya (DY. Pratiwi, 2020)

Merkuri sangat berbahaya bagi kesehatan manusia dan lingkungan hidup, hal ini dikarenakan logam tersebut bersifat neurotoksik, persisten, bioakumulasi dan dapat berpindah dalam jarak jauh di atmosfer (Koenigsmark et al., 2021; Pino et al., 2018; Wang et al., 2021). Bagian dari Hg dalam bentuk senyawa organik yang berbahaya adalah metilmerkuri (Me-Hg) (Council, 2000). Polutan Me-Hg terbentuk dari merkuri anorganik dengan adanya organisme anaerob yang hidup di sistem perairan. Bentuk MeHg paling banyak ditemukan dalam lingkungan akuatik (air tawar, air laut dan lahan basah). Me-Hg merupakan hasil biometilasi merkuri anorganik yang ada pada permukaan sedimen akuatik oleh bakteri

pereduksi sulfat anaerob (Rodrigues et al., 2023). Me-Hg banyak ditemukan dalam ikan karena mengalami bioakumulasi dan biomagnifikasi sepanjang rantai makanan. Istilah bioakumulasi diartikan sebagai pengambilan, penyimpanan, dan akumulasi kontaminan organik dan anorganik oleh organisme dari lingkungannya. Oleh karena itu, bioakumulasi dihasilkan dari interaksi kompleks antara berbagai jalur penyerapan, ekskresi, pelepasan pasif, dan metabolisme. Untuk ikan, proses bioakumulasi mencakup dua jalur penyerapan: penyerapan bahan kimia yang terbawa air melalui air, dan penyerapan makanan melalui konsumsi partikel makanan yang terkontaminasi. Kontribusi terhadap bioakumulasi yang dihasilkan dari paparan air dan diserap oleh insang disebut biokonsentrasi. Kontribusi terhadap bioakumulasi akibat paparan makanan melalui penyerapan oleh mukosa usus disebut biomagnifikasi (Streit, 1998). MeHg bersifat mudah diabsorpsi dalam usus, dapat disimpan dalam jaringan, dan dapat menembus barrier darah-otak (de Almeida Rodrigues et al., 2019).

Toksisitas merkuri organik yang lebih tinggi dari Hg anorganik disebabkan oleh

proses metilasi akibat organisme anaerob. Selain cepat terdekomposisi kembali, organo merkuri juga bersifat lipofilik dalam tubuh organisme sehingga menyebabkan lebih terakumulasi dan terbiomagnifikasi dibandingkan bentuk logam berat lainnya (Jia *et al.*, 2018). Hg terakumulasi oleh organisme akuatik dalam bentuk metil merkuri atau ion Hg^{2+} semua tingkat jejaring makanan (Haraguchi *et al.*, 2020). Me-Hg memiliki afinitas yang tinggi terhadap anion yang mengandung sulfur. Me-Hg adalah bentuk kimia utama dari spesi (zat kimia) Hg pada rambut (80%-90%) pada populasi umum (Akagi *et al.*, 1995; Haraguchi *et al.*, 2020).

Diawali dengan emisi dan transport dari lingkungan akuatik dan diakhiri dengan bioakumulasi MeHg. Hg mengalami perpindahan jarak jauh dalam bentuk merkuri elemental Hg^0 . Hg elemental kemudian teroksidasi dalam atmosfer menjadi merkuri reaktif dalam bentuk gas $Hg(II)$ yang dapat terdeposit melalui presipitasi dan adanya kontak langsung dengan air (S. a. Lindberg & Stratton, 1998). Setelah itu, bakteri anaerob dapat mengkonversi $Hg(II)$ menjadi metilmerkuri yang akan mengalami bioakumulasi dan biokonsentrasi pada rantai makanan akuatik. Jumlah $Hg(II)$ yang dikonversi menjadi MeHg tergantung pada berbagai reaksi biotik dan abiotik yang mengkonversi Hg dalam berbagai bentuk seperti fotodegradasi dan reaksi redoks. Hal tersebut akan mempengaruhi jumlah Hg yang terserap, terkubur di dasar laut (dalam sedimen), dan teremisikan kembali ke atmosfer (S. Lindberg *et al.*, 2007). MeHg merupakan bentuk merkuri yang mudah diserap oleh organisme dan terbioakumulasi dalam jaringan. Metal merkuri yang diproduksi dalam laut diserap oleh alga mikroskopik yang kemudian dikonsumsi oleh zooplankton, dimakan oleh ikan kecil, dan akhirnya dimakan oleh ikan besar (S. Lindberg *et al.*, 2007). Semakin tinggi tingkat trofik organisme dalam rantai

makanan, semakin tinggi tingkat kontaminasi metilmerkuri. Ikan pemangsa (predator) seperti ikan todak (*swordfish*) dan tuna dapat mengandung kontaminasi metilmerkuri 10-100 juta kali lebih tinggi dibandingkan dengan konsentrasi metilmerkuri pada permukaan air laut yang mengelilinginya (Chen, 2012).

Pencemaran lingkungan yang disebabkan oleh senyawa merkuri organik sangat berbahaya terhadap kesehatan manusia dan lingkungan. Terhadap keberadaan senyawa merkuri organik, Indonesia telah meratifikasi konvensi Minamata, dengan fokus pada penghapusan pemakaian merkuri pada pertambangan besar dan pertambangan rakyat khususnya Pertambangan Emas Skala Kecil. Saat ini masih banyak PESK yang mempergunakan merkuri dalam proses pengolahan bijih emas. Kesadaran masyarakat akan dampak kesehatan akibat penggunaan merkuri masih sangat rendah. Penyebabnya antara lain karena belum tersedianya teknologi pengganti pengolahan emas yang aman bagi lingkungan, mengakibatkan merkuri masih banyak dipakai dalam mengolah bijih emas menjadi emas murni. Dalam perlindungan terhadap lingkungan dibutuhkan data yang dihasilkan oleh laboratorium dan metode pengujian yang sesuai. Saat ini keterbatasan metode pengujian metil merkuri untuk berbagai matriks lingkungan sehingga disusunlah metode pengujian metil merkuri dalam biota (PSIKLH, 2023).

Kajian ini bertujuan untuk memastikan bahwa laboratorium PSIKLH mampu melakukan pengujian Me-Hg menggunakan *mercury analyzer* sekaligus mendapatkan nilai MDL dan LoQ parameter Me-Hg dalam sampel biota (*flora* dan *fauna*). Dengan adanya peningkatan kapasitas laboratorium pengujian Me-Hg dalam biota, diharapkan dapat menunjang rencana aksi nasional pengurangan dan penghapusan merkuri (RANPPM) di Indonesia ("P.81/MENLHK/SETJEN/KUM.1/10/2019", 2019).

Pengujian metal merkuri menggunakan metode *in house* berdasarkan kegiatan *The International Measurement Evaluation Programme* (IMEP) yaitu IMEP-115: *Determination of Methylmercury in Seafood by Elemental Mercury Analysis: Collaborative Study*. Kegiatan ini diorganisir oleh *European Union Reference Laboratory for Heavy Metals in Feed and Food* (EURL-HM). Senyawa metil merkuri (MeHg) dalam contoh uji diekstraksi menggunakan metode ekstraksi cair-cair dengan pelarut organik dan larutan *L-Cystein*. kemudian dianalisis menggunakan *mercury analyzer*. Laboratorium harus menggunakan metode yang tepat sesuai dengan maksud pengujian. Laboratorium harus melakukan pengujian kesesuaian metode melalui uji validasi setelah melakukan pemilihan metode (BSN, 2017). Parameter yang digunakan dalam validasi metode yaitu ketepatan (akurasi), presisi, reprodusibilitas, linieritas, MDL (*Method Detection Limit*), LoQ (*Limit of Quantitation*) serta *ruggedness* (ketahanan) (Magnusson, 2014). Hasil validasi metode yang telah memenuhi syarat keberterimaan menunjukkan bahwa metode tersebut valid dan dapat digunakan di laboratorium (AOAC, 2016).

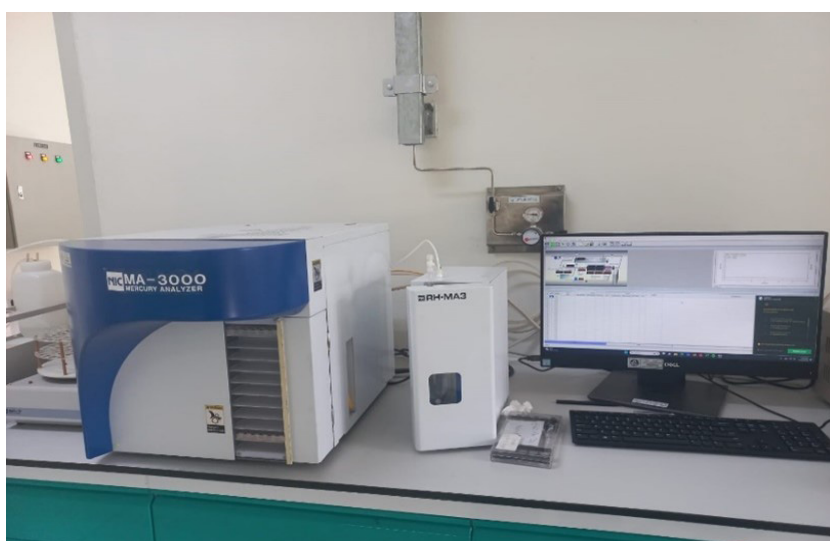
2. Metodologi

Pengujian mengacu pada metode *in house* berdasarkan kegiatan *The International Measurement Evaluation Programme* (IMEP) yaitu IMEP-115: *Determination of Methylmercury in Seafood by Elemental Mercury Analysis: Collaborative Study*. Kegiatan ini diorganisir oleh *European Union Reference Laboratory for Heavy Metals in Feed and Food* (EURL-HM) untuk validasi metode penentuan Me-Hg dalam boga laut (*seafood*) yang tercantum pada *Joint Research Center Technical Report* tahun 2013 dan USEPA 7373 tahun 2007 (Cordeiro et al., 2014). Kegiatan validasi pengujian dilakukan di laboratorium Merkuri dan Metrologi PSIKLH Serpong bulan Februari – Agustus 2023.

2.1. Peralatan dan Bahan

Alat yang akan digunakan antara lain, gelas piala, labu ukur, kaca arloji, neraca analitik, pipet, centrifuge, *vial* 2 ml, *Mercury Analyzer* NIC MA 3000, *sample boat*, dan pinset.

Bahan yang digunakan adalah standar Hg, *Certified Reference Material* (CRM) biota (DORM 4), aseton, n-heksan, HBr p, toluene, natrium sulfat, natrium asetat,



Sumber: PSIKLH (2023)

Gambar 1. Mercury Analyzer NIC MA 3000

larutan *L-Cysteine* 1%, etanol, HCl 37%, aquades, dan gas O₂.

2.2. Prosedur

Sebanyak ± 0,5 g sampel (CRM Dorm 4) ditimbang dalam tabung sentrifuse 50 mL, ditambahkan 10 ml HBr dan 20 ml toluene, lalu dihomogenkan dengan *shaker* selama 2 menit dan disentrifus pada 3000 rpm selama 10 menit sehingga terdapat 2 fase. Diambil larutan fase air ke dalam tabung sentrifus 50 mL, ditambahkan 15 ml toluene lalu disentrifusi pada 3000 rpm selama 10 menit. Ambil larutan fasa organik dan gabung dengan larutan fasa organik awal, kemudian ditambah 6 ml *L-cysteine* 1%, dikocok dengan *shaker* selama 2 menit, dan disentrifusi pada 3000 rpm selama 10 menit, ambil 2-3 mL larutan fase air, masukkan ke dalam vial, ukur dengan *mercury analyzer*. Jika terjadi emulsi, ketuk beberapa kali ke meja, sentrifuse ulang dengan kecepatan lebih tinggi (sekitar 5000 rpm selama 10 menit). Jika larutan ekstrak masih terbentuk emulsi (emulsi tidak hilang), maka ditambahkan isopropanol, dikocok pada *shaker* lalu sentrifusi ulang, tergantung kondisi sampel jika tidak terjadi emulsi,

maka larutan ekstrak ini langsung disimpan dalam *vial* dan stabil selama 1 minggu di lemari es.

Perhitungan konsentrasi Me-Hg dalam contoh uji biota :

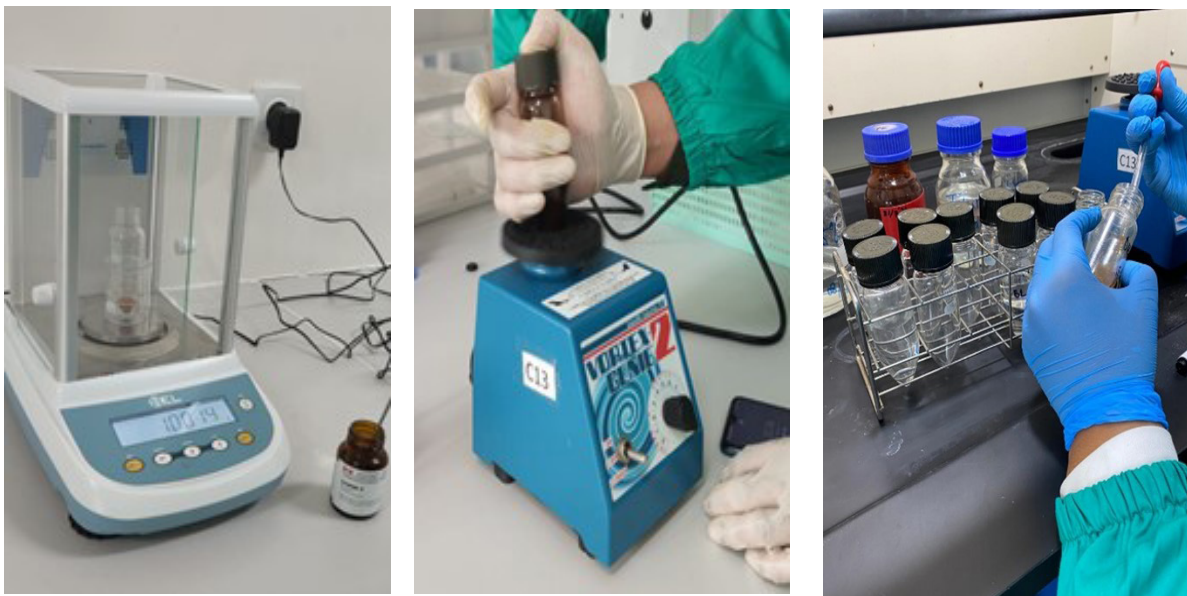
$$Cx = \frac{C}{B} \times Va \dots\dots\dots(1)$$

Keterangan :

- Cx : konsentrasi MeHg (ug/g)
- C : konsentrasi yang diperoleh dari alat (ug/mL)
- B : Berat contoh uji (g)
- Va : volume akhir (mL)

3. Hasil dan Pembahasan

Pengujian Me-Hg di PSIKLH menggunakan metode in house berdasarkan kegiatan *The International Measurement Evaluation Programme* (IMEP) yaitu IMEP-115: *Determination of Methylmercury in Seafood by Elemental Mercury Analysis: Collaborative Study*. Kegiatan ini diorganisir oleh *European Union Reference Laboratory for Heavy Metals in Feed and Food* (EURL-HM) dan USEPA 7373 tahun 2007, sehingga perlu dilakukan validasi metode.



Sumber: PSIKLH (2023)

Gambar 2. Tahapan pengujian Me-Hg dalam biota

Senyawa metil merkuri Me-Hg dalam contoh uji diekstraksi menggunakan metode ekstraksi cair-cair dengan pelarut organik dan larutan *L-Cystein* kemudian dianalisis menggunakan mercury analyzer (Cordeiro et al., 2014; Menseh, 2004). Dalam pembuatan kurva kalibrasi dengan NIC MA-3000 ini digunakan pada kisaran 0,5 – 2000 ng.

DORM-4 merupakan CRM protein ikan untuk *trace metals* yang diproduksi oleh *National Research Council of Canada* (NRC-CNRC). CRM digunakan dalam prosedur kalibrasi dan pengembangan metode penentuan jejak logam pada fauna laut dan bahan matriks serupa. Bahan referensi ini dibuat dari homogenat protein ikan. Bahan yang homogen diproduksi menggunakan prosedur hidrolisis enzim setelah pengangkatan tulang dan sebagian besar minyak. Hidrolisat protein dikeringkan dan diayak hingga lolos saringan 297 µm, dicampur dan disimpan dalam botol, kemudian disterilkan dengan melakukan iradiasi gamma dosis minimum 25 kGy di Canadian Irradiation Centre, Laval, Quebec (Willie et al., 2012).

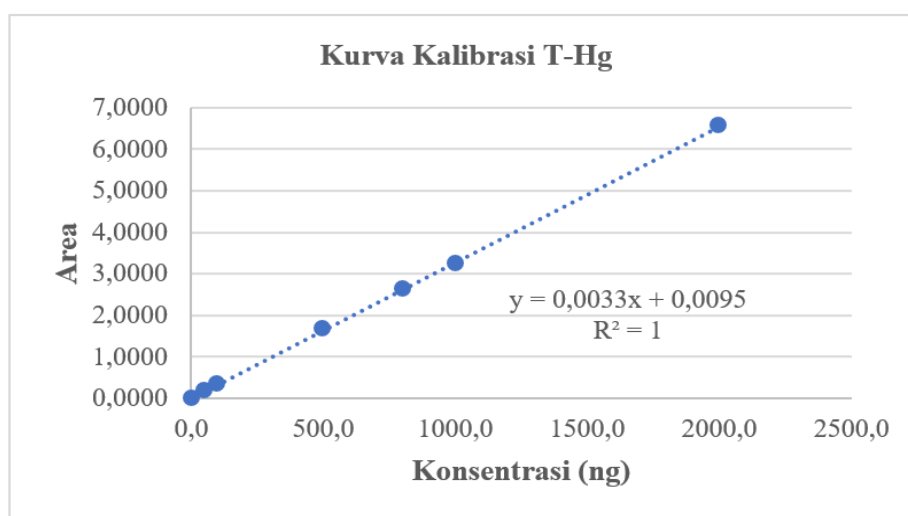
Tahapan validasi metode diawali dengan pembuatan deret standar untuk penentuan linearitas. Linearitas pada validasi dilakukan dengan cara mengukur konsentrasi Me-Hg dalam larutan deret

standar yang diukur pada masing- masing konsentrasi. Hasil validasi pengujian berupa kurva kalibrasi, pengecekan linearitas menggunakan Anova, perhitungan limit deteksi, akurasi dan presisi disajikan dalam Tabel 1.

Tabel 1. Kurva kalibrasi T-Hg

Konsentrasi (ng)	Area
0,5	0,0022
50	0,1726
100	0,3407
500	1,6719
800	2,6227
1000	3,2586
2000	6,5602
<i>Method slope</i>	0,0033
<i>Intercept</i>	0,0095
<i>Correlation determination (R)</i>	1,0000
<i>Correlation coefficient (r)</i>	1,0000
Batas keberterimaan	r ≥ 0,995

Berdasarkan hasil perhitungan secara statistik melalui anova, terbukti bahwa pengujian me-hg dalam biota menggunakan *mercury analyzer* NIC MA-3000 pada tingkat kepercayaan 95%, signifince F atau P-value ≤ 0,05 yaitu 3,9.10⁻¹² sehingga garis yang terbentuk tersebut merupakan garis regresi linear.



Sumber: PSIKLH (2023)

Gambar 3. Kurva Kalibrasi standar T-Hg

Tabel 2. *Analysis of variance (Anova)*

<i>Regression Statistics</i>	
<i>Multiple R</i>	0,99998
<i>R Square</i>	0,99996
<i>Adjusted R Square</i>	0,99995
<i>Standard Error</i>	0.01663
<i>Observations</i>	7

	<i>df</i>	<i>SS</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>	<i>Significance F</i>
<i>Regression</i>	1	32,90057025	32,90057	119028,4	3,88274E-12
<i>Residual</i>	5	0,001382047			
<i>Total</i>	6	32,9019523			

	<i>Coefficients</i>	<i>Standard Error</i>	<i>t Stat</i>	<i>P-value</i>	<i>Lower 95%</i>	<i>Upper 95%</i>	<i>Lower 95,0%</i>	<i>Upper 95,0%</i>
<i>Intercept</i>	0,00951	0,0087	1,0917	0,3247	-0,0129	0,0319	-0,0129	0,0319
<i>X Variable 1</i>	0,00327	9,48E-06	345,00	3,9E-12	0,0032	0,0033	0,0032	0,0033

Tabel 3. Penentuan *Method Detection Limit (MDL)* dan *Limit of Quantitation (LOQ)*

No	Parameter	Hasil Pengujian	Keterangan
1.	Limit deteksi (mg/kg)		Kisaran sertifikat DORM-4
	α. Rerata konsentrasi	0.3485	0.355 ± 0,028 mg/kg
	β. Standar deviasi	0,0046	Syarat keberterimaan: batasan akurasi
	χ.% Rec	98,18	(% Rec: 80-110%)
	δ.%RSD	1,312	
	ε. MDL	0,0144	
	φ.LoQ	0.0457	
	Kesimpulan limit deteksi	DITERIMA	
2.	Akurasi dan presisi		
	a. Akurasi		Syarat keberterimaan:
	- %Rec	96.0	- Akurasi (% Rec: 80-110%)
	- %Bias	4,028	- Repitabilitas (%RSD≤0,67 Horwitz)
	b. Presisi		- Reprodusibilitas (%RSD≤Horwitz)
	Repitabilitas		
	- Pengujian I		
	% RSD	2,65	
	0,67 Horwitz	12,6	
	- Pengujian II		
	% RSD	1,94	
	0,67 Horwitz	12,62	
	Reprodusibilitas		
	% RSD	3,29	
	Horwitz	18,82	
	Kesimpulan akurasi dan presisi	DITERIMA	

Nilai LOQ MeHg pada contoh uji menggunakan CRM biota DORM-4 adalah 0,05 mg/kg. Hasil reipitabilitas yang dilakukan oleh kedua analis pada pengujian 1 dan 2 adalah 2,65% dan 1,94 % telah memenuhi syarat yaitu %RSD < 12,6. Begitu juga hasil reproduibilitas % RSD yaitu 3,29 %, hal ini telah memenuhi syarat yaitu % RSD < 18.82%, sedangkan % akurasi (% *recovery*) yaitu 96% , hal ini telah memenuhi syarat keberterimaan yaitu 80-110 %.

Hasil validasi di atas membuktikan kompetensi dan kemampuan laboratorium PSIKLH dalam hal pengujian Me-Hg dalam sampel biota. Hasil analisis CRM berupa ikan memperkuat hasil validasi. Validasi pengujian Me-Hg menjadi penting karena sebagai data pendukung dalam perumusan RSNI Me-Hg dalam sampel biota khususnya sampel ikan.

4. Simpulan

Berdasarkan analisis data dapat disimpulkan bahwa laboratorium PSIKLH telah melakukan validasi metode pengujian Me-Hg dalam matriks biota menggunakan sampel ikan. Hasil validasi menunjukkan nilai MDL sebesar 0,01 mg/kg. LoQ sebesar 0,05 mg/kg.

5. Ucapan Terima Kasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang terlibat dalam kegiatan ini, yaitu PSIKLH-KLHK yang menyediakan fasilitas, sumber daya, dan dana pemantauan, serta seluruh tim yang melakukan sampling dan analisis di masing-masing laboratorium.

6. Kepengarangan

Seluruh penulis merupakan suatu kesatuan tim tak terpisahkan yang memberikan kontribusi dalam tiap bagiannya. Penulis pertama dan kedua melakukan observasi dan verifikasi metode, pengolahan, dan penyusunan tulisan. Penulis

ketiga dan keempat melakukan kegiatan pengujian.

Daftar Pustaka

- Akagi, H., Malm, O., Kinjo, Y., Harada, M., Branches, F. J., Pfeiffer, W. C., & Kato, H. (1995). Methylmercury pollution in the Amazon, Brazil. *Science of the Total Environment*, 175(2), 85-95.
- AOAC. (2016). Guidelines for standard method performance requirements *Appendix F*. Rockville, MD: AOAC International.
- BSN. (2017). SNI ISO/IEC 17025:2017 *Persyaratan Umum Kompetensi Laboratorium Pengujian dan Laboratorium Kalibrasi*. Jakarta: BSN.
- Cordeiro, F., Calderón, J., Gonçalves, S., Lourenço, M. H., Robouch, P., Emteborg, H., . . . De la Calle, M. B. (2014). IMEP-115: Determination of methylmercury in seafood by elemental mercury analysis: Collaborative study. *Journal of AOAC International*, 97(2), 593-597.
- Council, N. R. (2000). Toxicological effects of methylmercury.
- de Almeida Rodrigues, P., Ferrari, R. G., Dos Santos, L. N., & Junior, C. A. C. (2019). Mercury in aquatic fauna contamination: a systematic review on its dynamics and potential health risks. *Journal of Environmental Sciences*, 84, 205-218.
- Haraguchi, K., Sakamoto, M., Matsuyama, A., Yamamoto, M., Hung, D. T., Nagasaka, H., . . . Horvat, M. (2020). Development of human hair reference material supporting the biomonitoring of methylmercury. *Analytical Sciences*, 36(5), 561-567.
- Jia, Q., Zhu, X., Hao, Y., Yang, Z., Wang, Q., Fu, H., & Yu, H. (2018). Mercury in soil, vegetable and human hair in a typical mining area in China: Implication for human exposure. *Journal of Environmental Sciences*, 68, 73-82.
- Koenigsmark, F., Weinhouse, C., Berky, A. J., Morales, A. M., Ortiz, E. J., Pierce, E. M., . . . Hsu-Kim, H. (2021). Efficacy of hair total mercury content as a biomarker of methylmercury exposure to communities

- in the area of artisanal and small-scale gold mining in madre de dios, Peru. *International Journal of Environmental Research and Public Health*, 18(24), 13350.
- Lindberg, S., Bullock, R., Ebinghaus, R., Engstrom, D., Feng, X., Fitzgerald, W., . . . Seigneur, C. (2007). A synthesis of progress and uncertainties in attributing the sources of mercury in deposition. *AMBIO: a Journal of the Human Environment*, 36(1), 19-33.
- Lindberg, S.a., & Stratton, W. (1998). Atmospheric mercury speciation: Concentrations and behavior of reactive gaseous mercury in ambient air. *Environmental Science & Technology*, 32(1), 49-57.
- Magnusson, B. (2014). The fitness for purpose of analytical methods: a laboratory guide to method validation and related topics (2014): Eurachem.
- Mensh, M. (2004). Direct mercury analysis of soil, sediments and waste waters using method 7473. *Soil & Sediment Contamination*, 13(2), 150.
- P.81/MENLHK/SETJEN/KUM.1/10/2019 (2019).
- Pino, A., Bocca, B., Forte, G., Majorani, C., Petrucci, F., Senofonte, O., & Alimonti, A. (2018). Determination of mercury in hair of children. *Toxicology Letters*, 298, 25-32.
- PSIKLH. (2023). *Laporan Pengelolaan dan Pengembangan Laboratorium Merkuri dan Metrologi Lingkungan* Retrieved from Serpong:
- Rodrigues, E. T., Coelho, J. P., Pereira, E., & Pardal, M. A. (2023). Are mercury levels in fishery products appropriate to ensure low risk to high fish-consumption populations? *Marine Pollution Bulletin*, 186, 114464.
- Streit, B. (1998). Bioaccumulation of contaminants in fish. *Fish Ecotoxicology*, 353-387.
- Wang, Y., Li, L., Yao, C., Tian, X., Wu, Y., Xie, Q., & Wang, D. (2021). Mercury in human hair and its implications for health investigation. *Current Opinion in Environmental Science & Health*, 22, 100271.
- Willie, S., Brophy, C., Clancy, V., Lam, J., Sturgeon, R., & Yang, L. (2012). DORM-4: Fish protein certified reference material for trace metals (1 ed.): National Research Council of Canada.