

Tersedia online di: <http://ejournal-balitbang.kkp.go.id/index.php/btla>

ANALISIS STATISTIK HASIL UJI BANDING NITRIT ($\text{NO}_2\text{-N}$) DAN AMONIA ($\text{NH}_3\text{-N}$) DENGAN MENGGUNAKAN UJI DIXON DAN Z-SCORE

Dina Sri Wardhani dan Inna Nurbayanti

Balai Penelitian Pemuliaan Ikan

Jl. Raya 2 Sukamandi, Patokbeusi, Subang, Jawa Barat 41263

E-mail: publikasi.bppi@gmail.com

ABSTRAK

Keabsahan pengujian dapat dinilai salah satunya melalui uji banding antar laboratorium pengujian. Pada kegiatan ini dilakukan pengelolaan data hasil uji banding dalam pengukuran konsentrasi nitrit ($\text{NO}_2\text{-N}$) dan amonia ($\text{NH}_3\text{-N}$). Kegiatan ini bertujuan untuk menyeleksi data ekstrem hasil uji banding dan mengetahui kompetensi dari laboratorium pengujian peserta uji banding dalam menguji nitrit dan amonia menggunakan uji Dixon dan *z-score*. Sampel air yang diujikan sebanyak 500 mL yang dikemas dalam botol plastik tertutup rapat. Pengujian parameter nitrit dan amonia secara spektrofotometrik dilakukan serentak di lima laboratorium pengujian, dengan kode Lab-1, Lab-2, Lab-3, Lab-4, dan Lab-5. Analisis dan evaluasi data hasil uji banding dilakukan menggunakan uji Dixon dan *z-score*. Hasil uji Dixon terhadap data hasil pengukuran konsentrasi nitrit dan amonia pada lima laboratorium pengujian peserta uji banding diperoleh nilai kritis terendah dan tertinggi yang lebih kecil dari nilai kritis tabel (0,710), baik pada data simple (terendah 0,2577 dan tertinggi 0,1366) maupun duplo (terendah 0,2985 dan tertinggi 0,1045); sehingga nilai ekstrem tidak dianggap sebagai pencilan dan dapat dipertahankan. Hasil perhitungan nilai *z-score* data hasil pengukuran konsentrasi nitrit menunjukkan bahwa terdapat satu laboratorium pengujian yang berada dalam kategori diragukan, yaitu laboratorium dengan kode Lab-4 (nilai *z-score* antar laboratorium $Z_{bi} = -2,1169$ dan nilai *z-score* intra laboratorium $Z_{wi} = 2,6980$); sedangkan empat laboratorium pengujian lainnya termasuk dalam kategori kompeten. Berdasarkan nilai *z-score* data hasil pengukuran konsentrasi amonia, kelima laboratorium pengujian berada dalam kategori kompeten, kecuali laboratorium pengujian dengan kode Lab-3 (nilai *z-score* intra laboratorium $Z_{wi} = 2,2483$); mengindikasikan bahwa keterulangan hasil pengujian belum memenuhi syarat keberterimaan.

KATA KUNCI: uji banding; konsentrasi nitrit ($\text{NO}_2\text{-N}$); konsentrasi amonia ($\text{NH}_3\text{-N}$); uji Dixon; *z-score*

PENDAHULUAN

Kompetensi laboratorium dapat dibuktikan dengan penerapan pengendalian mutu internal yang baik dan benar, serta implementasi jaminan mutu. Menurut Badan Standardisasi Nasional, kompetensi laboratorium pengujian dan laboratorium kalibrasi harus mempunyai prosedur pengendalian mutu untuk memantau keabsahan pengujian (BSN, 2008). Keabsahan pengujian dapat dipantau dengan beberapa cara, salah satunya adalah dengan uji banding antar laboratorium. Tujuan uji banding antar laboratorium di antaranya untuk melakukan evaluasi dan pemantauan unjuk kerja mutu laboratorium secara berkelanjutan, melakukan identifikasi permasalahan di laboratorium, serta tindakan untuk perbaikan dan peningkatan, peningkatan kepercayaan pelanggan terhadap laboratorium, dan identifikasi perbedaan hasil pengukuran antar laboratorium. Pengujian antar laboratorium dilakukan dengan suatu bahan uji yang

serupa dan homogen yang didistribusikan kepada semua laboratorium peserta dan diuji secara serentak.

Dalam suatu kumpulan data uji, baik dari hasil analisis maupun data uji banding seringkali terdapat satu atau lebih data yang menyimpang (data pencilan, *outlier*) dari data-data lainnya. Dalam hal ini, sebelum dilakukan pengolahan data sebaiknya diputuskan terlebih dahulu apakah data yang menyimpang tersebut harus dibuang atau dapat dipertahankan (Yuliana & Kantasubrata, 2012). Beberapa uji statistika dapat digunakan untuk menyeleksi data yang merupakan data ekstrem, di antaranya dengan menggunakan uji Dixon, uji Grubbs, dan uji Cochran. Uji Dixon berlaku untuk menyeleksi nilai ekstrem tunggal, meskipun seringkali keberadaan nilai ekstrem dalam satu kelompok data lebih dari satu. Tetapi, apabila posisi data ekstremnya berpasangan, yaitu terdapat dua data ekstrem pada satu posisi, baik pada posisi data terendah maupun tertinggi dan nilai di antara kedua data ekstrem tidak

terlampau jauh berbeda maka dengan cara uji Dixon kedua data tidak akan dapat dibuang karena keduanya saling menutupi. Uji *z-score* digunakan untuk mengambil sampel dalam satu set data atau untuk menentukan berapa jumlah standar deviasi di atas atau di bawah nilai rata-rata (*mean*). Untuk mencari *z-score* suatu sampel, perhitungan nilai rata-rata, varian, dan standar deviasi perlu dilakukan. Hasil uji dari beberapa laboratorium dikumpulkan, diolah secara statistika dan hasilnya dibandingkan terhadap nilai yang ditetapkan (*assigned value, consensus value*) untuk dapat menentukan unjuk kerja masing-masing laboratorium (Yusnitha *et al.*, 2007). Kegiatan ini bertujuan untuk menyeleksi data ekstrem hasil uji banding dalam pengukuran konsentrasi nitrit (NO₂-N) dan amonia (NH₃-N) dan mengetahui kompetensi laboratorium penguji peserta uji banding menggunakan uji Dixon dan *z-score*.

BAHAN DAN METODE

Bahan dan Alat

Bahan dan alat yang digunakan dalam kegiatan ini adalah sampel air dengan volume 500 mL, reagen NH₃-N, dan NO₂-N, alat gelas, spektrofotometer, dan sertifikat hasil uji dari laboratorium peserta uji banding.

Perencanaan dan Persiapan Sampel Uji

Tahap perencanaan meliputi pemilihan bahan uji, yaitu sampel air sebanyak 500 mL dengan penambahan konsentrasi nitrit (NO₂-N) dan amonia (NH₃-N) tertentu sebagai *spike matrix*, jumlah laboratorium peserta yang terlibat sebanyak lima laboratorium uji, pelaksanaan dilakukan pada tanggal 1 Juni 2015. Tahap persiapan sampel uji dilakukan dengan homogenisasi sampel air untuk pengujian NO₂-N dan NH₃-N, sehingga semua laboratorium peserta uji banding menerima sampel dengan kualitas dan kuantitas yang sama.

Pengemasan dan Pengiriman

Sampel air dikemas ke dalam kemasan botol yang steril dengan volume yang sesuai dan diberi kode.

Kemasan botol yang telah diisi sampel air ditutup rapat untuk menjamin agar sampel air sampai di laboratorium peserta uji banding tanpa terjadi kerusakan. Sampel air beserta petunjuk dikirim secara serentak pada tanggal 1 Juni 2015.

Pengujian dan Evaluasi

Pengujian konsentrasi NO₂-N dan NH₃-N dilakukan menggunakan spektrofotometer dengan dua kali ulangan. Selanjutnya, hasil uji dari laboratorium peserta uji banding dievaluasi secara statistik dengan uji Dixon dan *z-score* untuk menilai kompetensi laboratorium.

Uji Dixon

Data hasil uji banding yang dianggap tidak seragam dieliminasi menggunakan uji Dixon. Tahap awal yang dilakukan adalah menyusun data dari yang terendah (X₁) hingga tertinggi (X_n). Tergantung pada jumlah datanya, pada uji Dixon kumpulan data dapat dikelompokkan menjadi tiga, yaitu kelompok pertama untuk jumlah data 3-7, kelompok kedua untuk jumlah data 8-12 dan kelompok terakhir untuk jumlah data 13-40. Masing-masing kelompok dibagi lagi dalam dua bagian, yaitu bagian data terendah dan bagian data tertinggi. Selanjutnya, dilakukan evaluasi data yang terkecil dan terbesar menggunakan rumus D_{hitung} dan hasilnya dibandingkan dengan nilai D_{tabel} (Tabel 1). Jika D_{hitung} > D_{tabel}, maka data tersebut merupakan pencilan dan dapat dibuang (Yuliana & Kantasubrata, 2012). Hal tersebut dilakukan terhadap data selanjutnya hingga tidak ada lagi data pencilan.

Uji Z-Score

Nilai *z-score* memberikan perbandingan hasil uji dari tiap-tiap laboratorium peserta uji banding. Menurut Komite Akreditasi Nasional, data hasil uji laboratorium diurut dari yang terkecil, kemudian ditentukan median, kuartil atas (Q₁), kuartil bawah (Q₃), dan jarak antar kuartil (*Inter Quartile Range*, IQR = Q₃ - Q₁), kemudian dilakukan perhitungan *z-score* dengan tahapan sebagai berikut (KAN, 2004):

Tabel 1. Nilai kritis untuk uji Dixon

Kriteria uji		n	D kritis pada tingkat kepercayaan 95%
Data terendah	Data tertinggi		
		3	0.970
		4	0.829
$D_{3-7} = \frac{X_2 - X_2}{X_n - X_2}$	$D_{3-7} = \frac{X_n - X_{n-1}}{X_n - X_1}$	5	0.710
		6	0.628
		7	0.569

Sumber: Shaun-Burke (2001)

Menentukan nilai S_i

$$S_i = \frac{(A_i + B_i)}{\sqrt{2}}$$

di mana: S_i adalah hasil penjumlahan nilai simplo dan duplo sampel yang diuji dari laboratorium ke-i, A_i adalah nilai ulangan pertama (simplo) dari laboratorium ke-i dan B_i adalah nilai ulangan kedua (duplo) dari laboratorium ke-i. Data hasil S_i akan menentukan nilai Median S_i

Menentukan nilai D_i

$$D_i = \frac{(A_i - B_i)}{\sqrt{2}}$$

di mana D_i adalah hasil pengurangan (bernilai mutlak) nilai simplo dan duplo sampel yang diuji dari laboratorium ke-i, A_i adalah nilai ulangan pertama (simplo) dari laboratorium ke-i dan B_i adalah nilai ulangan kedua (duplo) dari laboratorium ke-i. Data hasil D_i akan menentukan nilai Median D_i

Nilai z-score antar laboratorium (between laboratory z-score, Z_{bi})

$$Z_{bi} = \frac{S_i - \text{Median } S_i}{\text{IQR}(S_i) \times 0.7413}$$

di mana: $\text{IQR}(S_i)$ adalah nilai selisih kuartil atas dan kuartil bawah dari nilai penjumlahan simplo dan duplo sampel yang diuji dan 0,7413 adalah nilai standar distribusi normal

Nilai z-score intra laboratorium (within laboratory z-score, Z_{wi})

$$Z_{wi} = \frac{D_i - \text{Median } D_i}{\text{IQR}(D_i) \times 0.7413}$$

di mana: $\text{IQR}(D_i)$ adalah nilai selisih kuartil atas dan kuartil bawah dari nilai pengurangan simplo dan duplo sampel yang diuji

Evaluasi terhadap hasil uji berdasarkan penilaian z-score untuk laboratorium peserta uji banding dapat ditetapkan kategorinya berdasarkan Komite Akreditasi Nasional sebagai berikut (KAN, 2004):

- Laboratorium yang termasuk dalam katagori *outlier* ($\$$), jika laboratorium tersebut memperoleh nilai Z_{wi} dan atau Z_{bi} yang tidak terletak di antara -3 dan $+3$. Hasil analisis data dengan nilai $-3 > Z_{wi} > 3$ ($/ Z_{wi} / \geq 3$) dan $-3 > Z_{bi} > 3$ ($/ Z_{bi} / \geq 3$) menunjukkan bahwa terdapat perbedaan yang cukup besar di antara data hasil duplo.
- Laboratorium yang termasuk dalam katagori *questionable* ($\$$) atau “diragukan”, jika nilai analisis hasil uji $2 < / Z / < 3$ atau $-2 > / Z / > -3$, artinya hasil analisisnya belum termasuk *outlier*, tetapi sudah dalam batas “diragukan”.
- Laboratorium yang termasuk dalam kategori kompeten, jika nilai analisis hasil uji $-2 < / Z / < 2$, artinya hasil analisisnya memuaskan.

HASIL DAN BAHASAN

Hasil kegiatan uji banding pengukuran konsentrasi nitrit ($\text{NO}_2\text{-N}$) dan amonia ($\text{NH}_3\text{-N}$) dari lima laboratorium penguji peserta uji banding menunjukkan hasil yang relatif homogen dan tidak terlihat adanya data yang ekstrem (Tabel 2). Setelah data diurutkan dan dihitung nilai kritisnya dengan uji Dixon, diperoleh nilai kritis terendah dan tertinggi yang lebih kecil dari nilai kritis tabel (0,710); baik pada data simplo (terendah 0,2577 dan tertinggi 0,1366) maupun duplo (terendah 0,2985 dan tertinggi 0,1045) (Tabel 3). Dengan demikian, nilai ekstrem tidak dianggap sebagai pencilan dan dapat dipertahankan (Farrant, 1997).

Tabel 2. Hasil uji banding pengukuran konsentrasi nitrit ($\text{NO}_2\text{-N}$) dan amonia ($\text{NH}_3\text{-N}$) pada lima laboratorium penguji peserta uji banding

Kode laboratorium	Konsentrasi $\text{NO}_2\text{-N}$ (mg/L)		Konsentrasi $\text{NH}_3\text{-N}$ (mg/L)	
	Simplo (A)	Duplo (B)	Simplo (A)	Duplo (B)
Lab-1	0.1434	0.1432	0.0700	0.0700
Lab-2	0.0948	0.0948	0.0935	0.0935
Lab-3	0.1090	0.1090	0.0900	0.0988
Lab-4	0.0338	0.0334	0.0804	0.0864
Lab-5	0.0700	0.0700	0.0600	0.0600

Tabel 3. Hasil uji Dixon yang telah diurutkan untuk parameter konsentrasi nitrit (NO₂-N) dan amonia (NH₃-N) pada lima laboratorium penguji peserta uji banding

Konsentrasi NO ₂ -N (mg/L)		Nilai Kritis		Konsentrasi NH ₃ -N (mg/L)		Nilai Kritis		D _{tabel}
Simplo	Duplo	Terendah	Tertinggi	Simplo	Duplo	Terendah	Tertinggi	
0.0338	0.0334	Simplo = 0.3303	Simplo = 0.3139	0.0600	0.0600	Simplo = 0.2577	Simplo = 0.1366	0.710
0.0700	0.0700	Duplo = 0.3333	Duplo = 0.3115	0.0700	0.0700	Duplo = 0.2985	Duplo = 0.1045	
0.0948	0.0948			0.0864	0.0804			
0.1090	0.1090			0.0935	0.0900			
0.1434	0.1434			0.0988	0.0935			

Tabel 4. Hasil perhitungan nilai z-score data hasil uji banding pengukuran konsentrasi nitrit (NO₂-N) pada lima laboratorium penguji peserta uji banding

Kode laboratorium	Konsentrasi NO ₂ -N (mg/L)		A+B/√2		Z-Score		Kategori
	Simplo (A)	Duplo (B)	(Si)	(Di)	(Zbi)	(Zwi)	
Lab-1	0.1434	0.1432	0.2027	0.0001	1.6776	1.3490	Kompeten
Lab-2	0.0948	0.0948	0.1341	0.0000	0.0000	0.0000	Kompeten
Lab-3	0.1090	0.1090	0.1541	0.0000	0.4912	0.0000	Kompeten
Lab-4	0.0338	0.0334	0.0475	0.0003	-2.1169	2.6980	Diragukan
Lab-5	0.0700	0.0700	0.0990	0.0000	-0.8578	0.0000	Kompeten
Median	0.0948	0.0948	0.1341	0.0000			
3Q	0.1090	0.1090	0.1541	0.0001			
1Q	0.0700	0.0700	0.0990	0.0000			
IQR	0.0289	0.0289	0.0409	0.0001			

Berdasarkan hasil uji Dixon, data hasil uji pengukuran konsentrasi nitrit dan amonia pada lima laboratorium penguji peserta uji banding dapat diterima dan dianggap sudah homogen, sehingga dilanjutkan dengan perhitungan z-score. Hasil uji z-score data hasil uji dari lima laboratorium peserta uji banding untuk pengukuran konsentrasi nitrit disajikan pada Tabel 4, sedangkan untuk pengukuran konsentrasi amonia disajikan pada Tabel 5.

Hasil perhitungan nilai z-score data hasil uji pengukuran konsentrasi nitrit dari lima laboratorium penguji yang dibandingkan dengan kriteria yang ditetapkan oleh Komite Akreditasi Nasional (KAN, 2004) menunjukkan bahwa terdapat satu laboratorium penguji yang berada dalam kategori diragukan, yaitu laboratorium penguji dengan kode Lab-4 (nilai z-score antar laboratorium Z_{bi} = -2,1169 dan nilai z-score

intra laboratorium Z_{wi} = 2,6980); sedangkan laboratorium yang lainnya berada dalam kategori kompeten. Untuk hasil uji banding pengukuran konsentrasi amonia, hasil perhitungan nilai z-score menunjukkan bahwa semua laboratorium penguji berada dalam katagori kompeten (memuaskan). Namun demikian, laboratorium penguji dengan kode Lab-3 berada dalam kategori diragukan karena memiliki nilai z-score intra laboratorium (Z_{wi}) sebesar 2,2483. Hal ini menunjukkan bahwa keterulangan pengujian di dalam laboratorium penguji tersebut belum memenuhi syarat keberterimaan.

KESIMPULAN

Hasil uji Dixon terhadap data hasil pengukuran konsentrasi nitrit (NO₂-N) dan amonia (NH₃-N) pada lima laboratorium penguji peserta uji banding dapat

Tabel 5. Hasil perhitungan nilai *z-score* data hasil uji banding pengukuran konsentrasi amonia ($\text{NH}_3\text{-N}$) pada lima laboratorium penguji peserta uji banding

Kode laboratorium	Konsentrasi $\text{NH}_3\text{-N}$		$A+B/2$		$A-B/2$		Z-Score		Kriteria
	Simplo (A)	Duplo (B)	(Si)	(Di)	(Zbi)	(Zwi)			
Lab-1	0.0700	0.0700	0.0990	0.0000	-0.7692	0.0000	Kompeten		
Lab-2	0.0935	0.0935	0.1322	0.0000	0.5798	0.0000	Kompeten		
Lab-3	0.1000	0.0900	0.1344	0.0071	0.6659	2.2483	Kompeten*		
Lab-4	0.0864	0.0804	0.1179	0.0042	0.0000	1.3490	Kompeten		
Lab-5	0.0600	0.0600	0.0849	0.0000	-1.3432	0.0000	Kompeten		
Median	0.0864	0.0804	0.1179	0.0000					
3Q	0.0935	0.0900	0.1322	0.0042					
1Q	0.0700	0.0700	0.0990	0.0000					
IQR	0.0174	0.0148	0.0246	0.0031					

Keterangan: * Terdapat nilai *z-score* kategori diragukan

diterima dan dianggap sudah homogen. Berdasarkan perhitungan nilai *z-score* data hasil pengukuran konsentrasi nitrit, terdapat satu laboratorium penguji yang berada dalam kategori diragukan, yaitu laboratorium dengan kode Lab-4, sedangkan empat laboratorium penguji lainnya termasuk dalam kategori kompeten. Berdasarkan nilai *z-score* data hasil pengukuran konsentrasi amonia, kelima laboratorium penguji berada dalam kategori kompeten, kecuali laboratorium penguji dengan kode Lab-3 yang keterulangan hasil pengujiannya belum memenuhi syarat keberterimaan.

DAFTAR ACUAN

- BSN. (2008). SNI ISO/IEC 17025:2008. Persyaratan umum kompetensi laboratorium pengujian dan laboratorium kalibrasi. Badan Standardisasi Nasional (BSN). Jakarta, 52 hlm.
- Farrant, Tj. (1997). Practical statistics for the analytical scientist: a bench guide. The Royal Society of Chemistry. Cambridge. ISBN 0-85404-442-6. 282 pp.
- KAN. (2004). Pedoman perhitungan statistik untuk uji profesiensi. DP.01-34. Komite Akreditasi Nasional (KAN). 20 hlm.
- Shaun-Burke. (2001). Statistic & data analysis: missing values, outliers, robust statistics & non-parametric methods. LC.GC Europe Online Supplement. 24 pp.
- Yusnitha, E., Farida, & Siti, A. (2007). Penggunaan metode uji Dixon dan metode Z-Score untuk teknik pengolahan data statistik hasil uji profesiensi bahan bakar nuklir. Hasil-hasil Penelitian EBN Tahun 2007. ISSN 0854-5561. hlm. 404-412.
- Yuliana, T., & Kantasubrata, J. (2012). Seleksi data hasil analisis. Artinol RC Chem learning Center. Diakses dari www.rcchem.co.id pada 13 Februari 2012. 3 hlm.