

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

UJI HOMOGENITAS SAMPEL UJI BANDING PENGUKURAN KADAR AMONIA DAN NITRIT AIR PERMUKAAN DI BALAI RISET PEMULIAAN IKAN, SUKAMANDI

Dina Sri Wardhani dan Inna Nurbayanti

Balai Riset Pemuliaan Ikan

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

E-mail: siepelayananteknis.brpl@gmail.com

ABSTRAK

Kompetensi laboratorium dibuktikan dengan penerapan pengendalian mutu internal untuk memantau keabsahan pengujian, di antaranya dengan keikutsertaan uji banding antar laboratorium. Uji banding antar laboratorium dilakukan dengan suatu bahan uji yang serupa dan homogen yang didistribusikan kepada semua laboratorium peserta, sehingga perlu dilakukan uji homogenitas untuk memastikan kehomogenan sampel sebelum didistribusikan kepada laboratorium peserta. Tujuan kegiatan ini adalah untuk mengetahui homogenitas sampel dalam pengukuran kadar amonia dan nitrit air permukaan di Balai Riset Pemuliaan Ikan, Sukamandi untuk pelaksanaan uji banding. Sampel yang diuji homogenitasnya terdiri atas 10 sampel air permukaan. Penentuan kriteria homogenitas mengacu pada empat kriteria berdasarkan nilai uji statistik. Hasil uji homogenitas pengukuran kadar amonia dan nitrit sampel air permukaan di Laboratorium Pengujian Balai Riset Pemuliaan Ikan (LP-BRPI), Sukamandi menunjukkan hasil yang bersifat homogen berdasarkan kriteria-1, dengan nilai F_{hitung} (berturut-turut untuk kadar amonia dan nitrit sebesar 1,06 dan 0,61) lebih kecil daripada F_{tabel} (3,02). Dengan demikian, sampel tersebut siap dikirim ke masing-masing laboratorium peserta uji banding untuk pelaksanaan proses uji banding.

KATA KUNCI: air permukaan; kadar amonia; kadar nitrit; uji homogenitas

PENDAHULUAN

Kompetensi laboratorium pengujian dan laboratorium kalibrasi dapat dibuktikan dengan penerapan pengendalian mutu internal yang baik dan benar untuk memantau keabsahan pengujian, di antaranya dengan keikutsertaan dalam uji profesiensi atau uji banding antar laboratorium (BSN, 2008) yang penyelenggaraannya berdasarkan prinsip-prinsip ISO/IEC 17043:2010 dan ISO 13528:2005 (ISO, 2005; 2008). Pemantauan keabsahan pengujian melalui uji banding antar laboratorium bertujuan untuk melakukan evaluasi dan pemantauan unjuk kerja mutu laboratorium secara berkelanjutan, identifikasi permasalahan, tindakan perbaikan, peningkatan kepercayaan pelanggan, dan identifikasi perbedaan hasil pengukuran antar laboratorium. Hasil evaluasi unjuk kerja tersebut dapat digunakan sebagai dasar untuk mempertahankan status akreditasi laboratorium sesuai SNI ISO/IEC 17025: 2008 pada saat survailen atau reakreditasi (Hadi, 2018).

Uji banding antar laboratorium dilakukan dengan suatu bahan uji yang serupa dan homogen yang didistribusikan kepada semua laboratorium peserta dan diuji secara serentak. Uji homogenitas untuk

mengetahui dan membuktikan kehomogenan sampel sebelum didistribusikan kepada laboratorium peserta harus dilakukan (Aidah & Yusnitha, 2007). Tujuan kegiatan ini adalah untuk mengetahui homogenitas sampel dalam pengukuran kadar amonia ($\text{NH}_3\text{-N}$) dan nitrit ($\text{NO}_2\text{-N}$) air permukaan di Balai Riset Pemuliaan Ikan (BRPI), Sukamandi untuk pelaksanaan uji banding.

BAHAN DAN METODE

Kegiatan uji homogenitas sampel dalam pengukuran kadar amonia ($\text{NH}_3\text{-N}$) dan nitrit ($\text{NO}_2\text{-N}$) air permukaan ini dilakukan di Laboratorium Pengujian Balai Riset Pemuliaan Ikan (LP-BRPI), Sukamandi untuk pelaksanaan uji banding tanggal 18 Juli 2018. Jumlah peserta uji banding sebanyak lima laboratorium, sehingga jumlah sampel air permukaan yang disiapkan untuk uji banding sebanyak 10 sampel ditambah tiga sampel untuk uji homogenitas (totalnya sebanyak 13 sampel), masing-masing sebanyak 500 mL untuk pengukuran kadar amonia dan nitrit.

Pada saat pengemasan sampel, masing-masing kemasan diberi kode (kode-1 sampai 13), kemudian diambil 10 sampel secara acak untuk keperluan uji

homogenitas dan diberi kode (kode-1 sampai 10). Selanjutnya, masing-masing sampel dibagi menjadi dua bagian untuk pengukuran simplo dan duplo, kemudian diberi kode (kode-1.a dan 1.b sampai 10.a dan 10.b). Selanjutnya, dilakukan pengukuran kadar nitrit dan amonia dari 20 sampel tersebut. Pengukuran kadar nitrit dan amonia tersebut dilakukan berdasarkan metode standar SNI 06-6989.9-2004 (BSN, 2004) dan SNI 06-6989.30-2005 (BSN, 2005).

Nilai-nilai kadar amoniak dan nitrit hasil pengukuran dari masing-masing sebanyak 20 sampel kemudian dianalisis secara statistis homogenitasnya berdasarkan pedoman perhitungan statistik untuk uji profisiensi sesuai DP.01.34 (KAN, 2014). Kriteria penentuan tingkat homogenitas sampel pada uji homogenitas sampel air permukaan di LP-BRPI, Sukamandi ini dilakukan dengan mengacu pada kriteria-kriteria (Putro, 2005) sebagai berikut:

- Kriteria-1: jika $F_{hitung} < F_{tabel}$, maka sampel dinyatakan homogen. $F_{hitung} = MSB / MSW$, dengan *mean square of between* (MSB) dan *mean square of within* (MSW) masing-masing adalah nilai ragam (*variance*) dari nilai kadar hasil pengukuran sampel duplo. Nilai F_{tabel} diperoleh dari tabel distribusi.
- Kriteria-2: jika $SD_{sampling}/\sigma < 0,3$; maka sampel dinyatakan homogen. deviasi standar *sampling* ($SD_{sampling}$) dihitung sebagai $SD_{sampling} = \sqrt{\frac{MSB - MSW}{2}}$ dan $\sigma = 1,1$ (nilai target untuk SD, nilai ini tidak diturunkan dari data).

- Kriteria-3: jika $SD_{sampling} < 0,3 SD_{prediksi}$, maka sampel adalah homogen. $SD_{prediksi}$ diturunkan dari $CV_{prediksi}$ dan $CV_{prediksi} = CV_{Horwitz} (\%) = 2^{(1-0,5 \log C)}$, dengan $C =$ fraksi konsentrasi dan $CV_{prediksi} = (SD_{prediksi}/rata-rata) \times 100$.
- Kriteria-4: jika $SD_{sampling} < SD_{prediksi}$, maka sampel adalah homogen. $SD_{prediksi}$ diturunkan dari $CV_{prediksi}$ (sama dengan kriteria-3).

Jika pengolahan data uji homogenitas yang telah mencapai kriteria-4 tetapi belum menunjukkan homogenitas, maka sampel dinyatakan tidak homogen. Dengan demikian, sampel tersebut tidak boleh didistribusikan kepada laboratorium peserta uji banding dan harus ditentukan penyebab ketidakhomogenan, serta dilakukan tindakan perbaikan sampai mendapatkan sampel yang homogen lalu dikirim ke laboratorium peserta uji banding.

HASIL DAN BAHASAN

Hasil perhitungan uji homogenitas pengukuran kadar amonia dari sampel air permukaan di LP-BRPI, Sukamandi berdasarkan kriteria-1 ditunjukkan pada Tabel 1. Hasil perhitungan tersebut menunjukkan bahwa nilai F_{hitung} yang diperoleh (sebesar 1,06) lebih kecil dari nilai F_{tabel} (3,02); sehingga sampel air permukaan tersebut dinyatakan bersifat homogen.

Hasil perhitungan uji homogenitas pengukuran kadar nitrit dari sampel air permukaan di LP-BRPI, Sukamandi berdasarkan kriteria-1 ditunjukkan pada Tabel 2. Hasil perhitungan tersebut menunjukkan bahwa nilai F_{hitung} yang diperoleh (sebesar 0,68) lebih

Tabel 1. Hasil uji homogenitas pengukuran kadar amonia (NH_3-N) dari sampel air permukaan di Laboratorium Pengujian Balai Riset Pemuliaan Ikan (LP-BRPI), Sukamandi

Sampel	Absorbansi		Kadar Amonia (mg/L)		(a + b)	(a + b) - $X_{(a+b)}$ ²	(a-b)	(a-b) - $X_{(a-b)}$ ²
	a	b	a	b				
1	1,096	1,135	10,394	10,750	21,144	0,00000600	-0,0356	0,00003709
2	1,092	1,122	10,358	10,631	20,989	0,00017030	-0,0273	0,00020707
3	1,090	1,151	10,339	10,896	21,235	0,00013340	-0,0557	0,00019628
4	1,089	1,125	10,330	10,659	20,989	0,00017030	-0,0329	0,00007726
5	1,096	1,149	10,394	10,878	21,272	0,00023256	-0,0484	0,00004502
6	1,080	1,137	10,248	10,768	21,016	0,00010712	-0,0520	0,00010630
7	1,092	1,159	10,358	10,969	21,327	0,00043056	-0,0611	0,00037675
8	1,091	1,137	10,349	10,768	21,117	0,00000006	-0,0419	0,00000004
9	1,091	1,127	10,349	10,677	21,026	0,00008742	-0,0328	0,00007903
10	1,096	11,280	10,394	10,686	21,080	0,00001560	-0,0292	0,00015600
Jumlah						0,00135335		0,00128085
Rata-Rata (X)			10,351	10,768	21,119		-0,0417	
MSB (mean square of between)						0,00007123		
MSW (mean square of within)								0,00006741
F_{hitung}				1,06				
F_{tabel}				3,02				

Tabel 2. Hasil uji homogenitas pengukuran kadar nitrit ($\text{NO}_2\text{-N}$) dari sampel air permukaan di Laboratorium Pengujian Balai Riset Pemuliaan Ikan (LP-BRPI), Sukamandi

Sampel	Absorbansi		Kadar Nitrit (mg/L)		(a + b)	$ (a + b) - X_{(a+b)} ^2$	(a-b)	$ (a-b) - X_{(a-b)} ^2$
	a	b	a	b				
1	2,862	2,838	17,833	17,684	35,517	0,00001875	0,0149	0,00000003
2	2,863	2,827	17,839	17,615	35,454	0,00011300	0,0224	0,00005373
3	2,865	2,848	17,852	17,746	35,598	0,00001421	0,0106	0,00001998
4	2,864	2,843	17,846	17,715	35,561	0,00000000	0,0131	0,00000388
5	2,863	2,856	17,839	17,796	35,635	0,00005580	0,0043	0,00011599
6	2,868	2,845	17,870	17,727	35,597	0,00001347	0,0143	0,00000059
7	2,874	2,828	17,908	17,621	35,529	0,00000980	0,0287	0,00018578
8	2,865	2,845	17,852	17,727	35,579	0,00000350	0,0125	0,00000660
9	2,865	2,852	17,852	17,771	35,623	0,00003931	0,0081	0,00004858
10	2,867	2,832	17,864	17,646	35,510	0,00002530	0,0218	0,00004529
Jumlah						0,00029314		0,00048046
Rata-Rata (X)			17,856	17,705	35,560		0,0151	
MSB (mean square of between)						0,00001543		
MSW (mean square of within)								0,00002529
F hitung				0,61				
F tabel				3,02				

kecil dari nilai *F* tabel (3,02); sehingga sampel air permukaan tersebut dinyatakan homogen.

Pelaksanaan uji homogenitas dari pengukuran kadar amonia dan nitrit pada sampel air permukaan di LP-BRPI, Sukamandi tersebut menunjukkan sudah bersifat homogen berdasarkan kriteria-1, sehingga uji homogenitas menggunakan kriteria-kriteria berikutnya tidak perlu dilakukan. Hasil tersebut membuktikan bahwa sampel-sampel air permukaan di LP-BRPI, Sukamandi yang akan digunakan dalam uji *banding* antar laboratorium sudah homogen, sehingga sampel-sampel tersebut siap dikirim kepada masing-masing laboratorium peserta uji banding untuk pelaksanaan proses uji banding. Sampel-sampel air permukaan di LP-BRPI, Sukamandi yang bersifat homogen tersebut merupakan hasil dari penerapan proses *blending* yang baik, bahan yang masih baik (tidak rusak) dan alat pengujian yang terpelihara dengan baik karena selalu dilakukannya perawatan dan kalibrasi internal setiap tahunnya. Peralatan laboratorium yang telah masuk dalam ruang lingkup akreditasi, sehingga selalu diaudit kemampuannya oleh auditor internal maupun eksternal dapat menghasilkan homogenitas sampel yang terjamin (Aidah *et al.*, 2008).

KESIMPULAN

Hasil uji homogenitas pengukuran kadar amonia dan nitrit sampel air permukaan di LP-BRPI, Sukamandi menunjukkan hasil yang bersifat homogen berdasarkan kriteria-1, sehingga siap dikirim ke masing-masing laboratorium peserta uji banding untuk pelaksanaan proses uji banding.

DAFTAR ACUAN

- Aidah, S. & Yusnitha, E. (2007). Prosedur verifikasi homogenitas dan stabilitas sampel untuk uji profisiensi. Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir Badan Tenaga Nuklir Nasional. Tangerang, 11 hlm.
- Aidah, S., Ngatijo, Farida & Yusnitha, E. (2008). Uji homogenitas sampel UO_2 dan U_3O_8 untuk uji profisiensi. Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir Badan Tenaga Nuklir Nasional. Tangerang. Tangerang. 11 hlm.
- Anonim. (2018). Jaminan mutu ISO/IEC 17025:2017. Public training, spin training, consulting, calibration. Bandung, 74 hlm.
- BSN. (2004). SNI 06-6989.9-2004. Air dan air limbah; Bagian 9: Cara uji nitrit ($\text{NO}_2\text{-N}$) secara spektrofotometri. Badan Standardisasi Nasional (BSN). Jakarta. 16 hlm.
- BSN. (2005). SNI 06-6989.30-2005. Air dan air limbah Bagian 30: Cara uji kadar amonia dengan spektrofotometer secara fenat. Badan Standardisasi Nasional (BSN). Jakarta, 10 hlm.
- BSN. (2008). SNI ISO/IEC 17025:2008. Persyaratan umum kompetensi laboratorium pengujian dan laboratorium kalibrasi. Badan Standardisasi Nasional (BSN). Jakarta, 52 hlm.
- Hadi, A. (2018). Uji banding laboratorium berdasarkan SNI ISO/IEC 17043: 2010 & ISO/IEC 13528: 2005. Diakses tanggal 28 September 2018 dari: <http://www.infolabing.com/2014/04/uji-banding-laboratorium-berdasarkan.html#.W63heGgzblU>.

ISO. (2005). ISO/IEC 13528:2005. Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons. International Standard Organization (ISO). Switzerland, 11 pp.

ISO. (2010). ISO/IEC 17043:2010. Conformity assessment: General requirements for proficiency testing. International Standard Organization (ISO). Switzerland, 39 pp.

KAN. (2014). DP.01.34. Pedoman perhitungan statistik untuk uji profisiensi. Komite Akreditasi Nasional. Jakarta, 20 hlm.

Putro, P.K. (2005). Pelatihan petugas pengambil sampel. Modul Pelatihan. Tangerang, 12 hlm.