

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

TATA CARA PENYIAPAN SAMPEL UJI BANDING ANTAR LABORATORIUM DI LABORATORIUM PENGUJI KIMIA AIR BALAI BESAR RISET BUDIDAYA LAUT DAN PENYULUHAN PERIKANAN (BBRBLPP)

Ni Kadek Ariani¹⁾, Deny Puji Utami²⁾, dan Ni Putu Ayu Kenak³⁾

¹⁾ Balai Besar Riset Budidaya Laut dan Penyuluhan Perikanan

Jl. Br. Gondol, Kec. Gerokgak Kab. Buleleng, Kotak Pos 140, Singaraja, Bali 81155

E-mail: info.gondol@gmail.com

²⁾ Balai Riset Pemuliaan Ikan

Jl. Raya 2 Sukamandi, Pantura, Kec. Patok Beusi Kab. Subang, Jawa Barat 41263

ABSTRAK

Uji banding antar laboratorium adalah pengelolaan, unjuk kerja, dan evaluasi pengujian atas bahan yang sama atau serupa oleh dua atau lebih laboratorium yang berbeda sesuai dengan persyaratan yang ditetapkan terlebih dahulu. Tujuan uji banding ini adalah untuk mengetahui performa dari Laboratorium Pengujian Kimia Air Balai Besar Riset Budidaya Laut dan Penyuluhan Perikanan (BBRBLPP) dan memberikan jaminan mutu terhadap hasil pengujian, bahwa hasil pengujian telah sesuai dengan tujuan pengujian. Sampel uji banding dibuat di laboratorium pengujian kimia air di BBRBLPP dari *standard reference material* (SRM) masing-masing parameter dengan konsentrasi tertentu. Untuk matriks air laut, SRM dilarutkan dalam air laut buatan, sedangkan untuk air tawar SRM dilarutkan dalam akuades. Sampel uji banding dibuat homogen dan diuji homogenitasnya dengan cara membagi sampel menjadi e" 10 botol, kemudian diambil secara acak 10 botol sampel. Sepuluh sampel terpilih diukur kadar amoniak (N-NH₃), nitrit (N-NO₂), fosfat (PO₄-P), dan pH sebanyak dua kali ulangan. Data hasil pengujian tersebut diuji homogenitasnya. Berdasarkan hasil pengukuran dan uji homogenitas diketahui bahwa sampel dengan kode A dan B bersifat homogen untuk semua parameter, sementara untuk sampel C dan D untuk parameter pH tidak homogen, sehingga perlu dihomogenkan ulang.

KATA KUNCI: jaminan mutu; uji banding; uji homogenitas

PENDAHULUAN

Laboratorium Pengujian Kimia Balai Besar Riset Budidaya Laut dan Penyuluhan Perikanan (BBRBLPP) merupakan laboratorium pengujian yang telah terakreditasi KAN sejak tahun 2011. Sebagai laboratorium yang sudah terakreditasi harus memberikan jaminan mutu hasil pengujian, yang di antaranya dapat dilakukan dengan melakukan uji banding antar laboratorium. Uji banding antar laboratorium adalah pengelolaan, unjuk kerja dan evaluasi pengujian atas bahan yang sama atau serupa oleh dua atau lebih laboratorium yang berbeda sesuai dengan persyaratan yang ditetapkan terlebih dahulu. Secara umum uji banding antar laboratorium dilakukan oleh laboratorium pengujian minimal sekali dalam setahun untuk perwakilan parameter sesuai lingkup pengujian berdasarkan gravimetri, titrimetri, spektrofotometri UV/Vis, spektrofotometri serapan atom, elektrometri, dan sebagainya (Hadi, 2016; Hadi & Asiah, 2018).

Laboratorium pengujian kimia air di BBRBLPP memiliki empat parameter yang sudah terakreditasi oleh KAN yaitu amoniak (NH₃-N), nitrit (NO₂-N), fosfat (PO₄-P), dan pH. Keempat parameter tersebut diuji banding dengan laboratorium dari instansi lain dengan dua matriks yang berbeda yaitu air tawar dan air laut. Tujuan uji banding ini adalah untuk mengetahui performa dari Laboratorium Pengujian Kimia Air BBRBLPP dan memberikan jaminan mutu terhadap hasil pengujian, bahwa hasil pengujian telah sesuai dengan tujuan pengujian.

Sampel uji banding dibuat di laboratorium pengujian kimia air di BBRBLPP dari *standard reference material* (SRM) masing-masing parameter dengan konsentrasi tertentu. Untuk matriks air laut, SRM dilarutkan dalam air laut buatan, sedangkan untuk air tawar SRM dilarutkan dalam akuades. SRM dilarutkan dengan menggunakan *magnetic stirrer*. Sampel uji banding yang telah dibuat kemudian diuji homogenitasnya. Apabila hasil pengujian menunjukkan hasil homogen maka

sampel siap untuk dikirim ke laboratorium lain untuk kemudian diuji pada waktu yang telah ditentukan.

Pengolahan data uji homogenitas diolah sesuai dengan DPLP 23 tentang Pedoman Statistik Uji Profisiensi. Menurut DPLP 23 penentuan homogenitas dapat dilakukan dengan dua cara. Cara pertama dilakukan dengan uji F, yaitu apabila $F_{hitung} < F_{tabel}(db1, db2, \alpha)$ maka sampel dinyatakan homogen, apabila $F_{hitung} > F_{tabel}$ maka perhitungan dilanjutkan cara kedua yaitu dengan persamaan $S_s = 0,5 SD_{Horwitz}$; di mana $CV_{Horwitz} = \frac{SD_{Horwitz}}{\bar{X}}$; $KV_{Horwitz} = 2^{1-0,5 \log C}$; dan sampel dinyatakan homogen apabila $SD_{sampling} < 0,5 SD_p$ (KAN, 2005).

BAHAN DAN METODE

Waktu dan Tempat

Kegiatan ini dilaksanakan 10 Juli sampai dengan 16 Agustus 2018 di Laboratorium Penguji Kimia Air Balai Besar Riset Budidaya Laut dan Penyuluhan Perikanan, Gondol, Bali.

Bahan dan Alat

Bahan yang digunakan dalam kegiatan kali ini adalah SRM amoniak (NH_4), nitrit (NO_2), fosfat (PO_4), air laut buatan, dan akuades.

Alat yang digunakan dalam kegiatan ini adalah erlenmeyer berbagai ukuran, labu ukur berbagai ukuran, pipet volume berbagai ukuran, pipet ukur berbagai ukuran, botol sampel, *beaker glass* berbagai ukuran, spektrofotometer *UV-Vis*, pH meter, stirer, dan botol semprot.

Metode

Pembuatan sampel

Sampel uji banding terdiri atas empat sampel dengan kode A, B, C, dan D. Sampel dengan kode A dan B merupakan sampel dengan matriks air laut sedangkan sampel dengan kode C dan D merupakan sampel dengan matriks air tawar. Masing-masing matriks dibuat dengan dua konsentrasi yang berbeda.

Sampel dengan matriks air laut dibuat dengan cara mengonversi SRM NH_4 , NO_2 , dan PO_4 menjadi NH_4-N , NO_2-N , dan PO_4-P . Berdasarkan hasil perhitungan diperoleh nilai 1.000 mg/L SRM NH_4 setara dengan 777,78 mg/L NH_4-N ; 1.000 mg/L NO_2 setara dengan 304,65 mg/L NO_2-N ; 1.000 mg/L PO_4 setara dengan 326,32 mg/L.

Sampel A dibuat dengan cara memipet 7,714 mL SRM NH_4 ; 19,694 mL SRM NO_2 ; 18,387 mL SRM PO_4 , dan dilarutkan dalam air laut buatan sampai volume

akhir 6.000 mL. Sampel B dibuat dengan cara memipet 15,428 mL SRM NH_4 ; 39,389 mL SRM NO_2 ; 36,774 mL SRM PO_4 ; dan dilarutkan dalam air laut buatan sampai volume akhir 6.000 mL. Sampel C dibuat dengan cara memipet 5,40 mL SRM NH_4 ; 13,786 mL SRM NO_2 ; 12,871 mL SRM PO_4 ; dan dilarutkan dalam akuades sampai volume akhir 6.000 mL. Sampel D dibuat dengan cara memipet 11,571 mL SRM NH_4 ; 29,542 mL SRM NO_2 ; 27,581 mL SRM PO_4 , dan dilarutkan dalam akuades sampai volume akhir 6.000 mL. Setelah itu, masing-masing sampel dihomogenkan menggunakan stirer, setelah terlarut sampel-sampel tersebut diuji homogenitasnya.

Uji homogenitas

Uji homogenitas ini dilakukan dengan cara membagi sampel yang sudah homogen dan dimasukkan ke dalam beberapa botol ($n \geq 10$). Selanjutnya dipilih sejumlah ($n \geq 10$) kemasan secara acak. Setiap wadah (*sub sample*) dihomogenkan kembali dan diambil dua bagian untuk dianalisis secara duplo, kemudian dihitung homogenitasnya sesuai dengan DPLP 23 tentang Pedoman Statistik Uji Profisiensi (KAN, 2005).

HASIL DAN BAHASAN

Uji banding antar laboratorium yang rutin dilakukan setiap satu tahun sekali oleh laboratorium kimia air Balai Besar Riset Budidaya Laut dan Penyuluhan Perikanan dengan beberapa laboratorium yang lainnya. Hal ini merupakan salah satu bentuk jaminan mutu laboratorium yang diterapkan untuk menjamin bahwa hasil pengujian mempunyai mutu sesuai yang disyaratkan.

Uji banding antar laboratorium ini diawali dengan pembuatan sampel uji banding dengan dua matriks yang berbeda yaitu matriks air laut dan matriks air tawar. Kemudian sampel uji banding dihomogenkan dan dilakukan pengukuran masing-masing parameter seperti yang disajikan pada Tabel 1, 2, 3, dan 4.

Sampel A dan C berdasarkan hasil perhitungan mempunyai *target value* sebesar 1,0000 mg/L tetapi berdasarkan hasil pengukuran amoniak 10 botol sampel dengan ulangan dua kali bahwa sampel A mempunyai kadar rata-rata 0,9389 mg/L dan sampel C (0,7809 mg/L). Sampel B dan D dari perhitungan memiliki *target value* 2,0000 mg/L sementara dari hasil pengukuran sampel B mempunyai kadar rata-rata 1,7216 mg/L dan sampel D memiliki 1,8429 mg/L.

Berdasarkan hasil pengukuran nitrit sampel uji banding sampel A mempunyai kadar rata-rata sebesar 0,9439 mg/L; sampel B (1,5750 mg/L); sampel C (0,6962 mg/L); dan sampel D sebesar 1,3885 mg/L. Hasil

Tabel 1. Data hasil pengukuran amoniak (N-NH₃) pada sampel uji banding

Kode botol	Kode sampel							
	A		B		C		D	
	a	b	a	b	a	b	a	b
1	0,9492	0,9304	1,7756	1,6776	0,7768	0,7872	1,8420	1,8556
2	0,9294	0,9196	1,8204	1,8276	0,7660	0,7464	1,8280	1,8168
3	0,9774	0,9582	1,7228	1,7372	0,7768	0,7458	1,8516	1,8208
4	0,9544	0,9366	1,8972	1,8688	0,7972	0,7910	1,8356	1,8420
5	0,9184	0,924	1,7632	1,7120	0,7934	0,7934	1,8260	1,8380
6	0,9224	0,9148	1,7112	1,6880	0,8014	0,8094	1,8652	1,8452
7	0,9348	0,9304	1,6764	1,6600	0,7972	0,7752	1,8572	1,8396
8	0,9582	0,9668	1,7300	1,7464	0,7550	0,7432	1,8668	1,8434
9	0,9554	0,9364	1,5244	1,5488	0,7666	0,7946	1,8452	1,8628
10	0,9268	0,9358	1,6344	1,7104	0,7954	0,8068	1,8492	1,8280
Rata-rata	0,9389		1,7216		0,7809		1,8429	

Tabel 2. Data hasil pengukuran nitrit (N-NO₂) pada sampel uji banding

Kode botol	Kode sampel							
	A		B		C		D	
	a	b	a	b	a	b	a	b
1	0,9438	0,9486	1,5532	1,5656	0,7008	0,7020	1,3936	1,3944
2	0,9368	0,9428	1,5744	1,5648	0,6882	0,6890	1,4012	1,3936
3	0,9454	0,9478	1,5916	1,5924	0,6974	0,6980	1,3880	1,3856
4	0,9412	0,9502	1,6068	1,6068	0,6974	0,6984	1,3800	1,4036
5	0,9428	0,9486	1,5856	1,5696	0,6980	0,6984	1,3708	1,3716
6	0,9486	0,9486	1,5608	1,5648	0,6980	0,6980	1,3836	1,3912
7	0,9404	0,9478	1,5824	1,5696	0,6920	0,6916	1,3844	1,3844
8	0,9428	0,952	1,5580	1,5592	0,6974	0,698	1,3996	1,3912
9	0,9428	0,9446	1,5656	1,5784	0,6996	0,6992	1,3844	1,3944
10	0,9374	0,924	1,5744	1,5756	0,6916	0,6916	1,3864	1,388
Rata-rata	0,9439		1,5750		0,6962		1,3885	

Tabel 3. Data hasil pengukuran fosfat (P-PO₄) pada sampel uji banding

Kode botol	Kode sampel							
	A		B		C		D	
	a	b	a	b	a	b	a	b
1	0,9522	0,9764	1,4876	1,5108	0,7030	0,7044	1,4052	1,4012
2	0,9764	0,9386	1,5084	1,4936	0,6842	0,6920	1,4204	1,4152
3	1,0012	0,9752	1,5428	1,5476	0,6878	0,6842	1,4252	1,4020
4	0,9896	0,9600	1,5944	1,5972	0,6886	0,6990	1,4202	1,4236
5	0,9654	0,9600	1,6620	1,6604	0,7064	0,7036	1,4508	1,4508
6	0,9752	0,9272	15,804	1,5804	0,7126	0,7146	1,4500	1,4468
7	1,0546	0,9962	1,5476	1,5476	0,7044	0,7154	1,4540	14,400
8	1,0228	0,9374	1,5196	1,5196	0,6940	0,6952	1,4416	1,4408
9	0,9686	0,9986	1,5032	1,5016	0,7036	0,7036	1,4284	1,4300
10	0,9632	0,9374	1,4992	1,4996	0,7008	0,7010	1,4352	1,4360
Rata-rata	0,97381		1,54518		0,69992		1,43087	

perhitungan sampel A dan C mempunyai *target value* sebesar 1,0000 mg/L dan sampel B dan D mempunyai *target value* sebesar 2,0000 mg/L.

Sampel A, B, C, dan D berdasarkan hasil pengukuran 10 botol dengan dua kali ulangan mempunyai kadar rata-rata fosfat sebesar 0,9738; 1,5452; 0,6999; dan

1,4309 mg/L. Berdasarkan perhitungan sampel A dan C mempunyai *target value* sebesar 1,0000 mg/L, sampel B dan D mempunyai *target value* 2,0000 mg/L.

Rata-rata hasil pengukuran pH sampel A, B, C, dan D adalah 8,02; 8,05; 7,02; dan 6,26. Hasil pengukuran terlihat sampel A dan B memiliki nilai pH yang lebih

Tabel 4. Data hasil pengukuran pH pada sampel uji banding

Kode botol	Kode sampel							
	A		B		C		D	
	a	b	a	b	a	b	a	b
1	8,02	8,02	8,00	8,00	7,34	7,34	6,51	6,51
2	8,00	8,00	8,04	8,04	7,24	7,24	6,45	6,45
3	8,02	8,03	8,07	8,07	7,10	7,10	6,32	6,27
4	8,02	8,02	8,07	8,07	7,05	7,04	6,25	6,25
5	8,01	8,01	8,05	8,04	7,03	7,03	6,26	6,26
6	8,02	8,03	8,06	8,06	6,93	6,93	6,26	6,26
7	8,03	8,03	8,05	8,05	6,93	6,93	6,20	6,20
8	8,02	8,03	8,05	8,05	6,91	6,90	6,17	6,17
9	8,04	8,05	8,07	8,07	6,87	6,86	6,13	6,12
10	8,03	8,04	8,05	8,05	6,83	6,83	6,10	6,10
Rata-rata	8,02		8,05		7,02		6,26	

tinggi dari sampel B dan C. Sampel A dan B pelarutnya berupa air laut sedangkan sampel B dan C pelarutnya akuades. Selanjutnya setelah sampel uji banding diukur masing-masing parameternya, dilakukan uji homogenitas seperti yang tersaji pada Tabel 5.

Berdasarkan Tabel 5 terlihat bahwa uji homogenitas untuk sampel A dan B pada semua parameter uji banding (amoniak, nitrit, fosfat, dan pH) hasilnya homogen. Uji homogenitas untuk sampel C dan D pada parameter amoniak, nitrit, dan fosfat hasilnya homogen sedangkan untuk parameter pH hasilnya tidak homogen. Sampel A dan B merupakan sampel dengan matriks air laut yang tersusun dari berbagai macam bahan-bahan penyangga sehingga lebih cepat homogen dan stabil dibanding matriks C dan D yang merupakan sampel air tawar yang berpelarut akuades.

Sampel yang sudah homogen disimpan dalam suhu ruang untuk dianalisis sesuai waktu yang telah ditentukan, dan sampel dalam botol yang lain di luar untuk keperluan uji banding kemudian dikirim ke masing-masing laboratorium uji banding. Selain sampel yang sudah homogen ada juga sampel yang masih belum homogen. Sampel yang belum homogen disatukan ke dalam satu wadah untuk dihomogenkan kembali dan dilakukan uji homogenitas ulang. Uji homogenitas ini sangat penting dilakukan supaya sampel yang diterima oleh masing-masing laboratorium peserta dalam komposisi yang sama sehingga hasil uji banding hanya dipengaruhi oleh kompetensi laboratorium uji (Karim, 2013).

Pengukuran sampel uji banding akan dilakukan secara serentak oleh semua laboratorium peserta uji

Tabel 5. Data hasil uji homogenitas sampel uji banding

Parameter	Kode sampel					
	A			B		
	Standar	S _s	Keterangan	Standar	S _s	Keterangan
N-NH ₃	0,016	0,076	H	0,090	0,127	H
N-NO ₂	0,004	0,076	H	0,014	0,118	H
P-PO ₄	0,014	0,078	H	0,068	0,116	H
pH	0,012	0,057	H	0,021	0,059	H

Parameter	Kode sampel					
	C			D		
	Standar	S _s	Keterangan	Standar	S _s	Keterangan
N-NH ₃	0,011	0,065	H	0,007	0,134	H
N-NO ₂	0,004	0,059	H	0,006	0,106	H
P-PO ₄	0,014	0,059	H	0,014	0,108	H
pH	1.069	0,052	TH	1.861	0,407	TH

banding untuk meminimalis ketidaksesuaian hasil uji dikarenakan waktu penyimpanan yang berbeda. Sampel uji banding disimpan dalam suhu ruang sampai waktu pengerjaan untuk memberikan perlakuan yang sama dengan sampel yang dikirim melalui ekspedisi. Sampel uji banding diperlakukan sama untuk semua sampel yang dikirim ke peserta uji banding, sehingga diharapkan memberikan hasil yang sama dan hanya dipengaruhi oleh keadaan masing-masing laboratorium penguji.

Pembuatan sampel uji banding biasanya mempunyai target *value*, akan tetapi data yang digunakan adalah data hasil pengukuran sampel uji banding tersebut dari masing-masing laboratorium peserta uji banding, target *value* bisa diabaikan dan hanya digunakan sebagai gambaran penyimpangan dalam pembuatan sampel uji banding.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil pengukuran dan uji homogenitas sampel uji banding dengan kode A dan B semua parameter bersifat homogen, sedangkan sampel C dan D parameter amoniak, nitrit, dan fosfat bersifat homogen sedangkan pH tidak homogen.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Bapak Prof. Dr. I Nyoman Adiasmara Giri sebagai Kepala Laboratorium Kimia BBRBLPP dan Ibu Ni Wayan Widya Astuti atas koreksi makalah ini.

DAFTAR ACUAN

- Karim, A. (2013). Uji homogenitas, <https://karimabdullah.wordpress.com/2013/02/28/uji-homogenitas/>, diakses tanggal 10 Februari 2020 pukul 14:00.
- Hadi, A. (2016). Uji profisiensi emisi gas menggunakan gas analyzer sesuai prinsip-prinsip ISO/IEC 17043 dan ISO 13528. *Ecolab*, 10(2), 89-101.
- Hadi, A. & Asiah. (2018). Statistika pengendalian mutu internal mendukung penerapan ISO/IEC 17025: 2017. Bogor: IPB Press, 248 hlm.
- Komite Akreditasi Nasional [KAN]. (2005). Pedoman statistik uji profisiensi. Komite Akreditasi Nasional. Jakarta, 19 hlm.