

PENGELOLAAN UJI BANDING ANTAR LABORATORIUM MENGUNAKAN SRM DAN CALON SRM

Saeful Yusuf

Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir
Kawasan Puspiptek Serpong Tangerang Selatan, Banten
saeful@batan.go.id

ABSTRAK

PENGELOLAAN UJI BANDING ANTAR LABORATORIUM MENGGUNAKAN SRM DAN CALON SRM. Pada kegiatan ini telah dilakukan pengelolaan uji banding antar laboratorium. Tujuan uji banding antar laboratorium adalah untuk mengetahui kinerja suatu laboratorium pengujian. Bahan standard reference materials (SRM) dan bukan SRM digunakan sebagai sampel uji. Lingkup uji banding meliputi penentuan unsur Al, Mn, Na, Se dan Zn dalam bahan wheat flour. Kegiatan diawali dengan persiapan sampel yang akan dijadikan objek uji banding diikuti dengan penjaringan peserta. Selanjutnya sampel uji banding dan juknis pelaksanaan uji banding dikirimkan kepada para peserta. Peserta tidak diberi tahu dengan pasti jenis sampelnya. Hasil pengujian laboratorium peserta untuk sampel SRM, dievaluasi menggunakan perhitungan uji akurasi-presisi. Sedangkan sampel yang bukan SRM, penilaian kinerja laboratorium dilakukan dengan menggunakan perhitungan Z-skor. Perhitungan statistik lain seperti simpangan baku, uji-u dan rasio hasil uji terhadap nilai sertifikat juga dihitung untuk perbandingan. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa kegiatan uji banding dapat dilakukan menggunakan bahan SRM dan bukan SRM dengan peserta yang tidak banyak (5 laboratorium). Terdapat kesesuaian antara penilaian menggunakan akurasi-presisi dengan perhitungan Z-skor terutama dalam hal akurasinya. Tingkat keberhasilan rata-rata peserta pada penentuan unsur Al, Mn, Na, Se dan Zn dalam bahan wheat flour mencapai 80%.

Kata Kunci : uji banding, SRM, AAN, kinerja laboratorium

ABSTRACT

MANAGEMENT OF INTERLABORATORY COMPARISONS USING SRM AND CANDIDATE SRM. This activity has been carried out on the management of interlaboratory comparisons. Interlaboratory comparison purpose is to determine the performance of a testing laboratory. Standard reference materials (SRM) and candidate SRM are used as a test sample. Scope of interlaboratory comparison are the determination of the elements Al, Mn, Na, Se and Zn in wheat flour ingredients. The event begins with the preparation of the sample as the object of comparative tests, followed by networking participants. Further objects and technical guidelines for the implementation of comparative tests sent to the participants. Participants are were not informed about type of real sample. For SRM object, the results of the participants were assessed using the calculation of "accuracy-precision". While the candidate SRM, laboratory performance assessment is done by using the Z-score calculation. Other statistical calculations such as standard deviation, u-test and the ratio of analysed to certificate value also calculated for comparison. The result is a comparative test activities successfully performed using SRM and candidate SRM with participants no more than 5 laboratories. There is congruence assessment results between "accuracy-precision" and Z-scores calculation, especially in terms of accuracy. Average success rate of participants in the determination of the elements Al, Mn, Na, Se and Zn in the wheat flour ingredients reached 80%.

Key word : inter-laboratory comparisons, SRM, AAN, performance of testing laboratory

PENDAHULUAN

Kinerja suatu laboratorium pengujian ditentukan oleh mutu pengujiannya yang mana berhubungan langsung dengan

keabsahan hasil pengujian dari laboratorium tersebut. Di dalam standar SNI ISO/IEC 2005: 2008 butir 5.9.1 yang berisi persyaratan umum kompetensi laborato-

rium pengujian dan laboratorium kalibrasi, dinyatakan bahwa laboratorium pengujian harus mempunyai prosedur pengendalian mutu untuk memantau keabsahan pengujian [1]. Keabsahan pengujian dapat dipantau dengan beberapa cara, salah satunya adalah partisipasi dalam uji banding antar laboratorium atau program uji profesiensi.

Secara umum, tujuan uji banding antar laboratorium diantaranya 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; identifikasi perbedaan hasil pengukuran antar laboratorium kalibrasi; dan validasi klaim ketidakpastian dari suatu pengukuran [2].

Lembaga Internasional yang secara rutin menyelenggarakan kegiatan uji banding antar laboratorium adalah Badan Tenaga Atom Internasional (IAEA), terutama dalam pengukuran radioaktivitas sampel lingkungan [3-7]. Di Indonesia Komite Akreditasi Nasional (KAN) dan BATAN juga menyelenggarakan program uji profesiensi secara rutin [8-11]. Walaupun pada masa yang akan datang kegiatan ini tidak akan dilanjutkan oleh KAN, mengingat KAN merupakan badan akreditasi yang tidak boleh menyelenggarakan uji profesiensi, dikhawatirkan terjadi konflik berdasarkan ISO/IEC 17043:2010.[2]

Beberapa kendala yang dihadapi oleh suatu laboratorium pengujian untuk berpartisipasi dalam kegiatan uji banding antar laboratorium adalah terbatasnya penyelenggaraan uji banding, ketidakteraturan waktu penyelenggaraan uji banding dan biaya yang relatif mahal. Dari permasalahan tersebut, diperlukan suatu metode bagi laboratorium yang sudah terakreditasi maupun yang belum terakreditasi namun berkomitmen untuk menjaga mutu hasil pengujiannya, mampu menyelenggarakan kegiatan uji banding untuk peserta yang tidak begitu banyak bahkan untuk laboratorium bersangkutan saja.

Teknik analisis aktivasi neutron (AAN) adalah suatu metode analisis unsur yang memiliki sensitifitas tinggi sehingga dapat mendeteksi unsur kelumit secara

serempak dalam konsentrasi yang relatif kecil yaitu orde ppm (seper sejuta) bahkan orde ppb (seper semilyar) untuk beberapa unsur tertentu [12-14]. Beberapa teknik analisis unsur lain yang juga memiliki sensitifitas yang sangat baik adalah *Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry* (ICP-MS), spektrometri serapan atom (AAS) dan atau *X-ray fluorescence spectrometry* (XRF).

Pada makalah ini diuraikan metode pengelolaan uji banding antar laboratorium khususnya untuk pengujian konsentrasi unsur di dalam cuplikan SRM menggunakan teknik AAN, namun demikian teknik analisis unsur yang lain seperti AAS, XRF dapat digunakan apabila teknik AAN tidak memungkinkan. Tujuan penulisan makalah ini adalah *sharing* pengetahuan kepada para pemangku kepentingan khususnya laboratorium pengujian agar mampu menyelenggarakan kegiatan uji banding antar laboratorium. Kegiatan uji banding antar laboratorium dimulai dari persiapan yang meliputi penjaringan peserta, penyiapan sampel uji banding, penyiapan juknis uji banding. Selanjutnya juknis dan sampel uji banding didistribusikan kepada para peserta untuk dianalisis dalam batas waktu yang ditentukan. Hasil pengujian dari laboratorium peserta dievaluasi menggunakan perhitungan statistik. Kriteria akurasi dan presisi digunakan untuk menilai kinerja laboratorium peserta uji banding. Selain kriteria tersebut digunakan juga perhitungan Z-skor untuk menilai kinerja laboratorium peserta dengan asumsi bahwa sampel yang digunakan bukan merupakan standar yang bersertifikat. Akhirnya laporan evaluasi hasil pengujian laboratorium peserta uji banding antar laboratorium dibuat dan disampaikan kepada para peserta.

TEORI

Hasil pengujian dari peserta uji banding antar laboratorium dievaluasi dengan beberapa perhitungan statistik seperti bias relatif, u_{test} skor, rasio hasil laboratorium terhadap sertifikat, uji Grubbs, akurasi-presisi, dan Z-skor.

Pada makalah ini, sampel yang dibagikan kepada peserta adalah sampel SRM (*standard reference material*), kinerja laboratorium dinilai berdasarkan kriteria akurasi dan presisi seperti ditunjukkan pada

persamaan 4-8. Namun demikian pada kegiatan ini diasumsikan pula bahwa sampel uji tersebut bukan merupakan SRM, kinerja laboratorium dinilai berdasarkan perhitungan Z-skor seperti ditunjukkan pada persamaan (9).

Beberapa persamaan statistik yang digunakan dalam pengelolaan uji banding adalah sebagai berikut :

a. Bias relatif

$$\text{Bias relatif} = \frac{\text{nilai}_{lab} - \text{nilai}_{sertifikat}}{\text{nilai}_{sertifikat}} \times 100\% \quad (1)$$

b. U_{test} Skor

$$u_{test} = \frac{|\text{nilai}_{sertifikat} - \text{value}_{lab}|}{\sqrt{\text{unc}_{sertifikat}^2 + \text{unc}_{lab}^2}} \quad (2)$$

dengan :

- u < 1.64 : Hasil yang dilaporkan tidak beda nyata dari nilai sertifikat
- 1.95 > u > 1.64 : Hasil yang dilaporkan kemungkinan tidak beda nyata dengan nilai sertifikat
- 2.58 < u < 1.95 : Tidak jelas beda nyata antara hasil yang dilaporkan dengan nilai sertifikat
- 3.29 < u < 2.58 : Hasil yang dilaporkan kemungkinan beda nyata dari nilai Sertifikat
- u > 3.29 : Hasil yang dilaporkan beda nyata dari nilai sertifikat

c. Rasio hasil pengujian laboratorium terhadap sertifikat

$$\text{rasio} = \frac{\text{nilai}_{lab}}{\text{nilai}_{sertifikat}} \quad (3)$$

d. Akurasi dan presisi

Akurasi dinyatakan lulus apabila nilai $A \leq B$ dengan :

$$A = |\text{nilai}_{sertifikat} - \text{nilai}_{lab}| \quad (4)$$

$$B = 1.95 \times \sqrt{\text{Unc}_{sertifikat}^2 + \text{Unc}_{lab}^2} \quad (5)$$

Presisi dinyatakan lulus apabila nilai $C \leq D$ dengan :

$$C = \sqrt{\left[\frac{\text{unc}_{sertifikat}}{\text{value}_{sertifikat}}\right]^2 + \left[\frac{\text{unc}_{lab}}{\text{value}_{lab}}\right]^2} \times 100\% \quad (6)$$

$$D = \sqrt{\left[\frac{\text{Unc}_{target}}{\text{value}_{target}}\right]^2 + (\sigma_H)^2} \times 100\% \quad (7)$$

$$\sigma_H = 0.02 \times C^{0.8495} \quad (8)$$

Status akhir hasil uji dinyatakan lulus apabila status akurasi dan presisi keduanya lulus.

e. Z-skor

$$Z_{score} = \frac{\text{nilai}_{lab} - \text{nilai}_{acuan}}{\sigma} \quad (9)$$

Kinerja laboratorium peserta dinilai berdasarkan Z-skor yang digolongkan menjadi 3 kategori yaitu :

- Nilai Z-skor antara -2 dan 2 berarti memuaskan
- Nilai Z-skor antara -2 dan -3 serta antara 2 dan 3 berarti meragukan (\$)
- Nilai Z-skor > 3 dan -3 dan Z-skor < -3, berarti tidak memuaskan (\$\$)

TATA KERJA

Secara umum kegiatan uji banding dapat dibagi ke dalam tiga tahap kegiatan yaitu persiapan, pelaksanaan pengujian dan evaluasi hasil uji banding.

a). Persiapan

Penjaringan peserta uji banding dilakukan melalui saluran kerja sama yang sudah ada yaitu kerjasama AAN Batan dan Forum Analisis Aktivasi Neutron (FAANI). Apabila saluran kerjasama belum tersedia maka penjaringan dapat dilakukan melalui website maupun menggunakan surat menyurat.

Sampel uji banding dapat berupa SRM, dapat pula bahan bukan merupakan SRM misalnya calon SRM, persyaratannya adalah stabil dan homogen. Pada kegiatan ini sampel uji banding adalah SRM 1567a *wheat flour* dari NIST. Jenis sampel uji banding dirahasiakan kepada peserta uji banding. Sampel uji banding dimasukkan ke dalam botol berwarna gelap dan ditutup rapat serta diberi etiket sebelum dikirim kepada peserta uji banding. Juknis uji banding berisi pedoman uji banding antara lain tentang berita acara penerimaan

sampel, informasi sampel uji banding, informasi metode pengujian, lingkup pengujian seperti unsur apa yang harus ditentukan, metode evaluasi kinerja laboratorium, format penulisan laporan, tata cara penyampaian laporan serta *time table* kegiatan uji banding.

Juknis dan sampel uji banding didistribusikan kepada para peserta setelah di bungkus dengan rapi dan aman, diberi kode laboratorium dan alamat yang jelas.

b) Pelaksanaan pengujian

Pengujian dilakukan di masing-masing laboratorium menggunakan teknik AAN atau teknik analisis unsur lainnya seperti AAS atau XRF. Metode dan tata kerja pengujian bergantung pada kebiasaan laboratorium peserta. Setiap laboratorium diminta untuk menentukan konsentrasi unsur Al, Mn, Na, Se dan Zn di dalam sampel uji banding. etiap laboratorium

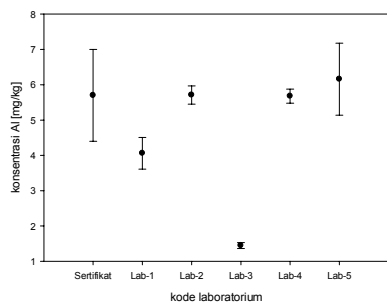
harus mengirimkan hasil uji banding pada tanggal yang telah ditentukan.

c) Evaluasi dan pembuatan laporan

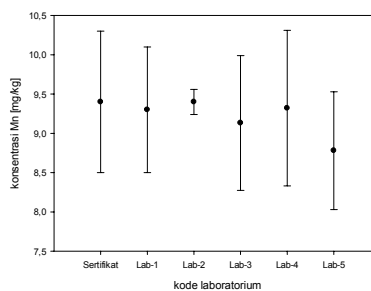
Laporan hasil pengujian dari setiap laboratorium peserta dievaluasi menggunakan beberapa perhitungan statistik seperti telah diuraikan pada bab dasar teori. Selanjutnya laporan hasil evaluasi uji banding disampaikan kepada seluruh peserta untuk diketahui kinerjanya. Laporan hasil evaluasi dapat pula disampaikan dalam suatu pertemuan yang membahas tentang hasil uji banding.

HASIL DAN PEMBAHASAN

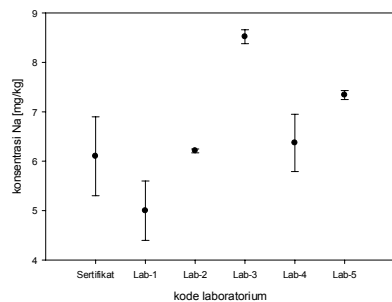
Terdapat 5 laboratorium yang memasukkan hasil uji banding kepada panitia. Seluruh peserta uji banding menggunakan teknik nuklir analisis aktivasi neutron untuk menganalisis sampel uji banding yang diberikan oleh panitia.



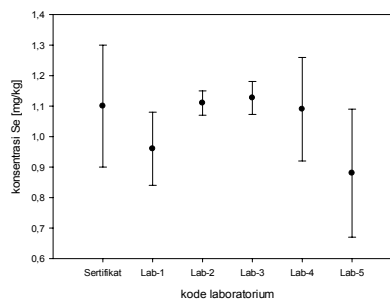
Gambar-1 : Grafik Hasil Uji Unsur Al



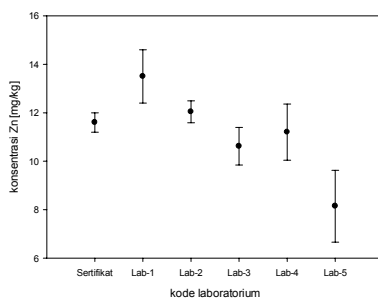
Gambar-2 : Grafik Hasil Uji Unsur Mn



Gambar-3 : Grafik Hasil Uji Unsur Na



Gambar-4 : Grafik Hasil Uji Unsur Se



Gambar-5 : Grafik Hasil Uji Unsur Zn

Pada Gambar 1-5 ditunjukkan grafik hasil uji laboratorium peserta dan nilai sertifikat dari SRM 1567a *wheat flour* untuk unsur Al, Mn, Na, Se dan Zn.

Secara visual dari grafik yang dibuat, konsentrasi unsur yang harus ditentukan yaitu Al, Mn, Na, Se dan Zn memiliki konsentrasi pada orde ppm atau [mg/kg]. Hasil uji dari para pesertapun tidak jauh berbeda dengan nilai sertifikat. Namun demikian lulus tidaknya hasil uji dari para peserta memerlukan perhitungan statistik seperti uji presisi-akurasi dan Z-skor.

Pada Tabel 1-5 ditunjukkan evaluasi hasil uji banding dari setiap laboratorium peserta untuk unsur Al, Mn, Na, Se dan Zn. Setiap tabel terdiri dari 16 kolom dimana kolom-1 adalah kode laboratorium, kolom 2-3 adalah nilai sertifikat dan nilai ketidakpastiannya, kolom 4-5 hasil dari masing-masing laboratorium serta nilai ketidakpastiannya. Kolom 6-8, masing masing adalah nilai bias relatif, skor $u_{\text{-test}}$ dan rasio hasil uji terhadap sertifikat yang dihitung menggunakan persamaan (1-3). Kolom 9-15 adalah kriteria akurasi dan status keberterimaan/kelulusan uji banding, sedangkan kolom 16 adalah merupakan persen keberhasilan uji banding untuk unsur tertentu. Nilai pada kolom 9-10 dan 12-13 masing-masing dihitung menggunakan persamaan (4-8). Hasil yang baik dan diharapkan tentunya memiliki bias relatif yang kecil, skor $u_{\text{-test}} < 1,64$, rasio hasil uji terhadap sertifikat = 1 atau mendekati 1, akurasi dan presisinya lulus. Perhitungan akurasi-presisi dilakukan dengan tingkat kepercayaan 95%. Keuntungan dari sistem pendekatan ini adalah dapat menguji kredibilitas nilai ketidakpastian yang diberikan oleh laboratorium peserta. Gambar-1 adalah grafik hasil uji unsur Al dan Tabel-1 adalah evaluasi hasil uji banding dari setiap laboratorium peserta untuk unsur Al. Hasil uji peserta uji banding berkisar pada $1,45 \pm 0,08$ (Lab-3) sampai dengan $6,16 \pm 1,02$ (Lab-5), sedangkan nilai sertifikat unsur Al adalah $5,7 \pm 1,3$ [mg/kg]. Dari perhitungan rasio, nilai Lab-3 hanya $\frac{1}{4}$ kali nilai sertifikat sedangkan Lab-5 memiliki rasio yang jauh lebih baik yaitu 1,08 atau bias relatifnya sekitar 8%. Menurut perhitungan akurasi dan presisi, Lab-1, Lab-2 dan Lab-4 lulus akurasi dan presisi. Sehingga status akhir dari ke 3 laboratorium tersebut dinyatakan lulus. Lab-3 memiliki status akurasi tidak lulus tetapi presisi lulus, sedangkan Lab-5 memiliki

status akurasi lulus tetapi presisi tidak lulus, sehingga baik Lab-3 maupun Lab-5 dinyatakan tidak lulus dalam status akhirnya. Bila Lab-5 dibandingkan terhadap Lab-1, terlihat bahwa Lab-1 memiliki bias relatif yang lebih besar dari Lab-5, tetapi Lab-1 dinyatakan lulus dalam status akhirnya. Faktor ketidakberhasilan Lab-5 adalah lebih disebabkan oleh nilai ketidakpastian yang terlampau besar. Secara keseluruhan faktor keberhasilan uji banding untuk unsur Al adalah sebesar 60%.

Gambar-2 adalah grafik hasil uji unsur Mn dan Tabel-2 adalah evaluasi hasil uji banding dari setiap laboratorium peserta untuk unsur Mn. Nilai sertifikat untuk Mn adalah $9,4 \pm 0,9$ [mg/kg]. Hasil uji dari para peserta bervariasi pada kisaran 8,78 s.d. 9,40 [mg/kg]. Secara visual dari grafik pada Gambar-2 terlihat bahwa data yang dilaporkan para peserta sangat akurat sekali bila dibandingkan terhadap sertifikat. Berdasarkan perhitungan statistik, semua parameter yang dihitung sesuai dengan yang diharapkan yaitu bias relatif yang kecil, skor $u_{\text{-test}} < 1,64$, rasio hasil uji terhadap sertifikat mendekati 1, akurasi dan presisinya kedua duanya lulus. Seluruh laboratorium peserta dapat menganalisis Mn dengan memberikan nilai akurasi dan presisi yang baik. Tingkat keberhasilan peserta dalam menganalisis unsur Mn di dalam *wheat flour* adalah 100%.

Grafik hasil uji unsur Na ditunjukkan pada Gambar-3 sedangkan data evaluasinya ditunjukkan pada Tabel-3. Kandungan Na di dalam *wheat flour* sesuai sertifikat adalah $61 \pm 0,8$ [mg/kg]. Hasil uji peserta bervariasi diantara kisaran 5,00 – 8,52 [mg/kg]. Hasil evaluasi menunjukkan bahwa dari 5 laboratorium yang melaporkan hasilnya, 4 laboratorium dinyatakan lulus dalam status akhirnya. Sedangkan 1 laboratorium yaitu Lab-3 tidak lulus uji akurasi tetapi uji presisi lulus sehingga status akhirnya tidak lulus. Untuk pengujian Na, tingkat keberhasilannya mencapai 80%.

Pada Gambar-4 ditunjukkan grafik hasil pengujian unsur Se. Kandungan unsur Se di dalam sampel uji banding sangat sedikit yaitu $1,1 \pm 0,2$ [mg/kg]. Dari grafik terlihat bahwa hasil uji dari laboratorium peserta sangat mendekati nilai sertifikat yaitu berkisar 0,88- 1,13 [mg/kg]. Terlihat bahwa teknik analisis nuklir dengan metode AAN cukup sensitif karena mampu

mendeteksi unsur sampai orde ppm atau [mg/kg]. Dari data perhitungan statistik seperti ditunjukkan pada Tabel-4, terlihat bahwa seluruh laboratorium peserta lulus uji akurasi. Empat laboratorium peserta lulus uji presisi dan hanya 1 peserta yang tidak lulus uji presisi. Sehingga dalam status akhirnya 4 peserta lulus dan 1 peserta yaitu Lab-5 dinyatakan tidak lulus. Walaupun secara statistik, Lab-5 memiliki akurasi yang baik tetapi nilai presisinya tidak lulus disebabkan oleh nilai ketidaktelitiannya yang terlampaui besar. Tingkat keberhasilan uji banding dalam analisis unsur Se mencapai 80%.

peserta untuk unsur Zn. Konsentrasi Zn di dalam SRM 1567a *wheat flour* $11,6 \pm 0,4$ [mg/kg]. Hasil uji dari ke lima peserta berkisar $8,14 \pm 13,50$ [mg/kg]. 4. Laboratorium yaitu Lab-1, Lab-2, Lab-3 dan Lab-4 menunjukkan data akurasi dan presisi lulus, sehingga status akhir dari keempat laboratorium tersebut dinyatakan lulus. Sedangkan Lab-5, status akurasi maupun presisinya. Terlihat bahwa akurasi dari Lab-5 kurang baik dengan bias relatif mencapai 29,8% disamping nilai ketidaktelitiannya yang terlampaui besar sehingga tidak lulus uji presisi. Keberhasilan peserta dalam menganalisis unsur Zn mencapai 80%.

Pada Tabel-5 ditunjukkan evaluasi hasil uji banding dari setiap laboratorium

Tabel-1 : Evaluasi hasil uji banding dari setiap laboratorium peserta untuk unsur Al

Nomor	Sertifikat (Al)		Hasil uji lab (Al)		Bias relatif [%]	Skor U_{best}	Rasio	Kriteria akurasi			Kriteria presisi			Status akhir	% K*
	nilai [mg/k]	unc [mg/k]	nilai [mg/k]	unc [mg/k]				A	B	status	C	D	status		
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16
Lab-1	5,7	1,3	4,06	0,45	28,8	1,19	0,71	1,64	2,68	lulus	25,36	26,23	lulus	Lulus	60
Lab-2	5,7	1,3	5,71	0,26	0,2	0,01	1,00	0,01	2,59	lulus	23,26	25,92	lulus	Lulus	
Lab-3	5,7	1,3	1,45	0,08	74,6	3,27	0,25	4,25	2,54	tidak lulus	23,54	27,37	lulus	Tidak Lulus	
Lab-4	5,7	1,3	5,68	0,20	0,4	0,02	1,00	0,02	2,56	lulus	23,08	25,92	lulus	Lulus	
Lab-5	5,7	1,3	6,16	1,02	8,1	0,28	1,08	0,46	3,22	lulus	28,18	25,85	tidak lulus	Tidak Lulus	

* K = Keberhasilan uji banding untuk unsur tertentu

Tabel-2 : Evaluasi hasil uji banding dari setiap laboratorium peserta untuk unsur Mn

Nomor	Sertifikat (Mn)		Hasil uji lab (Mn)		Bias relatif [%]	Skor U_{best}	Rasio	Kriteria akurasi			Kriteria presisi			Status akhir	% K*
	nilai [mg/k]	unc [mg/k]	nilai [mg/k]	unc [mg/k]				A	B	status	C	D	status		
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16
Lab-1	9,4	0,9	9,30	0,80	1,1	0,08	0,99	0,10	2,348	lulus	12,87	14,91	lulus	Lulus	100
Lab-2	9,4	0,9	9,40	0,16	0,0	0,00	1,00	0,00	1,783	lulus	9,72	14,90	lulus	Lulus	
Lab-3	9,4	0,9	9,13	0,86	2,9	0,22	0,97	0,27	2,423	lulus	13,41	14,94	lulus	Lulus	
Lab-4	9,4	0,9	9,32	0,99	0,9	0,06	0,99	0,08	2,609	lulus	14,30	14,91	lulus	Lulus	
Lab-5	9,4	0,9	8,78	0,75	6,6	0,53	0,93	0,62	2,284	lulus	12,83	14,99	lulus	Lulus	

Tabel-3 : Evaluasi hasil uji banding dari setiap laboratorium peserta untuk unsur Na

Nomor	Sertifikat (Na)		Hasil uji lab (Na)		Bias relatif [%]	Skor U_{best}	Rasio	Kriteria akurasi			Kriteria presisi			Status akhir	% K*
	nilai [mg/k]	unc [mg/k]	nilai [mg/k]	unc [mg/k]				A	B	status	C	D	status		
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16
Lab-1	6,1	0,8	5,00	0,60	18,0	1,10	0,82	1,10	1,95	lulus	17,8	18,2	lulus	Lulus	80
Lab-2	6,1	0,8	6,21	0,04	1,8	0,14	1,02	0,11	1,56	lulus	13,1	17,9	lulus	Lulus	
Lab-3	6,1	0,8	8,52	0,14	39,7	2,98	1,40	2,42	1,58	tidak lulus	13,2	17,5	lulus	Tidak Lulus	
Lab-4	6,1	0,8	6,37	0,58	4,4	0,27	1,04	0,27	1,93	lulus	16,0	17,8	lulus	Lulus	
Lab-5	6,1	0,8	7,34	0,09	20,3	1,54	1,20	1,24	1,57	lulus	13,2	17,7	lulus	Lulus	

Tabel-4 : Evaluasi hasil uji banding dari setiap laboratorium peserta untuk unsur Se

Nomor	Sertifikat (Se)		Hasil uji lab (Se)		Bias relatif [%]	Skor U_{best}	Rasio	Kriteria akurasi			Kriteria presisi			Status akhir	% K*
	nilai [mg/k]	unc [mg/k]	nilai [mg/k]	unc [mg/k]				A	B	status	C	D	status		
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16
Lab-1	1,1	0,2	0,96	0,12	12,7	0,60	0,87	0,14	0,45	lulus	22,1	24,3	lulus	Lulus	80
Lab-2	1,1	0,2	1,11	0,04	0,9	0,05	1,01	0,01	0,40	lulus	18,5	24,1	lulus	Lulus	
Lab-3	1,1	0,2	1,13	0,05	2,5	0,13	1,02	0,03	0,40	lulus	18,8	24,0	lulus	Lulus	
Lab-4	1,1	0,2	1,09	0,17	0,9	0,04	0,99	0,01	0,51	lulus	24,0	24,1	lulus	Lulus	
Lab-5	1,1	0,2	0,88	0,21	20,0	0,76	0,80	0,22	0,57	lulus	30,0	24,4	tidak lulus	Tidak Lulus	

Tabel-5 : Evaluasi hasil uji banding dari setiap laboratorium peserta untuk unsur Zn

Nomor	Sertifikat (Zn)		Hasil uji lab (Zn)		Bias relatif [%]	Skor U_{best}	Rasio	Kriteria akurasi			Kriteria presisi			Status akhir	% K*
	nilai [mg/k]	unc [mg/k]	nilai [mg/k]	unc [mg/k]				A	B	status	C	D	status		
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16
Lab-1	11,6	0,4	13,50	1,10	16,4	1,62	1,16	1,90	2,28	lulus	8,8	11,3	lulus	Lulus	80
Lab-2	11,6	0,4	12,04	0,45	3,8	0,73	1,04	0,44	1,17	lulus	5,1	11,5	lulus	Lulus	
Lab-3	11,6	0,4	10,62	0,78	8,5	1,12	0,92	0,98	1,70	lulus	8,1	11,7	lulus	Lulus	
Lab-4	11,6	0,4	11,20	1,16	3,4	0,33	0,97	0,40	2,39	lulus	10,9	11,6	lulus	Lulus	
Lab-5	11,6	0,4	8,14	1,48	29,8	2,26	0,70	3,46	2,99	tidak lulus	18,5	12,2	tidak lulus	Tidak Lulus	

Telah diuraikan dengan jelas bagaimana mengevaluasi hasil uji banding menggunakan persamaan statistik bias relatif, u-test, rasio hasil uji terhadap nilai sertifikat dan perhitungan akurasi dan presisi. Penilaian akurasi-presisi menyoroti tidak hanya masalah metodologi yang mempengaruhi keakuratan data yang dilaporkan, tetapi juga mengidentifikasi kekurangan dalam estimasi ketidakpastian.

Selanjutnya apa yang dapat dilakukan seandainya bahan tersebut bukan merupakan suatu bahan misalnya calon SRM, dimana belum ada nilai yang dianggap benar untuk konsentrasi unsur di dalam bahan. Perhitungan menggunakan Z-skor dapat digunakan untuk memperkirakan nilai benar dari konsentrasi unsur yang terdapat di dalam sampel tersebut. Dalam perhitungan Z skor tidak melibatkan nilai ketidakpastian yang diberikan peserta. Diasumsikan bahwa bahan uji banding tersebut bukan merupakan bahan SRM dan tidak memiliki nilai sertifikat. Berdasarkan data yang diberikan oleh para peserta seperti pada kolom 4 dan kolom 5 dari Tabel 1-5 maka dapat dilakukan evaluasi

menggunakan perhitungan Z-skor seperti ditunjukkan pada persamaan-9.

Sebelum dilakukan perhitungan Z-skor maka terlebih dahulu dilakukan uji keseragaman dengan cara mengurut-kan data dari yang terkecil hingga yang terbesar ($x_1, x_2, x_3, \dots, x_n$) dan dibuat histogramnya. Bila dari histogram menunjukkan adanya data yang menyimpang maka dilakukan seleksi data menggunakan uji Grubbs. Nilai G_{hitung} diperoleh melalui persamaan (10), dimana x_i merupakan nilai terendah / tertinggi dan s adalah standar deviasi. Sedangkan G_{tabel} diperoleh dari tabel statistik, contohnya ditunjukkan pada Tabel-6 untuk tingkat kepercayaan (*confidence level*=CL) 95%. Suatu nilai terseleksi apabila $G_{hitung} > G_{tabel}$. Bila ada data yang terseleksi maka dilakukan lagi seleksi Grubbs sampai tidak ada lagi yang terseleksi, selanjutnya dilakukan perhitungan Z-skor.

$$G_{hitung} = \frac{|x_{rerata} - x_i|}{s} \quad (10)$$

Tabel-6. G_{tabel} pada CL 95%

N data	4	5	6	7	8	9	10	11	12	15	20
G_{tabel}	1,463	1,672	1,822	1,938	2,032	2,110	2,176	2,234	2,285	2,409	2,557

Tabel-7 Seleksi data menggunakan uji Grubbs untuk pengujian unsur Al

Kode Lab	Hasil [mg/kg]	Rerata	Std. deviasi	G hitung	G tabel
3*	1,446	4,611	1,941	1,631	1,672
1	4,060				
4	5,680				
2	5,710				
5	6,160				
Kesimpulan $G_{hitung} < G_{tabel}$ sehingga Lab 3 tidak terseleksi					

Pada Tabel-7 ditunjukkan hasil seleksi data menggunakan uji Grubbs. Setelah diurutkan dari nilai terkecil sampai

yang terbesar maka dilakukan perhitungan nilai G. Nilai yang diseleksi adalah nilai terendah / tertinggi yang memiliki perbedaan

paling besar dibandingkan terhadap nilai rata-rata. Dari data Tabel-7 terlihat bahwa yang harus diseleksi adalah Lab-3 atau nilai terendah, yang memiliki perbedaan paling besar terhadap nilai rata-rata. Dari perhitungan diperoleh $G_{hitung} = 1,631$. Bila dibandingkan terhadap G_{tabel} yang memiliki nilai 1,672 untuk tingkat kepercayaan 95% maka diperoleh $G_{hitung} < G_{tabel}$, artinya

adalah Lab-3 tidak terseleksi sehingga perhitungan Z-skor dapat dilanjutkan.

Berdasarkan persamaan (9) maka dapat dihitung nilai Z-skor untuk masing-masing laboratorium. Pada Tabel-8 memuat data hasil uji, rata-rata, median, CV horwitz, SD horwitz serta nilai Z-skor untuk masing-masing laboratorium pada pengujian unsur Al.

Tabel-8 : Perhitungan nilai Z-skor untuk pengujian unsur Al

Kode Lab	Hasil [mg/kg]	rerata	median	CV Horwitz	SD Horwitz	Zscore
1	4.06					-2,32 \$
2	5.71					0,04
3	1.4461	4,611	5,680	12,319	0,700	-6,05 \$\$
4	5.68					0,00
5	6.16					0,69

Terdapat 3 laboratorium yang memiliki nilai Z dengan kategori memuaskan dengan Z-skor ≤ 2 yaitu Lab-2, Lab-4 dan Lab-5, sedangkan Lab-1 dikategorikan meragukan dengan Z-skor diantara (-2) – (-3), dan Lab-3 pada kategori tidak memuaskan dengan Z-skor < -3 . Bila penilaian Z-skor dibandingkan terhadap penilaian kinerja laboratorium menggunakan uji presisi-akurasi maka terdapat beberapa perbedaan. Berdasarkan uji akurasi-presisi Lab-1, Lab-2 dan Lab-4 dinyatakan lulus, sedangkan Lab-3 dan Lab-5 dinyatakan tidak lulus (Tabel-1). Perbedaan yang

paling kentara adalah pada hasil penilaian Lab-5 dimana pada uji presisi-akurasi dinyatakan tidak lulus sedangkan pada penilaian dengan Z-skor dikategorikan memuaskan. Penjelasan dari hal tersebut adalah pada penilaian akurasi-presisi, Lab-5 tidak lulus presisi walaupun akurasi lulus. Sedangkan pada penilaian dengan Z-skor perhitungan tidak melibatkan nilai ketidakpastian tetapi hanya berdasarkan pada keakuratan hasil pengujian saja akibatnya Lab-5 walaupun kurang presisi tetapi memiliki akurasi yang baik sehingga status akhirnya memuaskan.

Tabel-9 : Seleksi data menggunakan uji Grubbs untuk pengujian unsur Mn

Kode Lab	Hasil [mg/kg]	Rerata	Std. deviasi	G hitung	G tabel
5*	8,78	9,186	0,247	1,644	1,672
3	9,13				
1	9,30				
4	9,32				
2	9,40				

$G_{hitung} < G_{tabel}$ artinya Lab 5 tidak terseleksi

Pada Tabel-9 memuat hasil seleksi data menggunakan uji Grubbs untuk pengujian unsur Mn. Dari data yang ditampilkan terlihat hasilnya seragam yaitu berkisar antara 8,78-9,40 [mg/kg]. Hasil seleksi uji Grubbs juga menunjukkan tidak ada hasil Laboratorium yang terseleksi. Dari penilaian berdasarkan Z-skor yang ditunjukkan pada Tabel-10, ternyata semua laboratorium memiliki nilai Z-skor dalam kategori memuaskan. Hasil penilaian kinerja ini sama dengan hasil penilaian menggunakan uji akurasi-presisi, semua laboratorium dinyatakan lulus (Tabel-2).

Seleksi data menggunakan uji Grubbs untuk pengujian unsur Na ditunjukkan pada Tabel-11. Hasil seleksi menunjukkan bahwa semua data seragam, tidak ada data yang terseleksi. Hasil penilaian dengan Z-skor (Tabel-12) menunjukkan bahwa 4 laboratorium dalam kategori memuaskan sedangkan 1 laboratorium yaitu Lab-3 dikategorikan meragukan. Terdapat kesesuaian hasil penilaian antara uji akurasi-presisi (Tabel-3) dengan Z-skor. Lab-3 dinyatakan tidak lulus pada penentuan unsur Na.

Tabel-10 : Perhitungan nilai Z-skor untuk pengujian unsur Mn

Kode Lab	Hasil [mg/kg]	rerata	median	CV Horwitz	SD Horwitz	Zscore
1	9.30					0,000
2	9.40					0,094
3	9.13	9,19	9,300	11,438	1,064	-0,158
4	9.32					0,019
5	8.78					-0,489

Tabel-11 : Seleksi data menggunakan uji Grubbs untuk pengujian unsur Na

Kode Lab	Hasil [mg/kg]	Rerata	Std. deviasi	G hitung	G tabel
1	5,00				
2	6,21				
4	6,37	6,688	1,319	1,389	1,672
5	7,34				
3*	8,52				

$G_{hitung} < G_{tabel}$ artinya Lab 3 tidak terseleksi

Tabel-12 : Perhitungan nilai Z-skor untuk pengujian unsur Na

Kode Lab	Hasil [mg/kg]	rerata	median	CV Horwitz	SD Horwitz	Zscore
1	5,00					1,777
2	6,21					0,207
3	8,52	6,69	6,370	12,108	0,771	2,787 \$
4	6,37					0,000
5	7,34					1,258

Hasil uji Grubbs dan perhitungan Z-skor untuk unsur Se ditunjukkan pada Tabel 13-14. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa semua data yang diberikan laboratorium peserta adalah seragam terbuksi dengan tidak adanya data yang terseleksi. Penilaian dengan perhitungan Z-skor menunjukkan bahwa

semua laboartorium peserta memberikan hasil dalam kategori memuaskan. Hasil penilaian ini sedikit berbeda dengan penilaian akurasi-presisi dimana terdapat 1 laboratorium tidak lulus (Lab-5), karena tidak lulus presisi walaupun akurasinya lulus.

Tabel-13 : Seleksi data menggunakan uji Grubbs untuk pengujian unsur Se

Kode Lab	Hasil [mg/kg]	Rerata	Std. deviasi	G hitung	G tabel
5*	0,88				
1	0,96				
4	1,09	1,033	0,108	1,419	1,672
2	1,11				
3	1,13				

$G_{hitung} < G_{tabel}$ artinya Lab 5 tidak terseleksi

Tabel-14 : Perhitungan nilai Z-skor untuk pengujian unsur Se

Kode Lab	Hasil [mg/kg]	rerata	median	CV Horwitz	SD Horwitz	Zscore
1	0,96					-0.755
2	1,11					0.116
3	1,13	1,03	1,09	15,794	1,1721	0.215
4	1.09					0.000
5	0.88					-1.220

Pada Tabel-15 dan Tabel-16 ditunjukkan hasil seleksi data uji Grubbs dan

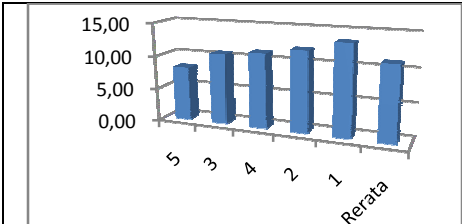
perhitungan Z-skor untuk unsur Zn. Melalui uji Grubbs diketahui bahwa datanya

seragam sehingga dapat dilanjutkan untuk perhitungan Z-skor. Perhitungan Z-skor menunjukkan bahwa ada 4 laboratorium dalam kategori memuaskan sedangkan 1

laboratorium, yaitu Lab-5 dikategorikan meragukan. Hasil penilaian ini ada kesesuaian dengan penilaian akurasi-presisi (Tabel-5)

Tabel-15 : Seleksi data menggunakan uji Grubbs untuk pengujian unsur Zn

Kode Lab	Hasil [mg/kg]	Rerata	Std. deviasi	G hitung	G tabel
5*	8,14				
3	10,62				
4	11,20	11,10	1,978	-1,497	1,672
2	12,04				
1	13,50				



$G_{hitung} < G_{tabel}$ artinya Lab 5 tidak terseleksi

Tabel-16 : Perhitungan nilai Z-skor untuk pengujian unsur Zn

Kode Lab	Hasil [mg/kg]	rerata	median	CV Horwitz	SD Horwitz	Zscore
1	13,5					1,847
2	12,04					0,674
3	10,62	11,10	11,20	11,122	1,245	0,466
4	11,20					0,000
5	8,14					2,457 \$

Terdapat kesesuaian penilaian akurasi-presisi dengan penilaian Z-skor, terutama bila yang diperbandingkan adalah data akurasi terhadap Z-skor. Apabila hasil akurasi lulus kemungkinan besar Z-skornya memuaskan atau minimal meragukan. Namun demikian bisa saja terjadi Z-skor memuaskan namun penilaian akurasi-presisi tidak lulus, karena pada penilaian akurasi presisi tidak hanya memperhitungkan hasil pengukuran namun juga nilai ketidakpastian pengukuran.

Hasil uji banding juga menunjukkan bahwa analisis unsur dengan teknik AAN sangat sensitive terbukti dapat menentukan konsentrasi unsur Al, Mn, Na, Se dan Zn pada orde ppm. Selain sensitif, analisis dengan AAN juga akurat. Melalui penilaian akurasi dan presisi, tingkat keberhasilan rata-rata peserta dalam menentukan unsur Al, Mn, Na, Se dan Zn mencapai 80%.

KESIMPULAN

Untuk menjaga kinerja laboratorium, kegiatan uji banding dapat diselenggarakan tanpa melibatkan banyak peserta sehingga menghemat waktu dan biaya baik menggunakan SRM maupun bukan SRM. Hasil penilaian kinerja laboratorium dengan menggunakan perhitungan akurasi-presisi dibandingkan Z-

skor terdapat kesesuaian terutama dari aspek akurasinya. Penilaian kinerja akurasi-presisi memberikan keuntungan disamping keakuratan metode uji tetapi juga dapat mengidentifikasi kekurangan dalam estimasi ketidakpastian pengukuran. Hasil uji banding juga menunjukkan bahwa metode AAN sangat sensitif dan memiliki akurasi yang tinggi. Tingkat keberhasilan uji banding rata-rata untuk unsur Al, Mn, Na, Se dan Zn mencapai 80%.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Drs. Gunawan, M.Sc dan Prof. Dr. Muhayaton atas kerjasamanya menyelenggarakan Uji Banding Antar Laboratorium Analisis Aktivasi Neutron serta seluruh peserta Uji Banding.

DAFTAR PUSTAKA

1. SNI ISO/IEC 17025: 2008, Persyaratan Umum Kompetensi Laboratorium Pengujian dan Laboratorium Kalibrasi, Badan Standardisasi Nasional, 2008.
2. <http://www.kan.or.id/>, Pentingnya Uji Banding dalam Mendukung Kepastian dan Efisiensi Transaksi Pasar, 29 November 2012.
3. IAEA, Final Report on the Proficiency Test on the Determination of Total

- Arsenic Concentration in Water, TC Project BGD/08/018, Seibersdorf, February 2005.
4. IAEA, Report proficiency test on the Determination of ^{137}Cs and ^{210}Pb in spiked soil, IAEA-CU-2006-05, Seibersdorf, April 2006.
 5. IAEA, Report on the Proficiency Test on the Determination of Gamma Emitting Radionuclides in SeaWater, IAEA-CU-2006-08, Seibersdorf, March 2007.
 6. IAEA, Mediterranean Region Proficiency Test on the Determination of Radionuclides in Air Filters, IAEA-CU-2008-02, VIENNA, October 2009.
 7. IAEA, Latin American Regional Proficiency Test on The Determination of Trace Element and Radionuclides in Algae, Soil and Spiked Water, TC Project RLA-2014, Seibersdorf January 2010.
 8. <http://www.kan.or.id/wp-content/uploads/downloads/2013/08/Form-pendaftaran-Uji-Profisiensi-KAN-2013.pdf>.
 9. SAEFUL YUSUF, RUKIHATI, IMAN KUNTORO, Uji Banding Antar Laboratorium AAN Terhadap Cuplikan Lingkungan, Prosiding Seminar Nasional AAN 2008, Sabuga, ITB Bandung, 22 Oktober 2008, hal. 306-317, ISSN 2085-2797.
 10. GUNAWAN, MUHAYATUN, SAEFUL, Laporan Program Uji Banding Antar Laboratorium Analisis Aktivasi Neutron V, FAANI-Lab. PTNBR, 2012.
 11. MUHAYATUN S., GUNAWAN, SAEFUL, Laporan Program Uji Banding Antar Laboratorium Analisis Aktivasi Neutron VI, FAANI-Lab. PTNBR, 2013.
 12. TH. RINA MULYANINGSIH dan SAEFUL YUSUF, "Kandungan Mineral Dalam Produk Tempe", Prosiding Seminar Nasional Teknik Analisis Nuklir, Bandung, 16 Oktober 2012.
 13. TH. RINA MULYANINGSIH dkk., "Analisis Unsur Toksik dan Makromikro nutrient dalam Bahan Makanan Dengan Metode AAN, Jurnal Iptek Nuklir Ganendra, Vol.13, No.1, 2010, hal 119-129.
 14. SAEFUL YUSUF, IMAN KUNTORO dan TH. RINA MULYANINGSIH, Penentuan Unsur Kelumit Dalam Cuplikan Lingkungan Dengan Metode Analisis Aktivasi Neutron, Prosiding AMTEq 2009, Tangerang, 28-28 Juli 2009.

TANYA JAWAB

Muhayatun

Sedikit koreksi bahwa uji yang dilakukan dalam satu laboratorium menggunakan berbagai metode belum dapat dikatakan uji banding. Hal tersebut lebih tepat dinamakan validasi metode!

Saeiful Yusuf

Bisa dikatakan uji banding apabila pelaksana dari masing-masing metoda adalah independen satu sama lain walau dalam satu laboratorium yang sama.

Duyeh Setiawan

Alasan uji banding lab ini menggunakan unsur-unsur Al, Mn, Na, Se dan Zn ? Bagaimana untuk unsur-unsur lainnya.

Saeiful Yusuf

Sebetulnya dalam pelaksanaan uji banding tersebut yang ditentukan adalah 10 unsur. Namun dalam makalah ini yang dijadikan contoh evaluasi hanya 5 unsur saja, karena penekanan makalah ini adalah pengelolaan dan evaluasi uji banding.