

---

---

**PEMBUKTIAN MUTU NILAI ACUAN PADA BAHAN ACUAN STANDAR  
INTERNAL SS PANG 10 MELALUI UJI BANDING LABORATORIUM**  
*Reference Value Verification of Internal Reference Material SS Pang 10 Through  
Interlaboratory Test*

**Ronaldo Irzon dan Kurnia**

Pusat Survei Geologi, Jl. Diponegoro No.57, Kota Bandung, Jawa Barat, Indonesia  
email: ronaldoirzon18@gmail.com

Diterima: 22 Januari 2019, Direvisi: 20 Februari 2019, Disetujui: 22 Februari 2019

**Abstrak**

Suatu pengukuran memerlukan bahan acuan sebagai pijakan mengenai ketepatan hasil analisis. Beberapa negara telah memulai membuat bahan acuan standar nasionalnya sendiri untuk dapat mendampingi dan menggantikan peran *Certified Reference Material* yang berharga mahal. Indonesia perlu memproduksi bahan acuan standar sendiri agar dapat memangkas biaya analisis pada masa yang akan datang. Laboratorium Pusat Survei Geologi telah memulai membuat bahan acuan standar internal yang berasal dari beragam matriks. SS Pang 10 merupakan bahan acuan standar internal berupa sedimen aliran berair payau dari Sungai Cibenyung di wilayah Pangandaran. Mutu nilai sertifikasi bahan acuan standar ini kemudian dibuktikan melalui uji banding antar laboratorium. Tulisan ini bertujuan untuk menjelaskan proses pembuktian mutu nilai acuan dari SS Pang 10 melalui uji banding dengan empat laboratorium nasional lain, yaitu: PSDMBP, Tekmira, Intertek, dan Geoservices. Uji banding tersebut dilaksanakan dengan menggunakan empat jenis perangkat uji, yaitu: AAS, XRF, ICP-MS, dan ICP-OES. Rerata, standar deviasi, dan reproduksibilitas hasil uji banding antar laboratorium dihitung untuk menentukan kelayakan besaran komposisi analit sebagai nilai acuan. Dengan menggunakan basis reproduksibilitas <20%, terdapat 17 analit dari kelompok unsur utama dan unsur jejak pada bahan standar ini yang dapat dijadikan acuan lebih lanjut. Sertifikasi nilai acuan pada SS Pang 10 juga telah dilengkapi dengan besaran ketidakpastian sebagai salah satu syarat suatu bahan acuan standar.

**Kata kunci:** bahan acuan standar, uji banding, komposisi kimia, reproduksibilitas

**Abstract**

*A measurement requires reference material as a base calculation for the accuracy of the analysis. Several countries have started to make their own national standard reference material to assist and replace the high-priced Certified Reference Material. Indonesia needs to produce its own standard reference material in order to reduce the cost of analysis in the future. The Center for Geological Survey Laboratory produced its in-house standard reference materials from various matrices. SS Pang 10 is a brackish stream sediment in-house standard reference material from the Cibenyung River in Pangandaran region. The quality of certification value in the reference materials is then verified through an inter-laboratory comparative test. This paper aims to explain the certification value verification process in SS Pang 10 through an interlaboratory test with four other national laboratories, namely: PSDMBP, Tekmira, Intertek, and Geoservices. Four types of instruments, namely: AAS, XRF, ICP-MS, and ICP-OES were applied in this study. The mean, standard deviation, and reproducibility of the results of the inter-laboratory comparative test were calculated to determine the feasibility of the analyte composition as a reference value. Using a reproducibility base of <20%, there are 17 analytes from the major elements and trace elements in this standard material which can be used as a further reference. Certification value in the Pang 10 SS has also been completed with the uncertainty as one of the requirements for standard reference material.*

**Keywords:** chemical compositions, interlaboratory test, reference material, reproducibility

**1. PENDAHULUAN**

Bahan acuan standar (*reference material*) sangat dibutuhkan sebagai tolok ukur ketepatan dalam proses analisis sampel. Derajat kesamaan hasil pengujian terhadap nilai sebenarnya dicerminkan oleh semakin dekatnya nilai analisis bahan standar dengan suatu metode terhadap nilai

standar. *Certified Reference Material* (CRM) dikenal sebagai bahan standar dengan kualitas sangat baik karena telah diuji menggunakan metode yang telah terstandarisasi dan telah diujibandingkan hasilnya dengan laboratorium lain yang tentu telah terstandarisasi secara internasional. Nilai jual CRM yang tinggi dipengaruhi oleh proses panjang dan rumit untuk

menghasilkan bahan tersebut. Jepang, Meksiko, dan Jerman adalah beberapa negara yang telah mengkreasikan *in-house reference materials* (bahan standar internal) sebagai pendamping CRM dan mengatasi harga CRM yang tinggi. Laboratorium Geologi – Pusat Survei Geologi telah memiliki bahan standar internal dari beragam matriks, seperti: sedimen aliran (Irzon dan Kurnia, 2013; Irzon dan Kurnia, 2015), batu bara (Irzon dkk., 2013), batuan pada zona kaolinisasi (Irzon, 2017), dan batuan andesitik (Irzon, 2018).

SS Pang 10 merupakan salah satu bahan acuan standar internal di Pusat Survei Geologi berupa sedimen aliran berair payau dari Sungai Cibenyang di wilayah Pangandaran. Konsentrasi analit sebagai acuan standar internal telah ditetapkan berdasarkan studi sebelumnya (Irzon dan Kurnia, 2015). Namun demikian, perlu proses lanjutan agar bahan standar internal tersebut dapat menjadi bahan standar nasional sehingga mengurangi beban anggaran pengujian di masa mendatang. Tulisan ini bertujuan untuk menjabarkan proses pembuktian mutu SS Pang 10 melalui uji banding dengan empat laboratorium nasional lain. Empat jenis instrumen pengukuran kadar geokimia digunakan pada studi ini. Tingkat reproduksibilitas dapat dijadikan acuan yang lebih baik mengenai konsentrasi analit dalam sampel.

**2. TINJAUAN PUSTAKA**

Tabel 1 Laboratorium dan perangkat uji pada *upgrading* bahan acuan standar internal SS pang 10.

Laboratorium Uji	Lokasi	Perangkat	Jumlah Pengukuran	Kode Laboratorium
Pusat Survei Geologi	Bandung	AAS	4	7
		XRF	4	4
Pusat Sumber Daya Mineral Batubara dan Panas Bumi	Bandung	AAS	2	1
		ICP-MS	2	5
Tekmira	Bandung	AAS	2	2
Geoservices	Bandung	ICP-OES	2	6
Sucofindo	Bekasi	ICP-OES	2	3
<b>Total Pengukuran</b>			<b>18</b>	

*Inductively Coupled Plasma* (ICP) merupakan metoda analisis simultan yang bekerja melalui ionisasi elemen sehingga memancarkan plasma dengan panjang gelombang tertentu yang kemudian dapat diukur. Perangkat ini memiliki tingkat ketelitian dan sensitifitas yang tinggi sehingga sesuai untuk penentuan kelimpahan unsur jejak, unsur tanah jarang, maupun *Platinum Group Metal* (PGM) seperti pada beberapa penelitian sebelumnya (Le

Lima laboratorium uji terlibat dalam proses verifikasi SS Pang 10, yaitu: Pusat Survei Geologi (PSG), Puslitbang Tekmira, Pusat Sumber Daya Mineral Batubara dan Panas Bumi (PSDMBP), Intertek, dan Geoservices. Kadar geokimia pada sampel tersebut diukur menggunakan empat jenis perangkat uji berbeda, yaitu: AAS (di PSG, Puslitbang Tekmira, dan PSDMBP), XRF (di PSG), ICP-OES (di Intertek dan Geoservices), dan ICP-MS (di PSDMBP) sebagaimana terlampir dalam Tabel 1. Seluruh perangkat yang dipergunakan dalam tulisan ini telah terkalibrasi agar dapat menjamin kualitas pengukurannya.

Analisis *X-Ray Fluorescence* (XRF) digunakan berdasarkan prinsip rasiasi sinar-X yang dipantulkan maupun diserap oleh sampel. Spektrometer pada XRF mengukur panjang gelombang komponen material secara individu dari emisi fluoresensi yang dihasilkan sampel saat diradiasi sinar-X (Sari, 2016). Perangkat ini sangat umum dimanfaatkan untuk mengetahui komposisi oksida utama pada sampel (Cahyadi dan Puspita, 2016; Sari, 2016; Irzon, 2017). Meski derajat sensitifitasnya tidak sebaik ICP-MS, kelimpahan beberapa unsur jejak dapat dianalisis menggunakan perangkat XRF (Hunt dan Speakman, 2015; Kibatu dkk., 2017). Namun demikian, tidak seluruh analit yang tertera pada acuan standar internal dapat diukur menggunakan XRF.

Vaillant dkk., 2016; Irzon, 2017; Irzon, 2018; Irzon dan Abdullah, 2018). Terdapat dua jenis pemilah dan pencacah ion pada instrumen ICP, yaitu: *Optical Emission Spectrometry* (OES) dan *Mass Spectrometry* (MS) yang masing-masing bekerja berdasarkan intensitas emisi atom dan massa atom secara berurutan. Argon dengan kemurnian tinggi (>99,9%) dipergunakan pada perangkat ICP-OES maupun ICP-MS. ICP-MS memiliki limit deteksi yang lebih baik dengan interpretasi

spektral yang lebih sederhana sehingga lebih sering digunakan pada analisis unsur jejak, unsur tanah jarang, hingga isotop (Nardi dkk., 2009). Namun demikian ICP-OES lebih tepat digunakan pada sampel dengan kadar padatan terlarut lebih tinggi yang dapat merusak *skimmer cone* pada ICP-MS (Pancras dkk., 2015).

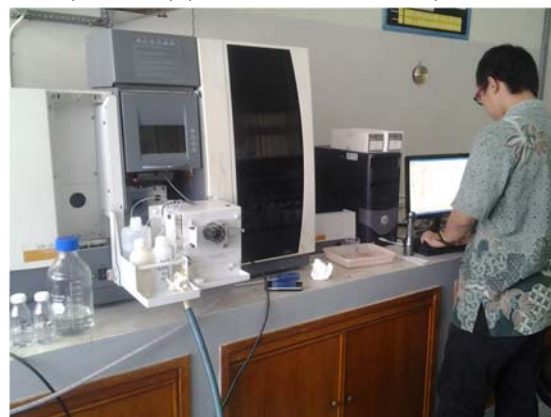
Lebih lanjut, ICP juga dapat dikolaborasikan dengan perangkat-perangkat lain untuk beberapa analisis tertentu, seperti: *Laser Ablation (LA)* agar sampel tidak perlu didestruksi dengan asam (Miliszkievicz dkk., 2015), *Multicolector (MC)* untuk meningkatkan ketelitian dalam pengukuran isotop (Teng dkk., 2015), dan *Ion Chromatography (IC)* pada studi yang membutuhkan selektifitas dan sensitifitas ion yang tinggi (Cruz dkk., 2015; Peng dkk., 2016).



Gambar 1 *Hollow cathode* khusus untuk mengukur kadar element tertentu yang telah terpasang pada perangkat AAS.

Penyerapan cahaya dengan panjang gelombang tertentu oleh atom logam merupakan prinsip instrumen *Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS)* seperti dijelaskan pada beberapa penelitian sebelumnya (Ketrin, 2015; Helaluddin dkk., 2016; Sari, 2016). Pada permulaan proses perangkat ini, sampel diatomisasi akibat radiasi dari lampu katoda (*hollow cathode*). Gelombang cahaya yang terbentuk kemudian dipisahkan oleh rangkaian lensa fokus pada monokromator. *Photomultiplier tube* berfungsi untuk merubah sinyal cahaya menjadi sinyal elektrik yang sesuai. Oleh sebab itu, *hollow cathode* spesifik diperlukan pada proses serapan atom agar dapat diterjemahkan menjadi kadar logam tertentu seperti tampak

pada Gambar 1. *Flame-AAS* yang dipergunakan pada studi ini (Gambar 2) merupakan bentuk sederhana dari perangkat AAS. Perangkat tersebut kemudian dikembangkan berdasarkan tahapan atomisasinya menjadi beberapa jenis, yaitu: *Graphite Furnace-AAS (GFAAS)*, *Hydride Generation-AAS (HGAAS)*, dan *Cold Vapour-AAS (CV-AAS)* (Helaluddin dkk., 2016).



Gambar 2 Perangkat AAS di laboratorium Pusat Survei Geologi.



Gambar 3 Pembuatan *pressed pellet* dari sampel yang ingin diuji pada preparasi XRF.

Derajat homogenitas yang baik, jenis matriks, dan tingkat stabilitas pengujian adalah karakter yang dibutuhkan pada suatu bahan standar. Bahan acuan standar internal merupakan tingkatan bahan standar paling rendah yang hanya diujikan melalui pengulangan analisis oleh satu laboratorium tertentu. Nilai acuan pada bahan standar internal dapat diujibandingkan dengan hasil analisis dengan laboratorium lain untuk membuktikan kualitasnya (Eichbaum, dkk., 2018; Moreira dkk., 2018; Yang dkk., 2018). Uji banding pengukuran perlu diuji presisinya untuk menunjukkan derajat kesesuaian antara masing-masing hasil analisis individual. Presisi dapat dinyatakan sebagai

*repeatability* (keterulangan) bila analisis dilaksanakan menggunakan metode maupun kondisi yang sama meski dengan variasi waktu maupun personal laboran. Pada sisi lain, jika analisis dilakukan dengan menggunakan metode atau kondisi yang berbeda, maka presisi dinyatakan sebagai reproduksibilitas (ketertiruan) (Baydoun dkk., 2018; Eichbaum dkk., 2018; Moreira dkk., 2018).

### 3. METODE PENELITIAN

Setelah proses *splitting* seperti yang dijelaskan pada penelitian sebelumnya, SS Pang 10 tersimpan dalam beberapa botol kaca dalam lemari khusus untuk meminimalkan adanya pelapukan akibat pengaruh kelembaban. Bahan standar terbukti memiliki tingkat homogenitas tinggi berdasarkan penelitian sebelumnya (Irzon dan Kurnia, 2015) sehingga konsentrasi bahan dalam setiap botol dapat dianggap sama. Sebanyak 500 g sampel kemudian diantar langsung oleh petugas Laboratorium Pusat Survey Geologi ke laboratorium eksternal untuk diujikan setidaknya sebanyak dua kali. Konsentrasi analit yang diperhitungkan dalam menguji derajat reproduksibilitas dari laboratorium eksternal adalah reratanya. Secara internal, SS Pang 10 telah diukur komposisinya menggunakan perangkat XRF dan AAS.

Asam yang diperlukan pada preparasi AAS adalah  $\text{HClO}_4$  p.a, HF p.a, dan  $\text{HNO}_3$  p.a. Pada tahap awal 0,5 g ditimbang, dimasukkan kedalam beker, dan direaksikan dengan 5 ml HF + 1 ml  $\text{HClO}_4$ . Larutan dipanaskan di atas pelat pemanas hingga mendidih. Setelah dingin, dilakukan kembali penambahan 1,5 ml  $\text{HNO}_3$  dan 7,5 ml HCl diatas pelat pemanas hingga larut. Bahan kemudian ditambahkan dengan 50 ml *aquades* sebagai larutan induk untuk disimpan. Pada hari yang sama dengan pengukuran, 1 ml larutan induk direaksikan dengan 1 ml Sr 2% dan ditanda bataskan dengan  $\text{HNO}_3$  10% hingga volume 10 ml untuk kemudian dianalisis menggunakan perangkat AAS.

SS Pang 10 dipreparasi hingga berbentuk *pressed pellet* sebelum diukur kadarnya dengan XRF di Pusat Survei Geologi seperti dijelaskan pada studi sebelumnya (Irzon dan Kurnia, 2013). Perangkat pembuat *pressed pellet* dapat diperhatikan pada Gambar 3. Lima gram bahan acuan standar internal ditersebut ditambahkan

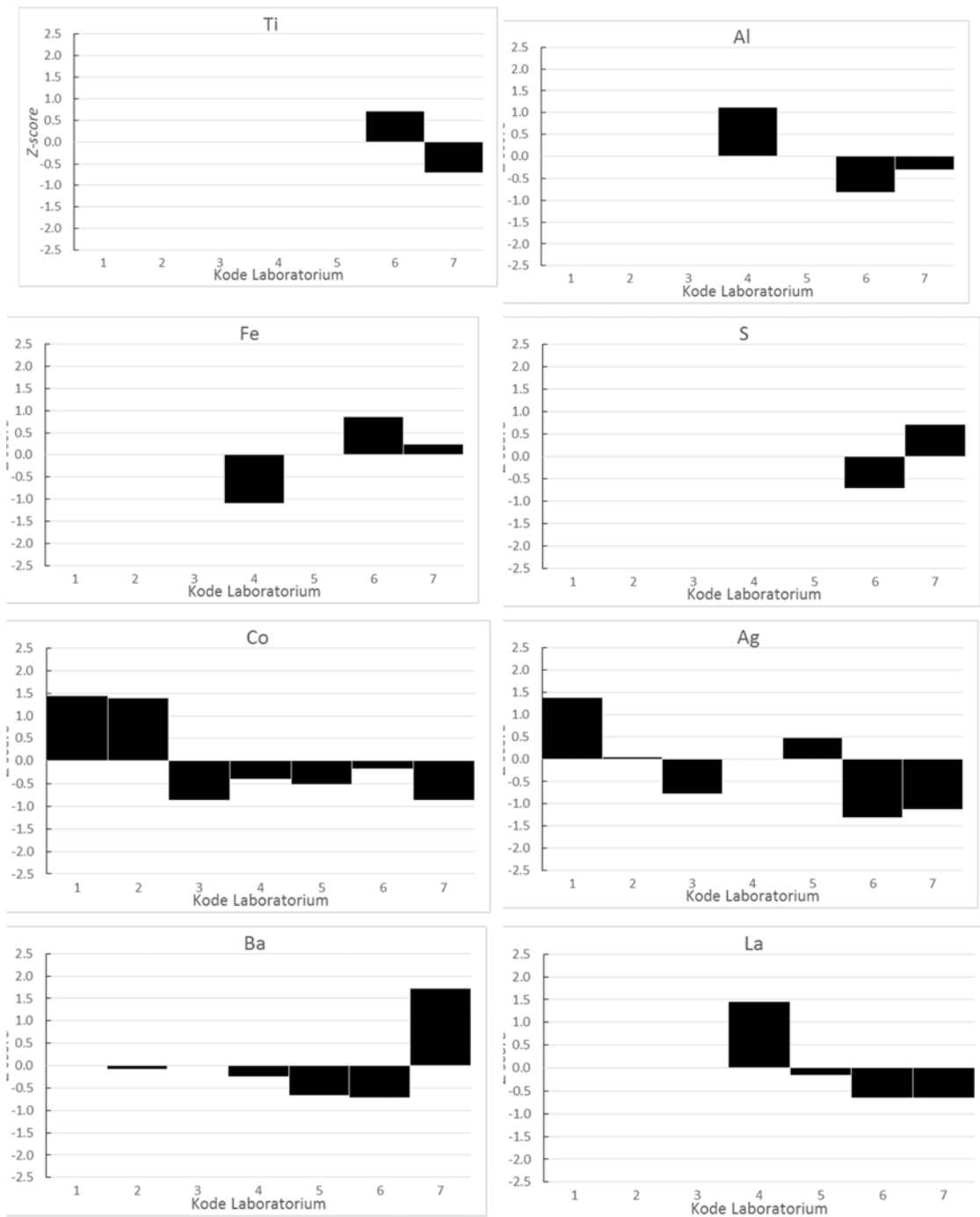
dengan 5 g *carboxy metil cellulose* sebelum dimasukkan dalam ball mil untuk gerus. Bubuk hasil penggerusan dimasukkan ke dalam ring *stainless steell* untuk ditekan dengan gaya 120 KN. Program *Uni Quant* pada sistem komputer diadaptasi agar mampu menganalisis hingga konsentrasi 2 ppm.

### 4. HASIL DAN PEMBAHASAN

Unsur utama yang dominan pada SS Pang 10 adalah Al dan Fe dengan rentang pada tiga pengukuran ( $n=3$ ) adalah 7,54%-9,88% dan 6,96-9,83% secara berurutan. Titanium, kalium, mangan dan sulfur adalah unsur utama berjumlah minor karena menunjukkan rerata  $<1\%$ . Unsur jejak dengan rerata  $>100$  ppm dari yang berkomposisi besar hingga kecil secara berurutan adalah V (345 ppm,  $n=5$ ), Cr (184 ppm,  $n=7$ ), Sr (150 ppm,  $n=3$ ), dan Zn (124 ppm,  $n=5$ ). *Lantanum* adalah satu-satunya unsur tanah jarang yang dapat terdeteksi pada beberapa perangkat yang digunakan dengan rerata 11 ppm ( $n=4$ ).

Evaluasi statistik data pengukuran kegiatan uji banding antar laboratorium dimulai dengan penentuan rerata setiap analit sebagai rasio jumlah konsentrasi seluruh pengulangan pengukuran ( $X_{mean}$ ) terhadap total pengulangannya ( $n$ ) seperti dapat diperhatikan pada persamaan (1). Sebaran data individu pengukuran terhadap rataannya disebut sebagai standar deviasi ( $S$ ) dengan rumus perhitungan seperti pada persamaan (2). Z-score yang dikalkulasi berdasarkan persamaan (3) perlu diketahui agar dapat menilai kecakapan setiap laboratorium.  $X_i$  dan  $X_a$  masing-masing adalah komposisi rerata masing-masing laboratorium pengujian dan kelimpahan yang disepakati berupa rerata seluruh data.

Nominal z-score menunjukkan distribusi normal dari kumpulan data yang diperoleh. Pada kegiatan uji banding, tingkat keberterimaan data analit suatu laboratorium dianggap baik jika  $-2 < z\text{-score} < 2$  (Nudi dkk., 2015; Chung dkk., 2018; Tasker dkk., 2019). Laboratorium yang terlibat dalam uji banding ini dapat dikatakan memiliki kinerja yang baik dengan rentang z-score setiap analit antara -1.75 hingga 1.73. Beberapa hasil perhitungan z-score ditampilkan dalam bentuk diagram pada Gambar 4.



Gambar 4 Hasil perhitungan z-score pada analisis beberapa analit dari seluruh perangkat dalam penelitian.

Keterangan: Seluruh laboratorium yang terlibat dalam uji banding disimpulkan memiliki tingkat kinerja yang baik berdasarkan  $-2 < z\text{-score} < 2$ . Kode laboratorium sesuai dengan penjelasan pada Tabel 1

Data pada studi ini merupakan data pengukuran dari empat jenis instrumen berbeda. Meskipun terdapat tiga dan dua data hasil analisis AAS dan ICP-OES secara berurutan, prosedur

preparasi dan CRM yang dipergunakan masing-masing laboratorium tidak sama sehingga presisi pada studi ini dapat disebut sebagai reproduksibilitas. Derajat reproduksibilitas adalah

standar deviasi relatif kumpulan (*RSD*) data pengukuran sebagai rasio standar deviasi terhadap rerata seperti pada persamaan (4). Tingkat reproduksibilitas yang baik ditunjukkan oleh standar deviasi relatif yang semakin mendekati nol. Hasil pengukuran SS Pang 10 di lima buah laboratorium nasional dapat diamati pada Tabel 2.

$$X_{mean} = \frac{X_1+X_2+\dots+X_n}{n} \dots\dots\dots (1)$$

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - X_{mean})^2}{n-1}} \dots\dots\dots (2)$$

$$z = \frac{X_i - X_a}{s} \dots\dots\dots (3)$$

$$RSD = \frac{s}{X_{mean}} \dots\dots\dots (4)$$

Tabel 2 Rerata pengukuran SS Pang 10 menggunakan empat jenis instrumen di lima laboratorium.

	AAS <sup>1)</sup>	AAS <sup>2)</sup>	AAS <sup>3)</sup>	XRF <sup>3)</sup>	ICP-MS <sup>1)</sup>	ICP-OES <sup>4)</sup>	ICP-OES <sup>5)</sup>	rerata	std dev (s)	RSD (%)
Unsur Utama (%)										
Ti					0,75	0,72	0,74	0,02	2,89	
Al			9,88		7,54	8,17	8,53	1,21	14,19	
Fe			6,96		9,83	8,92	8,57	1,47	17,11	
Ca			3,7		4,85	4,73	4,43	0,63	14,28	
Mg			3,5		5,12	4,71	4,44	0,84	18,96	
Mn					0,134	0,116	0,13	0,01	10,18	
Na			1,54		1,32	1,26	1,37	0,15	10,73	
K			0,43		0,35	0,37	0,38	0,04	10,86	
S					0,065	0,12	0,09	0,04	42,04	
Unsur Jejak (ppm)										
Co	59	58,6	39	43	42	45	39	46,51	8,66	18,62
Cr	209	197	187	169	200	167	162	184,43	18,51	10,04
Cu	31	32,3	25	26		24	31	28,22	3,61	12,80
Ni	92	88	65	42	68	81	66	71,71	17,02	23,73
Ag	15	7,52	3		10		0,99	7,30	5,59	76,54
Pb	78	252			42	7	27	81,20	98,95	121,86
Zn	114	157	106			116	128	124,20	19,95	16,07
Ba		117		101	64	59	279	124,00	90,04	72,61
As	4	26,8	5,8			18	18	14,52	9,51	65,49
Li						19	24	21,50	3,54	16,44
Cd		19,75	0,07					9,91	13,92	140,42
Sc						35	35	35,00	0,00	0,00
V					319	383	334	345,33	33,47	9,69
Y				15	15	13	15	14,50	1,00	6,90
Zr					8	45	70	41,00	31,19	76,08
Ga					23	20	19	20,67	2,08	10,07
Sr					101	156	192	149,67	45,83	30,62
Unsur Tanah Jarang (ppm)										
La				20	10	7	7	11,00	6,16	56,04

Keterangan laboratorium pengujian: 1=PSDMBP, 2=Tekmira, 3=PSG, 4=Intertek, dan 5=Geoservices. Kotak warna merah menandakan bahwa analit tersebut memiliki tingkat presisi rendah sehingga tidak dilanjutkan sebagai nilai acuan standar.

Reproduksibilitas yang dianggap valid untuk dijadikan nilai rujukan adalah dengan  $(RSD) < 20\%$  dengan berdasarkan kepada beberapa studi sebelumnya (Miliszkievicz dkk., 2015; Shirakova dkk., 2015; Irzon, 2017; Tepanosyan dkk., 2017; Irzon, 2018; Moreira dkk., 2018). Derajat reproduksibilitas yang baik ditunjukkan oleh hampir seluruh unsur utama dengan rentang antara 2,89%-18,96%, kecuali sulfur (S). Melalui uji banding ini dapat diketahui bahwa nilai konsentrasi acuan standar internal sebagian unsur jejak, yaitu: Ni, Ag, Pb, Ba, As, Cd, Zr, dan Sr kurang tepat untuk digunakan lebih lanjut karena  $(RSD) > 20\%$ . Begitu pula dengan satu-satunya unsur tanah jarang, yaitu Lantanum, tidak layak untuk diteruskan sebagai kadar acuan lebih lanjut karena reproduksibilitasnya rendah. Dengan demikian, terdapat 17 konsentrasi analit kimia yang dapat dijadikan nilai acuan pada SS Pang 10 dengan tingkat presisi yang lebih baik berdasarkan derajat reproduksibilitasnya.

#### Sertifikasi Hasil Pembuktian Mutu Nilai Acuan Standar

Walaupun setiap laboratorium terbukti memiliki kinerja yang baik berdasarkan analisis *z-score*, terdapat perbedaan nilai komposisi analit dengan variasi yang tidak sama. Ketidaksamaan hasil analisis pada uji banding ini dapat disebabkan oleh jenis perangkat uji yang berbeda yang tentu memiliki jenis gangguan berlainan. CRM merupakan material penting dalam kalibrasi suatu perangkat dan metode pengukuran (Hunt dan Speakman, 2015; Jochum dkk., 2015). Meski telah memiliki prosedur kalibrasi yang telah terstandarisasi, matriks CRM yang dipergunakan masing-masing laboratorium dalam validasi hasil pengukuran belum disamakan sehingga menghasilkan bias pengukuran. Alur preparasi dinyatakan menjadi salah satu penyebab perbedaan hasil pengukuran berikutnya. Penelitian sebelumnya bahkan mengulas bahwa ketidakpastian pengukuran meningkat 10 kali lipat ketika preparasi sampel dengan menggunakan atau tanpa alat penjepit (Gates dkk., 2009). Pengkondisian alat uji pun berpengaruh terhadap hasil analisis terkait sensitifitasnya terhadap unsur maupun matriks tertentu. Oleh sebab itu, beberapa penelitian terdahulu telah mengajukan pengkondisian perangkat ICP-OES dengan parameter berbeda untuk analisis unsur kimia tertentu (contoh: Cruz dkk., 2015; Miliszkievicz dkk., 2015; Pancras dkk., 2015).

Komposisi acuan standar SS Pang 10 yang telah diverifikasi melalui uji banding ini terdiri dari delapan unsur utama dan sembilan

unsur jejak. Konsentrasi acuan tersebut merupakan rerata dari setiap unsur kimia dengan derajat reproduksibilitas  $> 20\%$  seperti terangkum pada Tabel 3. Karakterisasi bahan acuan standar memerlukan pernyataan mengenai tingkat homogenitas, stabilitas, dan ketidakpastiannya (Gates dkk., 2009; Jochum dkk., 2016; Rosales-Rivera dkk., 2019). SS Pang 10 dinyatakan memiliki tingkat homogenitas yang tinggi berdasarkan penelitian terdahulu (Irzon dan Kurnia, 2015). Stabilitas pengukuran telah terwakili oleh standar deviasi relatif seperti dijelaskan sebelumnya. Kalkulasi derajat ketidakpastian ( $u$ ) pada studi ini adalah rasio standar deviasi ( $S$ ) terhadap akar kuadrat jumlah laboratorium analisis ( $k$ ) berdasarkan pada beberapa penelitian sebelumnya (Moreira dkk., 2018), sebagaimana terlampir pada persamaan (5). Sertifikasi mengenai kelimpahan tujuh belas elemen SS Pang 10 sebagai acuan standar yang telah dibuktikan melalui uji banding antar laboratorium terangkum pada Tabel 3.

$$u = \frac{S}{\sqrt{k}} \dots \dots \dots (5)$$

Tabel 3 Sertifikasi nilai acuan standar internal SS Pang 10 setelah melalui uji banding antar laboratorium.

	Unsur Utama (%)		Unsur Jejak (ppm)	
Ti	0.74	± 0.02	Co	46.51 ± 3.27
Al	8.53	± 0.70	Cr	184.43 ± 7.00
Fe	8.57	± 0.85	Cu	28.22 ± 1.47
Ca	4.43	± 0.36	Zn	124.20 ± 8.92
Mg	4.44	± 0.49	Li	21.50 ± 2.50
Mn	0.13	± 0.01	Sc	35.00 ± 0.01
Na	1.37	± 0.09	V	345.33 ± 19.32
K	0.38	± 0.02	Y	14.50 ± 0.50
			Ga	20.67 ± 1.20

#### 5. KESIMPULAN

Kualitas mutu bahan acuan standar internal SS Pang 10 telah dibuktikan melalui kegiatan uji banding antar laboratorium. Studi ini melibatkan empat jenis instrumen analisis di lima laboratorium berbeda. Presisi data yang tinggi ditunjukkan oleh tingkat reproduksibilitasnya dengan standar deviasi relatif  $(RSD) < 20\%$ . Meski setiap laboratorium yang terlibat dalam uji banding ini menunjukkan kinerja yang baik dengan metode uji terstandarisasi, terdapat perbedaan pada hasil analisis komposisi analit. Ketidaksamaan perangkat uji, CRM yang dipergunakan, proses preparasi, dan pengkondisian perangkat dapat menjadi penyebab perbedaan tersebut. Setelah kalkulasi derajat ketidakpastian, kelimpahan 17 analit

kimia dapat dijadikan nilai acuan lebih lanjut dengan derajat mutu yang lebih baik.

### UCAPAN TERIMA KASIH

Studi ini didukung sepenuhnya secara finansial oleh Pusat Survei Geologi. Terimakasih kepada Bapak Kepala Pusat Survei Geologi atas izin penerbitan karya ilmiah ini. Bapak Usep Rohayat, Ibu Ernawati, dan Ibu Irfanny Agustiany telah banyak memberi asistensi mengenai pengujian geokimia AAS dan XRF. Penulis juga mengucapkan terimakasih kepada Bapak Moh. Heri Hermiyanto Jazuli atas bimbingannya mengenai geologi setempat.

### DAFTAR PUSTAKA

- Baydoun, R., El Samad, O., Nsouli, B., & Younes, G. (2018). *Method validation for the determination of fraction of modern (F14C) in wood samples using conventional method. Geochronometria*, 45(1), 68-73.
- Cahyadi, D., & Puspita, D. F. (2016). Ketahanan Korosi Meter Air Berlogo SNI. *Jurnal Standardisasi*, 17(3), 207-212.
- Chung, J. H., Cho, K., Kim, S., Jeon, S. H., Shin, J. H., Lee, J., & Ahn, Y. G. (2018). *Inter-Laboratory Validation of Method to Determine Residual Enrofloxacin in Chicken Meat. International journal of analytical chemistry*, 1-7.
- Cruz, S. M., Schmidt, L., Dalla Nora, F. M., Pedrotti, M. F., Bizzi, C. A., Barin, J. S., & Flores, E. M. (2015). *Microwave-induced combustion method for the determination of trace and ultratrace element impurities in graphite samples by ICP-OES and ICP-MS. Microchemical Journal*, 123, 28-32.
- Eichbaum, K., Brinkmann, M., Nuesser, L., Gembé, C., Ohlig, M., Buchinger, S., & Hollert, H. (2018). *In vitro tools for the toxicological evaluation of sediments and dredged materials: intra-and inter-laboratory comparisons of chemical and bioanalytical methods. Environmental Science and Pollution Research*, 25(5), 4037-4050.
- Gates, K., Chang, N., Dilek, I., Jian, H., Pogue, S., & Sreenivasan, U. (2009). *The uncertainty of reference standards—A guide to understanding factors impacting uncertainty, uncertainty calculations, and vendor certifications. Journal of analytical toxicology*, 33(8), 532-539.
- Helaluddin, A. B. M., Khalid, R. S., Alaama, M., & Abbas, S. A. (2016). *Main analytical techniques used for elemental analysis in various matrices. Tropical Journal of Pharmaceutical Research*, 15(2), 427-434.
- Hunt, A. M., & Speakman, R. J. (2015). *Portable XRF analysis of archaeological sediments and ceramics. Journal of Archaeological Science*, 53, 626-638.
- Irzon, R., & Kurnia, K. (2013). Acuan Standar Internal Geokimia dengan Matriks Sediments Wilayah Soreang, Jawa Barat. *Jurnal Geologi dan Sumberdaya Mineral*, 23(1), 3-12.
- Irzon, R., Siregar, D.A., Kurnia, K. (2013). Uji Kandungan Kalor Lima Buah Sampel Batu Bara dalam Pembuatan Bahan Acuan Standar Internal. *Prosiding PPI Standardisasi*, Jakarta.
- Irzon, R., & Kurnia, K. (2015). Bahan Standar Internal dengan Matriks Stream Sediments dari Sungai Berair Payau dan Tawar di Daerah Pangandaran dan Sekitarnya. *Jurnal Geologi dan Sumberdaya Mineral*, 16(2), 67-77.
- Irzon, R. (2017). Pembuatan Material Acuan Internal Berupa Batuan Pada Zona Kaolinisasi dari Kokap Kulonprogo Menggunakan ICP-MS. *Jurnal Standardisasi*, 19(2), 103-112.
- Irzon, R. (2018). Penentuan Nilai Komposisi Acuan Standar Geokimia Internal dengan Matriks Andesit dari Hargorejo, Kulonprogo. *Jurnal Standardisasi*, 20(2), 107-118.
- Irzon, R., & Abdullah, B. (2018). *Element Mobilization During Weathering Process of Ultramafic Complex in North Konawe Regency, Southeast Sulawesi Based on A Profile from Asera. Indonesian Journal on Geoscience*, 5(3), 277-290.
- Jochum, K. P., Weis, U., Schwager, B., Stoll, B., Wilson, S. A., Haug, G. H., Andreae, M. O. & Enzweiler, J. (2016). *Reference values following ISO guidelines for frequently requested rock reference materials. Geostandards and Geoanalytical Research*, 40(3), 333-350.
- Ketrin, R. (2015). *Evaluation of Modifier Chemical for Metal and Metaloids Analysis by Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry. Jurnal Kimia Terapan Indonesia*, 17(2).
- Kibatu, G., Chacha, R., & Rose, K. R. (2017). *Determination of major, minor and trace elements in Tef using portable total x-ray fluorescence (TXRF) spectrometer. EC Nutrition*, 9, 51-59.



- Le Vaillant, M., Fiorentini, M. L., & Barnes, S. J. (2016). *Review of litho-geochemical exploration tools for komatiite-hosted Ni-Cu-(PGE) deposits*. *Journal of Geochemical Exploration*, 168, 1-19.
- Miliszkievicz, N., Walas, S., & Tobiasz, A. (2015). *Current approaches to calibration of LA-ICP-MS analysis*. *Journal of Analytical Atomic Spectrometry*, 30(2), 327-338.
- Moreira, E. G., Vasconcellos, M. B., Maihara, V. A., Catharino, M. G., & Saiki, M. (2018). *Interlaboratory comparison for the characterization of a Brazilian mussel reference material*. *J. Braz. Chem. Soc*, 29(4), 823-830.
- Nardi, E. P., Evangelista, F. S., Tormen, L., Saint, T. D., Curtius, A. J., de Souza, S. S., & Barbosa Jr, F. (2009). *The use of inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) for the determination of toxic and essential elements in different types of food samples*. *Food Chemistry*, 112(3), 727-732.
- Nudi, A. H., Wagener, A., Gabardo, I. T., Lourenço, R. A., & Scofield, A. (2015). *Interlaboratory comparison of quantifying hydrocarbons and trace elements in sediment samples from a tropical estuary*. *Journal of the Brazilian Chemical Society*, 26(2), 297-309.
- Pancras, J. P., Norris, G. A., Landis, M. S., Kovalcik, K. D., McGee, J. K., & Kamal, A. S. (2015). *Application of ICP-OES for evaluating energy extraction and production wastewater discharge impacts on surface waters in Western Pennsylvania*. *Science of the Total Environment*, 529, 21-29.
- Peng, Y. E., Guo, W., Zhang, J., Guo, Q., Jin, L., & Hu, S. (2016). *Sensitive screening of bromate in drinking water by an improved ion chromatography ICP-MS method*. *Microchemical Journal*, 124, 127-131.
- Rosales-Rivera, M., Díaz-González, L., & Verma, S. P. (2019). *Evaluation of nine USGS reference materials for quality control through Univariate Data Analysis System, UDASys3*. *Arabian Journal of Geosciences*, 12(2), 40.
- Sari, R. K. (2017). *Potensi Mineral Batuan Tambang Bukit 12 dengan Metode XRD, XRF, dan AAS*. *Eksakta*, 2, 13-23.
- Shirokova, L. S., Kunhel, L., Rols, J. L., & Pokrovsky, O. S. (2015). *Experimental modeling of cyanobacterial bloom in a thermokarst lake: Fate of organic carbon, trace metal, and carbon sequestration potential*. *Aquatic geochemistry*, 21(6), 487-511.
- Tasker, T. L., Burgos, W. D., Ajemigbitse, M. A., Lauer, N. E., Gusa, A. V., Kuatebek, M., & Kaste, J. M. (2019). *Accuracy of methods for reporting inorganic element concentrations and radioactivity in oil and gas wastewaters from the Appalachian Basin, US based on an inter-laboratory comparison*. *Environmental Science: Processes & Impacts*. 18 H.
- Teng, F. Z., Yin, Q. Z., Ullmann, C. V., Chakrabarti, R., Pogge von Strandmann, P. A., Yang, W., & Meixner, A. (2015). *Interlaboratory comparison of magnesium isotopic compositions of 12 felsic to ultramafic igneous rock standards analyzed by MC-ICPMS*. *Geochemistry, Geophysics, Geosystems*, 16(9), 3197-3209.
- Tepanosyan, G. O., Belyaeva, O. A., Saakyan, L. V., & Sagatelyan, A. K. (2017). *Integrated approach to determine background concentrations of chemical elements in soils*. *Geochemistry International*, 55(6), 581-588.
- Yang, L., Nadeau, K., Meija, J., Grinberg, P., Pagliano, E., Ardini, F., & Sohrin, Y. (2018). *Inter-laboratory study for the certification of trace elements in seawater certified reference materials NASS-7 and CASS-6*. *Analytical and bioanalytical chemistry*, 1-11.

