

PENYIAPAN SAMPEL LARUTAN BUFFER FTALAT DAN UJI STATISTIKNYA BERDASARKAN ISO/IEC 13528:2022 PADA SKEMA UJI PROFISIENSI SNSU KIMIA-BSN

SAMPLE PREPARATION OF PHTALATE BUFFER SOLUTIONS AND STATISTICAL TESTING BASED ON ISO/IEC 13528:2022 IN PROFICIENCY TESTING SCHEMES SNSU CHEMISTRY-BSN

Fanny Intan Permatasari, Amila Safira Putri, Ayu Hindayani*

Laboratorium SNSU Kimia-BSN, Gedung Laboratorium SNSU BSN, KST BJ Habibie, Setu, Tangerang Selatan, Banten, Indonesia

E-mail: ayuhindayani@bsn.go.id

ABSTRAK

pH merupakan salah satu parameter penting yang banyak digunakan oleh laboratorium di berbagai bidang untuk menentukan kualitas air dan produk, seperti industri, kesehatan, pangan, dan lingkungan. Sebagian besar bidang tersebut membutuhkan hasil pengukuran pH yang akurat karena hasil pengukuran pH akan berdampak pada pengambilan keputusan dan berdampak pada kehidupan manusia serta lingkungan. Salah satu cara bagi laboratorium untuk menjamin keabsahan dan keakuratan hasil pengukuran pH adalah dengan berpartisipasi dalam skema uji profisiensi. Pada tahun 2022, Laboratorium SNSU Kimia-BSN telah melaksanakan skema uji profisiensi pengukuran pH larutan buffer ftalat dengan rentang pH 3,9 – 4,5. Sebelum sampel larutan buffer ftalat dibagikan kepada peserta, Laboratorium SNSU Kimia-BSN sebagai penyelenggara uji profisiensi harus memastikan sampel yang telah dibuat bersifat homogen dan stabil sesuai persyaratan dalam ISO/IEC 17043:2023. Uji homogenitas sampel dilakukan dengan mengukur 10 botol yang diambil secara acak bertingkat dan diukur nilai pH nya menggunakan pH meter. Hasil uji statistik berdasarkan ISO/IEC 13528:2022 menunjukkan bahwa sampel larutan *buffer* ftalat bersifat homogen. Kemudian uji stabilitas sampel dilakukan pada suhu estimasi transportasi (40 °C) selama 4 minggu dan pada periode skema uji profisiensi. Hasil uji stabilitas menunjukkan sampel larutan buffer ftalat bersifat stabil pada suhu estimasi transportasi dan selama periode skema uji profisiensi berdasarkan ISO/IEC 13528:2022. Kehomogenan dan kestabilan sampel larutan *buffer* ftalat juga terlihat dari sebagian besar peserta dapat mengukur pH sampel dengan baik dan mendapatkan hasil evaluasi kinerja memuaskan menggunakan *z-score*, yaitu sebanyak 81,8%.

Kata Kunci: pengukuran pH, uji profisiensi, homogenitas, stabilitas,.

ABSTRACT

pH is an important parameter that is widely used by laboratories in various fields to determine the quality of water and products, such as industry, health, food, and the environment. Most of these fields require accurate pH measurement results because the results of pH measurements will have an impact on the decisions and have an impact on human life and the environment. One way for laboratories to ensure the validity and accuracy of pH measurement results is by participating in a proficiency testing scheme. In 2022, the Laboratory of SNSU for Chemistry-BSN conducted a proficiency testing scheme for pH measurement in phthalate buffer solutions, with a pH range of 3.9 – 4.5. Before samples of phthalate buffer solution are distributed to the participants, the Laboratory of SNSU for Chemistry-BSN as the organizer of the proficiency testing, had to ensure that the prepared samples were homogeneous and stable, following the requirements in ISO/IEC 17043:2023. The sample homogeneity test was carried out by measuring 10 bottles selected through random stratified sampling, and the pH value was measured using a pH meter. Statistical test results, based on ISO/IEC 13528:2022, confirmed that the samples of phthalate buffer solution are homogeneous. Then the stability test of samples was carried out at the estimated transportation temperature (40 °C) for 4 weeks and throughout the proficiency testing scheme period. The stability test results indicated that the samples of phthalate buffer solution were stable at the estimated transportation temperature and during the proficiency testing scheme period, based on ISO/IEC 13528:2022. The homogeneity and stability of the phthalate buffer solution samples were further demonstrated by the fact that most of the participants were able to measure the pH of the samples and obtained satisfactory performance evaluation results using z-score, that is 81.8%.

Keywords: *homogeneity, pH measurement, proficiency testing, stability*

1. PENDAHULUAN

pH merupakan salah satu parameter kimia yang paling sering diukur oleh laboratorium pada berbagai bidang, seperti industri, makanan, hingga lingkungan (Koleva, 2021). Pada bidang industri, pH digunakan sebagai indikator kualitas air yang digunakan sebagai bahan baku, menilai kualitas produk yang dihasilkan, dan mengevaluasi efektivitas pengolahan limbah yang dihasilkan. Pada bidang makanan, pH diukur untuk mengidentifikasi pertumbuhan mikroorganisme patogen yang dapat merusak kualitas makanan dan berdampak langsung terhadap kesehatan manusia. Pada bidang lingkungan, pH menjadi indikator kualitas perairan yang berpengaruh terhadap kelestarian dan keberlangsungan hidup ekosistem. Oleh sebab itu, pengukuran pH yang akurat menjadi sangat penting untuk memastikan terpenuhinya standar atau peraturan tertentu dalam menjamin kualitas air dan produk yang dihasilkan (Hindayani dkk, 2020; Dewangan dkk, 2023; CDW, 2015).

Pengukuran pH juga banyak dilakukan oleh laboratorium pengujian di Indonesia. Terdapat sekitar 300 laboratorium pengujian terakreditasi untuk lingkup pengukuran pH (KAN, 2023).

Jumlah ini belum termasuk laboratorium pengujian yang melakukan pengukuran pH namun tidak terakreditasi. Salah satu cara bagi laboratorium pengujian untuk menjamin keabsahan dan keakuratan hasil pengukuran pH adalah dengan berpartisipasi dalam skema uji profisiensi, selain menggunakan bahan acuan larutan standar buffer yang tertelusur untuk mengkalibrasi pH meter sebelum digunakan dalam pengukuran pH sampel. Berdasarkan SNI ISO/IEC 17025:2017, berpartisipasi dalam uji profisiensi termasuk salah satu cara dalam pemastian keabsahan hasil yang harus direncanakan dan dikaji ulang hasilnya oleh laboratorium pengujian.

Uji profisiensi (UP) digunakan untuk mengetahui kinerja laboratorium pengujian dengan cara uji banding dengan cara mengevaluasi hasil ujinya dari waktu ke waktu. Sehingga apabila terdapat penyimpangan yang terjadi, laboratorium tersebut dapat segera melakukan tindakan perbaikan (Brookman dan Mann, 2021). Hasil uji profisiensi yang memuaskan dapat digunakan laboratorium pengujian untuk pengajuan akreditasi ISO/IEC 17025:2017, meningkatkan rasa percaya diri laboratorium pengujian tersebut serta menambah kepercayaan dan kepuasan

pelanggan terhadap hasil pengukuran yang dikeluarkan oleh laboratorium pengujian tersebut (Abhijith dkk, 2021).

Laboratorium pengujian dapat mengikuti skema UP untuk lingkup yang diinginkan dari penyelenggara UP yang memenuhi persyaratan ISO/IEC 17043:2023. Penyelenggara UP (PUP) merupakan organisasi/badan yang bertanggung jawab dalam pengoperasian skema UP. Di Indonesia, terdapat sekitar 38 penyelenggara UP yang terdiri dari Balai, Pusat Penelitian, Direktorat, dan Perusahaan yang mengadakan skema UP setiap tahunnya untuk lingkup yang berbeda (KAN, 2024). Sebagian besar PUP menggunakan nilai konsensus yang diperoleh dari peserta untuk mengevaluasi kinerja peserta menggunakan *z-score*, *z'-score*, *zeta-score* atau *En-score*. Namun nilai konsensus peserta memiliki kelemahan, antara lain tidak dapat digunakan dengan jumlah peserta yang terbatas (kurang dari 20 peserta). Kemudian nilai yang ditetapkan dapat menjadi bias dan mengakibatkan kesalahan dalam evaluasi kinerja peserta (Kuselman dan Fajgelj, 2010; Belli dkk., 2007). Hal ini dapat diatasi dengan menggunakan nilai acuan dari satu laboratorium. Nilai ini didapatkan dari metode acuan seperti

metode primer atau metode pengujian yang telah divalidasi dan dikalibrasi dengan bahan acuan bersertifikat (*Certified Reference Material*, CRM) yang sangat identik atau sama dengan sampel UP. Nilai acuan yang didapatkan juga dilengkapi dengan ketidakpastian dan ketertelusuran metrologinya (ISO 13528, 2022).

Laboratorium SNSU Kimia-BSN sebagai salah satu PUP di Indonesia telah menyelenggarakan skema UP untuk lingkup pengukuran pH pada tahun 2022 menggunakan nilai acuan dengan metode *Differential Potentiometric Cell*. Metode ini merupakan metode sekunder pengukuran pH yang telah divalidasi dan dikalibrasi menggunakan CRM yang identik dengan sampel UP, yaitu larutan buffer ftalat dan tertelusur ke sistem Satuan Internasional (SI) melalui SRM 185i dari NIST-USA (lembaga metrologi nasional Amerika). Sebelum sampel UP dibagikan kepada peserta, Laboratorium SNSU Kimia-BSN terlebih dahulu memastikan homogenitas dan stabilitas sampel UP agar semua peserta mendapatkan sampel dengan nilai pH yang sama dan tidak berubah selama periode penyelenggaraan skema UP sesuai yang dipersyaratkan dalam ISO/IEC 17043:2023. Pada makalah ini penyiapan sampel uji profisiensi larutan *buffer* ftalat

yang homogen dan stabil, termasuk evaluasi statistiknya berdasarkan ISO 13528:2015 akan dibahas secara mendetail.

2. TINJAUAN PUSTAKA

pH (dalam bahasa Latin '*pondus hydrogenii*') merupakan ukuran konsentrasi ion hydrogen (H^+) dalam suatu larutan berbasis air dan menggambarkan tingkat keasaman atau kebasaan suatu larutan (Otterson, 2015). Berdasarkan Rekomendasi IUPAC Tahun 2002, pH didefinisikan sesuai persamaan [1].

$$pH = -\lg a_H \dots\dots\dots[1]$$

pH melibatkan satu kuantitas ion tunggal, yaitu aktivitas ion hidrogen, yang tidak dapat diukur dengan metode yang valid secara termodinamika dan memerlukan sebuah konvensi untuk evaluasinya (Buck dkk, 2002).

Nilai pH suatu larutan akan berada pada rentang 0-14. Suatu larutan bersifat asam apabila memiliki nilai pH kurang dari 7, larutan bersifat basa apabila memiliki nilai pH lebih dari 7, dan larutan bersifat netral apabila memiliki nilai pH 7. Keasaman atau kebasaan larutan dapat diukur dengan berbagai metode, antara lain metode kolorimetri dan potensiometri. Pada metode kolorimetri, pH sampel

diukur berdasarkan perubahan warna yang diamati secara visual menggunakan kertas lakmus, kertas indikator universal, dan larutan indikator. Namun metode ini bersifat kualitatif, sehingga nilai pH sampel tidak diketahui secara akurat. Hal ini dapat diatasi dengan menggunakan metode potensiometri yang lebih akurat dan didasarkan pada perbedaan potensial antara dua elektroda. Metode ini yang digunakan sebagai prinsip kerja pada pH meter (Hidayani dkk., 2022).

pH meter merupakan instrumen analitik yang biasa digunakan oleh laboratorium pengujian untuk mengukur nilai pH sampel. Laboratorium pengujian dapat mengetahui hasil pengukuran pH sampel yang didapatkan akurat atau tidak dari hasil evaluasi kinerja skema uji profisiensi yang diikutinya. Hal ini yang mendasari Laboratorium SNSU Kimia-BSN dalam menyelenggarakan skema UP pengukuran pH untuk mengevaluasi kinerja laboratorium pengujian yang ada di Indonesia dalam melakukan pengukuran pH.

Laboratorium SNSU Kimia-BSN membuat sampel UP larutan buffer ftalat yang diuji homogenitas dan stabilitasnya berdasarkan ISO 13528:2022. Uji homogenitas dan stabilitas dilakukan

setelah sampel UP dikemas dalam bentuk akhir dan sebelum didistribusikan kepada peserta (ISO/IEC 17043, 2023).

Sampel UP dikatakan homogen apabila memenuhi kriteria dalam ISO 13528:2022 yang terdapat pada persamaan [2].

$$s_s \leq 0,3\sigma_{PT} \dots\dots\dots [2]$$

dengan,

s_s adalah standar deviasi antar sampel,
 σ_{PT} adalah standar deviasi uji profisiensi (SDPA).

Nilai SDPA dapat ditentukan dari beberapa pendekatan, antara lain persepsi dari ahli, pengalaman dari skema UP sebelumnya, model statistika Horwitz, presisi dan reproduibilitas standar deviasi dari uji banding presisi metode pengujian sebelumnya, dan data yang diperoleh pada putaran skema UP yang sama (ISO 13528, 2022). Uji homogenitas sampel UP dilakukan untuk memastikan tidak ada perbedaan signifikan antara hasil pengukuran yang diperoleh setiap peserta, Sehingga dapat dipastikan ketidakhomogenan sampel UP tidak memberikan dampak negatif terhadap evaluasi kinerja peserta (Ridwan dkk., 2019).

Langkah pertama yang harus diperhitungkan dalam mengevaluasi hasil

pengukuran pH pada uji homogenitas sampel UP berdasarkan ISO 13528:2022 lampiran B adalah menghitung rata-rata hasil pengukuran masing-masing botol (\bar{x}_t) menggunakan persamaan [3].

$$\bar{x}_t = \frac{x_{t,1} + x_{t,2}}{2} \dots\dots\dots [3]$$

dengan,

x_t merupakan replikasi pengukuran sampel UP

Kemudian dihitung rentang uji antar replikat dalam 1 botol (w_t) menggunakan persamaan [4].

$$w_t = |x_{t,1} - x_{t,2}| \dots\dots\dots [4]$$

Menghitung rata-rata hasil pengukuran keseluruhan ($\bar{\bar{x}}$) menggunakan persamaan [5].

$$\bar{\bar{x}} = \frac{1}{g} \sum_{t=1}^g \bar{x}_t \dots\dots\dots [5]$$

dengan,

g merupakan banyaknya jumlah botol yang diukur, yaitu 10.

Selanjutnya estimasi standar deviasi rata-rata sampel ($s_{\bar{x}}$) menggunakan persamaan [6].

$$s_{\bar{x}} = \sqrt{\sum_{t=1}^g (\bar{x}_t - \bar{\bar{x}})^2 / (g - 1)} \dots\dots [6]$$

Standar deviasi dalam sampel (s_w) menggunakan persamaan [7].

$$s_w = \sqrt{\sum_{t=1}^g w_t^2 / (2g)} \dots\dots\dots[7]$$

Setelah itu estimasi standar deviasi antar sampel (s_s) menggunakan persamaan [8].

$$s_s = \sqrt{s_x^2 - (s_w^2/2)} \dots\dots\dots[8]$$

Jika estimasi varians antar sampel (s_s^2) bernilai negatif ketika s_s lebih kecil dari s_w , maka dapat dikatakan sampel UP sangat homogen, dan dianggap $s_s = 0$ (ISO 13528, 2022).

Selain homogen, sampel UP yang dibagikan kepada peserta harus dibuktikan cukup stabil untuk memastikan bahwa sampel UP tidak mengalami perubahan signifikan selama periode penyelenggaraan skema UP, termasuk saat pengiriman kepada peserta. Uji stabilitas pengiriman berhubungan dengan stabilitas sampel UP pada saat proses transportasi menuju lokasi peserta UP (ISO/IEC 17043, 2023). Uji ini dilakukan pada estimasi suhu transportasi untuk mengidentifikasi kemungkinan terjadinya degradasi sampel UP selama proses transportasi. Pengujian ini dilakukan pada durasi yang pendek, yaitu selama 2-4 minggu (Nuryatini dkk, 2018). Sampel UP dikatakan stabil atau tidak terjadi kecenderungan perubahan nilai pH apabila memenuhi kriteria dalam ISO 13528 yang terdapat pada persamaan [9].

$$|\bar{y}_0 - \bar{y}_1| \leq 0,3\sigma_{PT} \quad [9]$$

dengan,

\bar{y}_0 adalah nilai rata-rata hasil pengukuran pH awal, yaitu pada uji homogenitas,

\bar{y}_1 adalah nilai rata-rata hasil pengukuran pH pada uji stabilitas transportasi atau selama putaran skema UP.

3. METODOLOGI

3.1. Pembuatan Sampel UP

Sampel pada skema UP pengukuran pH yang diselenggarakan oleh Laboratorium SNSU Kimia-BSN merupakan larutan *buffer* ftalat 0,05 mol/Kg. Larutan ini dibuat dari Kalium Hidrogen Ftalat ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$) dengan kemurnian 99,7% dari Merck-Jerman. Sebelum digunakan, Kalium Hidrogen Ftalat dipanaskan dalam oven Heraterm OMH60 dari Thermo Scientific-Jerman pada suhu 110 °C selama 2 jam untuk menghilangkan kandungan air didalamnya dan disimpan dalam desikator sebelum digunakan.

Laboratorium SNSU Kimia-BSN membuat sampel UP per 1 L secara manual. Sebanyak 10,5 g Kalium Hidrogen Ftalat ditimbang menggunakan neraca analitik XPR3003S dari Mettler Toledo-Switzerland, ditambahkan air demineral

hasil produksi Arium Comfort I dari Sartorius-Jerman sampai didapatkan berat sekitar 1018 g atau sekitar 1 L. Kemudian sampel dilarutkan dan dihomogenkan menggunakan pengaduk magnet HR RT2Advanced dari Thermo Scientific-China. Prosedur ini diulang sebanyak 36 kali, sehingga didapatkan sampel UP sebanyak 36 L. Selanjutnya sampel UP dikemas dalam 144 botol Poli Propilen (PP) dengan volume 250 ml dan diberi label serta segel penutup botol.

3.2. Pengukuran pH sampel UP

Sampel UP diukur dengan pH meter 780 pH meter dari Metrohm-Switzerland. Sebelum dilakukan pengukuran, pH meter dikalibrasi dengan teknik kalibrasi dua titik menggunakan CRM larutan standar buffer Ftalat (pH 4,005 pada 25 °C) dari Certipur Merck-Jerman dan CRM larutan standar buffer Fosfat (pH 7,413 pada 25 °C) dari Certipur Merck-Jerman. Apabila didapatkan %*slope* hasil kalibrasi bernilai (95-105) % dan *offset* (potensial terbaca untuk larutan *buffer* fosfat) sebesar (0-30) mV, maka pH meter dapat digunakan untuk mengukur sampel pada suhu 25 °C.

3.3. Uji Homogenitas

Sebanyak 10 botol sampel UP diambil secara acak bertingkat dan diukur nilai pH

nya menggunakan pH meter. Pengukuran dilakukan sebanyak dua kali (duplo) untuk setiap botolnya. Hasil uji homogenitas sampel UP diuji statistiknya berdasarkan ISO 13528:2022. Apabila didapatkan hasil yang memenuhi kriteria pada persamaan [2], maka sampel UP yang dibuat sebanyak 144 botol dikatakan homogen atau memiliki nilai pH yang sama.

3.4. Uji Stabilitas

Uji stabilitas sampel UP dilakukan untuk mengetahui kestabilan sampel UP selama proses transportasi ke lokasi peserta dan pada periode penyelenggaraan skema UP. Uji ini dilakukan pada suhu 40 °C selama 4 minggu, dimana setiap minggunya sampel UP diukur sebanyak dua botol yang diambil secara acak dan diukur secara duplo menggunakan pH meter. Selain itu, sampel UP juga diukur stabilitasnya pada periode penyelenggaraan skema UP untuk memastikan nilai pH sampel tidak berubah selama periode pengukuran yang dilakukan oleh peserta, yaitu dengan mengukur pH 2 botol sampel pada suhu 25 °C secara duplo menggunakan pH meter. Hasil pengukuran diuji statistiknya berdasarkan ISO 13528:2022. Apabila didapatkan hasil yang memenuhi kriteria dalam persamaan [3], maka sampel UP

dikatakan stabil selama transportasi dan periode skema UP.

4. HASIL DAN PEMBAHASAN

Laboratorium SNSU Kimia-BSN merupakan salah satu laboratorium di bawah Laboratorium SNSU-BSN yang mempunyai tugas untuk mendiseminasikan kemampuan pengukuran yang telah didapatkan melalui hasil uji banding internasional kepada laboratorium pengujian di Indonesia, baik melalui penyediaan bahan acuan dan penyediaan nilai acuan melalui skema UP agar hasil pengukuran yang dilakukan laboratorium pengujian di Indonesia tertelusur ke SI dan mendapatkan hasil pengukuran yang akurat.

Laboratorium SNSU Kimia-BSN telah menerima pengakuan kemampuan pengukuran, khususnya untuk parameter pH dalam larutan buffer ftalat yang telah diakui secara internasional menggunakan metode sekunder *Differential Potentiometric Cell*. Metode ini lebih akurat dan memiliki ketidakpastian lebih kecil dibandingkan dengan pH meter (KCDB BIPM, 2024). Metode ini tertelusur ke SI melalui larutan standar *buffer* primer yang digunakan sebagai standar dalam pengukuran. Oleh sebab itu,

pada tahun 2022, laboratorium SNSU Kimia-BSN mendiseminasikan kemampuan pengukuran pH dalam larutan buffer ftalat melalui penyediaan nilai acuan pada skema UP.

Sampel UP yang dibuat oleh laboratorium SNSU Kimia-BSN merupakan larutan buffer ftalat 0,05 mol/kg yang termasuk dalam salah satu jenis larutan standar buffer primer yang direkomendasikan dalam IUPAC, karena mudah dibuat, cukup stabil, dan nilai pH nya yang tidak terlalu sensitif terhadap perubahan suhu. Sehingga larutan buffer ini dapat digunakan sebagai larutan standar untuk mengkalibrasi pH meter dengan nilai pH 4 (Buck dkk, 2002; Hetzer dkk, 1977). Sebelum sampel UP dibagikan kepada peserta, laboratorium SNSU Kimia-BSN melakukan uji homogenitas dan stabilitas untuk memastikan seluruh peserta mendapatkan sampel dengan nilai pH yang sama dan tidak mengalami perubahan selama periode skema UP seperti yang dipersyaratkan dalam ISO/IEC 17043:2023.

4.1. Uji Homogenitas

Tujuan utama dilakukan uji homogenitas sampel UP pada kemasan akhir adalah untuk memastikan peserta mendapatkan

sampel yang sama dan apabila terdapat perbedaan nilai pH antar botol sampel UP tidak akan mempengaruhi evaluasi kinerja peserta secara signifikan (Sorbo, dkk., 2020).

Pada uji homogenitas, sebanyak 10 botol sampel UP diukur nilai pH nya dengan pH meter kemudian dievaluasi statistiknya berdasarkan ISO 13528. Hasil pengukuran pH sampel UP pada uji homogenitas terdapat pada Tabel 1 dengan nilai rata-rata pengukuran sebesar 3,993. Nilai ini selanjutnya digunakan sebagai nilai \bar{y}_0 pada evaluasi statistik uji stabilitas. Kemudian hasil pengukuran pH pada Tabel 1 dievaluasi statistiknya berdasarkan ISO 13528 terlihat pada Tabel 2.

Berdasarkan ISO 13528, sampel UP dikatakan homogen apabila memenuhi kriteria pada persamaan [2]. SDPA yang digunakan Laboratorium SNSU Kimia-BSN yaitu 0,03. Nilai ini didasarkan pada ketidakpastian maksimum pengukuran pH dengan teknik kalibrasi 2 titik yang direkomendasikan IUPAC. Kemudian nilai ini telah digunakan sebagai SDPA pada pengalaman penyelenggaraan skema UP

laboratorium SNSU Kimia-BSN saat berada di Pusat Penelitian Kimia-LIPI. Hasil perhitungan nilai s_s didapatkan $3,79 \times 10^{-3}$ (terlihat pada Tabel 2) yang kurang dari $0,3\sigma_{PT}$, yaitu 9×10^{-3} . Dengan demikian sampel UP larutan buffer ftalat dikatakan homogen dan memiliki nilai pH yang sama antar botol.

Tabel 1. Hasil pengukuran pH sampel UP pada uji homogenitas

| Nomor botol | Nilai pH | |
|---|------------------|-----------------|
| | Pengukuran ke- 1 | Pengukuran ke-2 |
| 009 | 3,991 | 3,991 |
| 016 | 3,996 | 3,996 |
| 042 | 3,993 | 3,994 |
| 048 | 3,987 | 3,986 |
| 060 | 4,000 | 3,998 |
| 074 | 3,994 | 3,991 |
| 088 | 3,989 | 3,991 |
| 104 | 3,993 | 3,989 |
| 118 | 3,989 | 3,991 |
| 140 | 3,998 | 3,998 |
| Rata-rata (\bar{x}) | 3,993 | |

Tabel 2. Evaluasi statistik uji homogenitas sampel UP larutan buffer ftalat

| No. | No. Botol | t ₁ | t ₂ | x _t | w _t | w _t ² | \bar{x} | (x _t - w _t) ² | S _x ² | S _w ² | S _s |
|-----|-----------|----------------|----------------|----------------|----------------|-----------------------------|-----------|---|-----------------------------|-----------------------------|-------------------------|
| 1 | 009 | 3,991 | 3,991 | 3,991 | 0 | 0 | | 3,1 × 10 ⁻⁶ | | | |
| 2 | 016 | 3,996 | 3,996 | 3,996 | 0 | 0 | | 1,1 × 10 ⁻⁵ | | | |
| 3 | 042 | 3,993 | 3,994 | 3,994 | 0,001 | 1 × 10 ⁻⁶ | | 5,6 × 10 ⁻⁷ | | | |
| 4 | 048 | 3,987 | 3,986 | 3,987 | 0,001 | 1 × 10 ⁻⁶ | | 3,9 × 10 ⁻⁵ | | | |
| 5 | 060 | 4,000 | 3,998 | 3,999 | 0,002 | 4 × 10 ⁻⁶ | | 3,9 × 10 ⁻⁵ | | | |
| 6 | 074 | 3,994 | 3,991 | 3,993 | 0,003 | 9 × 10 ⁻⁶ | 3,993 | 6,2 × 10 ⁻⁸ | 1,53 × 10 ⁻⁵ | 1,95 × 10 ⁻⁶ | 3,79 × 10 ⁻³ |
| 7 | 088 | 3,989 | 3,991 | 3,990 | 0,002 | 4 × 10 ⁻⁶ | | 7,6 × 10 ⁻⁶ | | | |
| 8 | 104 | 3,993 | 3,989 | 3,991 | 0,004 | 2 × 10 ⁻⁵ | | 3,1 × 10 ⁻⁶ | | | |
| 9 | 118 | 3,989 | 3,991 | 3,990 | 0,002 | 4 × 10 ⁻⁶ | | 7,6 × 10 ⁻⁶ | | | |
| 10 | 140 | 3,998 | 3,998 | 3,998 | 0 | 0 | | 2,8 × 10 ⁻⁵ | | | |

4.2. Uji Stabilitas

Setelah homogen, sampel UP diuji stabilitasnya pada suhu estimasi transportasi, yaitu 40 °C selama 4 minggu, dimana setiap minggunya dilakukan pengukuran 2 botol sampel secara duplo. Hasil pengukuran pH sampel UP uji stabilitas transportasi dan evaluasi statistiknya berdasarkan ISO 13528:2022 terdapat pada Tabel 3.

Tabel 3. Hasil pengukuran pH sampel UP pada uji stabilitas transportasi dan evaluasi statistiknya

| Minggu ke- | \bar{y}_1 | \bar{y}_0 | $ \bar{y}_0 - \bar{y}_1 $ | $0,3\sigma_{PT}$ |
|------------|-------------|-------------|---------------------------|------------------|
| 1 | 3,998 | | 0,005 | |
| 2 | 3,994 | 3,993 | 0,001 | 0,009 |
| 3 | 3,991 | | 0,002 | |
| 4 | 3,987 | | 0,006 | |

Dari Tabel 3 terlihat sampel UP memenuhi kriteria ISO 13528:2022 sesuai persamaan [9].

Dengan demikian sampel UP larutan buffer ftalat dikatakan memiliki stabilitas yang baik pada suhu estimasi pengiriman 40 °C selama 4 minggu. Selanjutnya sampel UP ini dapat dikirimkan kepada peserta UP. Selain stabilitas transportasi, Laboratorium SNSU Kimia-BSN juga melakukan uji stabilitas saat periode penyelenggaraan skema UP, yaitu pada periode pengukuran yang dilakukan oleh peserta untuk memastikan bahwa nilai pH sampel yang diukur peserta tidak mengalami perubahan yang signifikan. Hasil pengukuran pH sampel UP uji stabilitas penyelenggaraan skema UP dan evaluasi statistiknya terdapat pada Tabel 4.

Tabel 4. Hasil pengukuran sampel UP uji stabilitas penyelenggaraan skema UP dan evaluasi statistiknya

| No. Botol | \bar{y}_1 | \bar{y}_0 | $ \bar{y}_0 - \bar{y}_1 $ | $0,3\sigma_{PT}$ |
|-----------|-------------|-------------|---------------------------|------------------|
| 092 | 3,996 | 3,993 | 0,003 | 0,009 |
| 131 | 3,988 | | 0,005 | |

Tabel 4 menunjukkan sampel UP larutan ftalat bersifat stabil pada periode pengukuran yang dilakukan oleh peserta.

Homogenitas dan stabilitas sampel UP larutan buffer ftalat juga terlihat dari sebagian besar peserta besar peserta dapat mengukur pH sampel dengan baik dan mendapatkan hasil evaluasi kinerja memuaskan menggunakan z-score, yaitu sebanyak 81,8% (Laboratorium SNSU Kimia-BSN, 2022).

5. KESIMPULAN

Laboratorium SNSU Kimia-BSN telah memenuhi persyaratan dalam ISO/IEC 17043 dalam hal penyiapan sampel UP larutan buffer ftalat untuk skema pengukuran pH. Sampel yang dibuat bersifat homogen dan stabil pada suhu estimasi transportasi (40 °C selama 4 minggu) dan stabil selama periode skema UP serta memenuhi kriteria yang dipersyaratkan dalam ISO 13528.

6. UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Badan Standardisasi Nasional (BSN) yang telah mendukung terselenggaranya skema UP Laboratorium SNSU Kimia-BSN tahun 2022.

7. DAFTAR PUSTAKA

- Abhijith D, Kusuma KS, Suma MN. (2021). Laboratory accreditation and customer satisfaction. *APIK J Int Med.* 9:25-8.
- Belli, M., Ellison, S. L. R., Fajgelj, A., Kuselman, I., Sansone, U., Wegscheider, W. (2007). Implementation of proficiency testing schemes for a limited number of participants, *Accred Qual Assur.* 12:391–398.
- Brookman, B., & Mann, I. (2021). *Eurachem guide: selection, use and interpretation of proficiency testing (PT) schemes.* 3rd Ed.
- Buck, R. P., Rondinini, S., Covington, A. K., Baucke, F. G. K., Brett, Christopher M. A., Camoes, M. F., Milton, M. J. T., Mussini, T., Naumann, R., Pratt, K. W., Spitzer, P. and Wilson, G. S. (2002). "Measurement of pH. Definition, standards, and procedures (IUPAC

- Recommendations 2002)" *Pure and Applied Chemistry*, vol. 74, no. 11, pp. 2169-2200.
- CDW, Federal-Provincial-Territorial Committee on Drinking Water, (2015). *pH of Drinking Water*, Health. Canada: Ottawa, Ontario.
- Dewangan, Shailesh Kumar., Shrivastava, S.K., Tigga,Veenita., Lakra, Meena., Namrata., Preeti, (2023). Review Paper on The Role of pH in Water Quality Implications for Aquatic Life, Human Health, and Environmental Sustainability, *International Advanced Research Journal in Science, Engineering and Technology*, Vol. 10, Issue 6.
- Hetzer, H. B., Durst, R. A., Robinson, R. A., Bates, R. G. (1977). Standard pH Values for the Potassium Hydrogen Phthalate Reference Buffer Solution from 0 to 60 °C. *J Res Natl Bur Stand A Phys Chem*. 81A(1):21–4.
- Hindayani, A., Hamim, N., Elishian, C., Aristiawan, Y., Mulyana, M. R., Handayani, E. M., Pratiwi, E., & Ginanjar, G. (2020). Establishment of Traceability Chain For pH Measurement in Indonesia. The 6th International Symposium on Applied Chemistry (ISAC).
- Hindayani, A., Permatasari, F.I., & Putri, A.S. (2022). *Panduan Pengukuran pH dengan Teknik Kalibrasi Dua Titik*. Jakarta: Badan Standardisasi Nasional.
- ISO 17043:2023 Conformity assessment — General requirements for proficiency testing
- ISO 13528:2022 Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison.
- KAN. (2023). Direktori Laboratorium Pengujian, diakses pada 28 Juni 2023 dari: <https://kan.or.id/index.php/documents/terakreditasi/doc17020/sni-iso-iec-17025/laboratorium-pengujian>
- KAN. (2024). Direktori Penyelenggara Uji Profisiensi, diakses pada 1 Maret 2024 dari: <https://kan.or.id/index.php/documents/terakreditasi/doc17020/sni-iso-iec-17043/penyelenggara-uji-profisiensi>.
- KCDB BIPM. (2024). Diakses pada 7 Maret 2024 dari <https://www.bipm.org/kcdb/cmc/quick-search?keywords=indonesia>

- Koleva, B., Dimitrova, L., Stoica, D., & Fisicaro, P. (2021). Application of secondary pH measurement method for homogeneity and stability assessment of reference materials. *Accreditation and Quality Assurance*, 26(2), 113-120.
- Kuselman, I., & Fajgelj, A. (2010). IUPAC/CITAC Guide: Selection and use of proficiency testing schemes for a limited number of participants—chemical analytical laboratories (IUPAC Technical Report), *Pure Appl. Chem.*, Vol. 82, No. 5, pp. 1099–1135.
- Laboratorium SNSU Kimia-BSN. (2022). Laporan akhir skema uji profisiensi-pH dalam larutan buffer ftalat (IDNPT-05).
- Nuryatini, N., Sujarwo, S., & Hindayani, A. (2018). Penentuan Nilai Sertifikat Bahan Acuan Larutan Bufer Boraks Untuk Pengukuran Derajat Keasaman (pH). *Jurnal Standardisasi*, 18(1), 35-44.
- Otterson, D. W. (2015). Tech talk:(11) pH measurement and control basics. *Measurement and Control*, 48(10), 309-31.
- Ridwan, Y. S., Supriadi., Nugraha, W.C. (2019). Traceable Value for Proficiency Test of Natural Gas, *Indonesian Journal of Science & Technology* 4 (2), 270-279.
- SNI ISO/IEC 17025:2017 Persyaratan umum kompetensi laboratorium pengujian dan kalibrasi.
- Sorbo, A., Ciprotti, M., Colabucci, A., D’Amato, M., Gregorio, M. D., Luswergh, G. F., Turco, A. C., and Ciaralli, L. (2020). Proficiency testing as a tool to assess quality of data: the experience of the EU Reference Laboratory for chemical elements in food of animal origin, *Pure Appl. Chem*, 92(3): 383–390.