

ISBN 978-979-551-062-8



PUSAT SURVEI GEOLOGI
BADAN GEOLOGI
KEMENTERIAN ENERGI DAN SUMBER DAYA MINERAL

PENGEMBANGAN METODE LABORATORIUM DAN SARANA PENYELIDIKAN PUSAT SURVEI GEOLOGI



Jl. Diponegoro No. 57 Bandung 40122. Tlp. 022 7203205, Fax. 022 7202669 email: contact@grdc.esdm.go.id

Daftar Isi

Kata Pengantar

- Evaluasi Mutu Hasil Analisis Unsur Tanah Jarang dengan ICP-MS di Laboratorium Pusat Survei Geologi** 1-10
Agus Saiful Arifin, Asep Robiman, Edy Mirnanda, dan Kurnia
- Pembuatan In-House Standar Reference Material Batuan Diabas di Laboratorium Pusat Survei Geologi** 11-24
Imtihanah dan Kurnia
- Asesmen Bahan Acuan Standar Internal dengan Matriks Batuan Andesit Terubah dari Hargotirto, Kulonprogo** 25-38
Ronaldo Irzon
- Validasi Metode Analisis Au-Aquaregia dengan SSA-Grafit Furnace Laboratorium Pusat Survei Geologi** 39-50
Kurnia, Ronaldo Irzon, dan Edy Mirnanda
- Pentarikan Radiokarbon Terhadap Fosil Ostrea untuk mendukung Inventarisasi Keragaman Geologi dan Identifikasi Warisan Geologi di Pulau Waigeo dan Sekitarnya, Raja Ampat, Papua Barat** 51-62
Darwin Alijasa Siregar dan Sam Permanadewi
- Metode Analytical Spectral Device (ASD) untuk Identifikasi Mineral Lempung pada Batuan Sedimen di Daerah Benuang Kalimantan Selatan** 63-78
Sigit Maryanto
- Bentangalam Gunungapi Bawah Laut Paleogen-Neogen Pantai Kuta, Lombok** 79-88
Sam Permanadewi dan Indyo Pratomo
- Delineasi Shale Gas dengan Metode Magnetotelurik di Cekungan Kutai, Kalimantan Timur** 89-102
Hidayat dan Ahmad Setiawan
- Benchmark Titik Pangkal Gayaberat** 103-136
Subagio dan Imam Setijadi

Evaluasi Mutu Hasil Analisis Unsur Tanah Jarang dengan ICP-MS di Laboratorium Pusat Survei Geologi

Agus Saiful Arifin, Asep Rohiman, Edy Mirnanda, dan Kurnia

Pusat Survei Geologi, Jl. Diponegoro no.57 Bandung.

email: agus.arifin@esdm.go.id

ABSTRAK

Di dalam sebuah pengujian diperlukan adanya kendali mutu. Hal ini sangat berguna untuk memantau keabsahan pengujian yang dilakukan. Selain itu, apabila ditemukan hal yang berada di luar kriteria analisis yang telah ditetapkan, maka dapat segera dilakukan tindakan untuk mengoreksi permasalahan tersebut, dan pelaporan hasil yang salah dapat dicegah. Kendali mutu analisis unsur tanah jarang (REE) dengan *inductively coupled plasma-mass spectrometry* (ICP-MS) di Laboratorium Pusat Survei Geologi dilakukan secara internal melalui pengecekan presisi (repeatibilitas) dan akurasi. Selain itu, juga dilakukan pengendalian mutu pengujian secara eksternal melalui uji banding. Unsur REE yang dimaksud adalah La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, dan Lu. Metode uji REE dengan ICP-MS untuk matrik batuan granit, granit teralterasi, sedimen laut lempungan dan sedimen laut pasir memiliki presisi yang baik, yaitu nilai koefisien variansi (KV) yang dihasilkan dari 8 kali pengukuran memiliki nilai lebih rendah dibandingkan dengan KV Horwitz. Analisis unsur Ce, Sm, Eu, Tb, Dy, Ho, Er, Tm dan Yb pada CRM AGV 2 dan GBW 7113 memiliki akurasi baik, yaitu *recovery* yang dihasilkan pada rentang 80-120%. Analisis REE dengan ICP-MS pada matriks granit teralterasi dan sedimen laut lempungan menghasilkan uji banding yang kurang memuaskan untuk unsur Dy, Er, Eu dan Lu. Sampel dengan matriks granit dan sedimen laut pasir menunjukkan hasil uji banding yang tidak berbeda antar laboratorium. Secara umum dari pengecekan presisi, akurasi dan hasil uji banding tersebut, metode analisis REE dengan ICP-MS ini sudah cukup baik, tetapi masih diperlukan pengembangan metode lebih lanjut untuk bisa meningkatkan presisi, akurasi dan hasil uji banding analisis REE terutama untuk unsur dengan kadar sangat rendah.

Kata kunci : ICP-MS, laboratorium, metode uji, REE, uji banding

PENDAHULUAN

Merujuk kepada ketentuan dalam SNI ISO/IEC 17025 : 2008 mengenai persyaratan umum kompetensi laboratorium pengujian dan laboratorium kalibrasi disebutkan perlu adanya jaminan mutu hasil pengujian dan hasil kalibrasi, (klausul 5.9, SNI/ISO/IEC 17025:2008). Dalam klausul tersebut disebutkan bahwa laboratorium harus mempunyai prosedur pengendalian mutu untuk memantau keabsahan pengujian dan kalibrasi yang dilakukan. Data yang dihasilkan harus direkam sedemikian rupa sehingga kecenderungan kesalahan pengujian dapat dideteksi, dan apabila dimungkinkan, teknik statistik harus diterapkan pada pengkajian hasil. Pemantauan tersebut direncanakan dan dikaji. Selain itu, data pengendalian mutu dianalisis, dan apabila ditemukan berada di luar kriteria yang telah ditetapkan, tindakan yang telah direncanakan harus dilakukan untuk mengoreksi permasalahan dan mencegah pelaporan hasil yang salah.

Kendali mutu analisis unsur tanah jarang (REE) dengan *inductively coupled plasma-mass spectrometry* (ICP-MS) di Laboratorium Pusat Survei Geologi dilakukan secara internal dan eksternal. Kendali mutu internal yang dilakukan terdiri dari pengecekan akurasi dan presisi (repeatibilitas). Akurasi dievaluasi dengan menganalisis material standar bersertifikat (CRM) bersama-sama dengan sampel. Presisi dievaluasi dengan melakukan pengulangan analisis pada selang jumlah sampel tertentu. Kendali mutu eksternal dilakukan melalui uji banding antar laboratorium. Frekuensi analisis CRM dilakukan untuk setiap 20 sampel, tetapi destruksi CRM dilakukan setiap 1 bulan dengan tujuan penghematan. Uji banding antar laboratorium dilakukan minimal sekali per tahun.

Standar acuan yang dipakai apabila memungkinkan disesuaikan dengan matriks sampel. Oleh karena matriks sampel yang sering dianalisis adalah batuan beku, maka CRM yang dipilih adalah GBW 7113 (batuan beku asam granitik) dan AGV 2 (batuan beku menengah andesit). Uji banding dilakukan dengan laboratorium yang sudah terakreditasi menggunakan metode uji yang sama (ICP-MS).

METODOLOGI

Metode Analisis REE dengan ICP-MS

Analisis REE dengan ICP-MS terdiri dari tahap preparasi dan pengukuran. Pada tahap preparasi sampel didestruksi dengan 3 asam yaitu HF, HNO₃ dan HClO₄. Proses destruksi ini bisa dilakukan dengan teknik *open vessel* maupun *close vessel*. Pada teknik *open vessel* sampel didestruksi pada kondisi terbuka, di tekanan atmosfer dengan pemanasan menggunakan *hot plate*. Pada teknik *close vessel*, sampel didestruksi menggunakan *microwave digester*. Proses destruksi yang sempurna dicirikan dengan tidak adanya sisa sampel yang tidak larut. Setelah sampel didestruksi selanjutnya sampel dilarutkan dengan HNO₃ dan ditanda bataskan dalam labu ukur. Sebelum diukur dengan ICP-MS, dilakukan penambahan internal standard dan pengenceran sampel 10 kali dengan HNO₃ 2%. Pengukuran dengan ICP-MS terdiri dari tahap penentuan parameter alat, optimasi alat, menyiapkan program analisis, runing analisis dan evaluasi hasil.

Dekstruksi Sampel

Sampel ditimbang sebanyak 0,100 gr dan dipindahkan ke dalam teflon. Ditambah 10 ml HF *ultra pure* dan 2 ml HClO₄ p.a ditanda bataskan kemudian dipanaskan dengan *hotplate* pada suhu 150° C sampai keluar uap putih. Apabila sampel belum larut maka ditambahkan

lagi 5 ml HF dan 2 ml HClO₄ dan dipanaskan sampai keluar uap putih. Suhu dinaikkan sampai 170°C dan dibiarkan sampai kering. Ditambahkan 5 ml HNO₃ *ultra pure* pekat dan dipanaskan lagi sampai larut. Ditambahkan sedikit *ultra pure water* (u.p.w), didinginkan, dipindahkan ke dalam labu ukur 50 ml dan ditanda bataskan dengan u.p.w.

Larutan sampel dipipet sebanyak 1 ml dimasukkan ke dalam labu ukur 10 ml. Ditambahkan 1 ml internal standar Be dan Bi 1 ppm kemudian ditanda bataskan dengan HNO₃ 2%.

Pengukuran dengan ICP-MS

Parameter instrumen yg digunakan untuk analisis REE adalah sebagai berikut:

Mode instrument	: STD
Aliran gas Ar pendingin	: 13,0 L/min
Aliran gas Ar Auxiliary	: 0,90 L/min

Parameter *Lens, Focus, Pool bias, hexapole bias, Nebulizer, forward Power, sampling depth, Analog Detector, PC Detector* dioptimalisasi secara otomatis dalam *autotune*.

Optimasi instrumen dengan *autotune* dimulai dengan menyalakan plasma di ICP-MS. Pada langkah tersebut sambil diaspirasikan larutan pencuci HNO₃ 2% selama setengah sampai satu jam untuk memanaskan alat dan membilas pengotor yang mungkin ada. Setelah itu diaspirasikan larutan *tune B*. Sensitifitas yang terbaca harus memenuhi syarat ⁷Li > 50.10 cps, ³⁹Co > 100.10 cps, ¹¹⁵In > 220.10 cps, dan ²³⁸U > 300.10 cps. Setelah itu klik *Autotune, Source Tune*, dan *Next*. Tunggu sampai selesai, semua parameter yg terbaca di instrument harus terpenuhi. Setelah itu klik *Autotune, STD*, dan *Next*. Tunggu sampai selesai, pastikan bahwa semua parameter tuning lolos.

Setelah proses optimasi instrument ICP-MS selesai dilakukan maka larutan sampel siap untuk dianalisis. Dalam proses analisis sampel selalu disertakan analisis CRM setiap kali runingnya untuk kepentingan kendali mutu pengujian. Hasil analisis setiap unsur REE dalam CRM dibandingkan dengan nilai kadar yang ada dalam sertifikat.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Data evaluasi mutu pengujian REE dengan ICP-MS (metode GL-MU-2.3.1) diambil dari hasil analisis sampel calon *inhouse* standar, hasil analisis CRM dan hasil uji banding analisis REE dengan ICP-MS di Laboratorium Pusat Survei Geologi dan Intertek. CRM yang dipilih adalah GBW 7113 (Granitik, batuan beku asam) dan AGV 2 (Andesit, batuan beku menengah).

Presisi

Presisi (repeatabilitas) metode uji diperoleh dengan evaluasi data hasil dari analisis sampel yang dilakukan secara berulang. Presisi menunjukkan seberapa dekat satu data terhadap data lain yang diperoleh dari analisis sampel yang dilakukan secara berulang tersebut. Sampel yang digunakan untuk pengecekan presisi metode uji REE ini adalah batuan granit, batuan granit teralterasi, sedimen laut pasiran dan sedimen laut lempungan dengan pengukuran 8 kali pengulangan untuk setiap jenis sampel. Keempat sampel tersebut diambil dari Pulau Bangka. Sampel tersebut rencananya akan dijadikan *inhouse* standar di laboratorium Pusat Survei Geologi.

Presisi pengukuran dinyatakan dalam % koefisien variansi (KV) yang dihitung dengan persamaan berikut:

$$Kv = s/c_x \times 100$$

Dimana s merupakan standar deviasi, sedangkan c_x adalah rata-rata hasil pengukuran laboratorium. Pada metode analisis REE dengan ICP-MS ini diusulkan bahwa metode dikatakan presisi jika nilai KV kurang dari $KV_{Horwitz}$. Persamaan $KV_{Horwitz}$ adalah sebagai berikut:

$$KV_{Horwitz} = 2^{1-0.5 \log c}$$

Dimana C merupakan fraksi dari konsentrasi analit.

Hasil analisis REE, $KV_{Horwitz}$ dari analisis keempat matriks sampel ditunjukkan dalam Tabel 1-4. Dari Tabel 1-4 terlihat bahwa kandungan REE dalam sampel dapat dikelompokkan menjadi 3, yaitu kadar besar (>10 ppm), kadar sedang (2 – 10 ppm), dan kadar rendah (<2 ppm). Gambar 1-3 menunjukkan grafik antara konsentrasi unsur dan koefisien variasinya untuk masing-masing matriks sampel pada level konsentrasi REE tinggi, sedang dan rendah. Unsur yang memiliki kadar besar adalah La, Ce, dan Nd. Unsur dengan kadar sedang adalah Pr, Sm, Gd. Unsur yang memiliki kadar kecil adalah Eu, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, dan Lu.

Dari Gambar 1 dan 2 terlihat bahwa untuk konsentrasi tinggi (> 10 ppm) dan sedang (2-10 ppm) pada sampel dengan matriks granit dan sedimen laut pasir memiliki koefisien variasi lebih baik dibandingkan dalam matriks sedimen laut lempungan dan granit teralterasi. Untuk konsentrasi rendah (< 2 ppm) sampel dengan matriks granit dan sedimen laut lempungan memiliki koefisien variasi yang lebih baik dibandingkan sampel matriks sedimen laut pasir dan granit teralterasi. Hal ini menunjukkan bahwa besarnya koefisien variansi berhubungan dengan tingkat konsentrasi REE yang terkandung di dalam sampel, dan juga berhubungan dengan jenis matriks sampel tersebut.

Tabel 1. Hasil analisis REE dalam sampel Granit

Unsur	Cx (ppm)	KV (%)	KV Horwitz (%)
139La	49.10	2.7	8.9
140Ce	51.60	4.7	8.8
141Pr	13.40	4.1	10.8
146Nd	44.50	4.7	9.0
147Sm	8.60	2.9	11.6
153Eu	0.90	3.9	16.3
157Gd	8.80	3.3	11.5
159Tb	1.20	10.0	15.6
163Dy	6.60	6.0	12.0
165Ho	1.20	9.1	15.6
166Er	3.30	7.4	13.4
169Tm	0.40	5.4	18.4
172Yb	2.90	4.6	13.6
175Lu	0.30	4.6	19.2

Tabel 2. Hasil analisis REE dalam sampel Granit Teralterasi

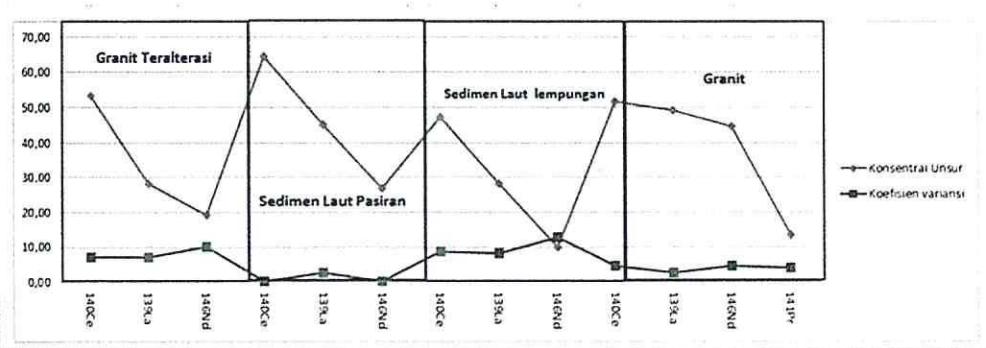
Unsur	Cx (ppm)	KV (%)	KV Horwitz (%)
139La	28.12	7.2	9.7
140Ce	53.35	7.1	8.8
141Pr	7.40	8.4	11.8
146Nd	19.19	10.1	10.3
147Sm	5.10	7.1	12.5
153Eu	0.03	16.8	27.1
157Gd	3.57	6.2	13.2
159Tb	0.30	7.5	19.2
163Dy	1.37	5.2	15.3
165Ho	0.15	10.4	21.3
166Er	0.56	7.2	17.5
169Tm	0.10	6.3	22.6
172Yb	0.76	6.2	16.7
175Lu	0.05	20.6	25.1

Tabel 3. Hasil analisis REE dalam sampel Sedimen Laut Pasiran

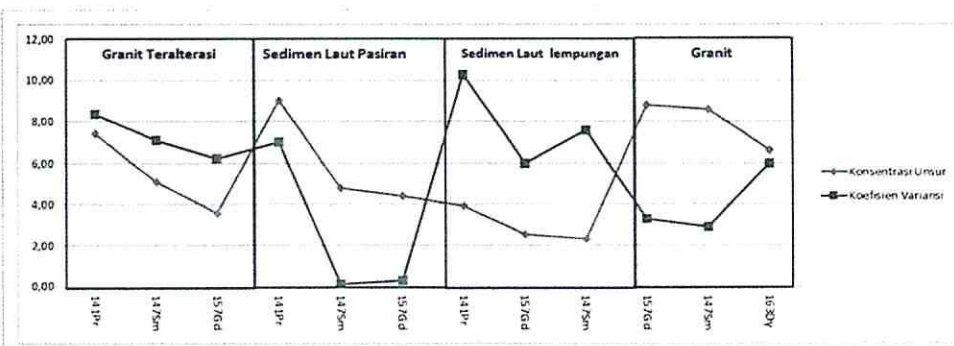
Unsur	Cx (ppm)	KV (%)	KV Horwitz (%)
139La	45.00	2.7	9.0
140Ce	64.40	0.3	8.5
141Pr	9.00	7.0	11.5
146Nd	26.70	0.3	9.8
147Sm	4.80	0.1	12.6
153Eu	0.05	9.6	25.1
157Gd	4.40	0.3	12.8
159Tb	0.30	17.1	19.2
163Dy	1.50	0.7	15.1
165Ho	0.20	17.2	20.4
166Er	0.60	0.8	17.3
169Tm	0.10	26.3	22.6
172Yb	0.60	0.6	17.3
175Lu	0.02	0.0	28.8

Tabel 4. Hasil analisis REE dalam sampel Sedimen Laut Lempungan

Unsur	Cx (ppm)	KV (%)	KV Horwitz (%)
139La	28.20	8.4	9.7
140Ce	47.30	8.8	9.0
141Pr	3.90	10.3	13.0
146Nd	10.00	12.9	11.3
147Sm	2.30	7.6	14.1
153Eu	0.30	4.0	19.2
157Gd	2.50	6.0	13.9
159Tb	0.20	7.6	20.4
163Dy	1.20	4.4	15.6
165Ho	0.20	5.1	20.4
166Er	0.70	3.6	16.9
169Tm	0.10	4.1	22.6
172Yb	0.90	3.5	16.3
175Lu	0.10	4.5	22.6

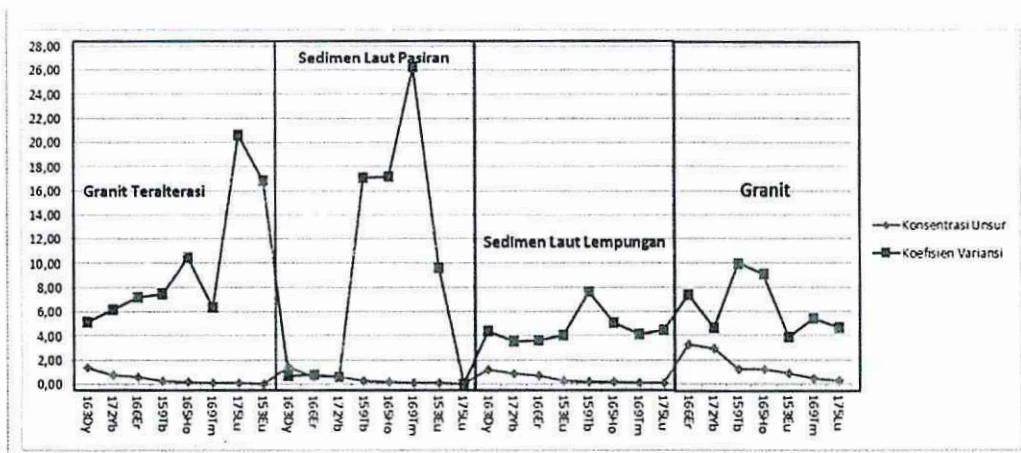


Gambar 1. Grafik konsentrasi unsur dan koefisien variansi sampel dengan kadar REE tinggi (>10 ppm)



Gambar 2. Grafik konsentrasi unsur dan koefisien variansi sampel dengan kadar REE sedang (2 - 10 ppm)

Gambar 3. Grafik konsentrasi unsur dan koefisien variansi sampel dengan kadar REE sedang (<2 ppm)



Dari Tabel 1 – 4, secara umum presisi metode uji REE baik kadar tinggi, sedang dan rendah pada empat matriks yang berbeda tersebut memiliki presisi yang baik, yaitu nilai KV yang dihasilkan dari 8 kali pengukuran memiliki nilai yang lebih rendah dibandingkan dengan KV Horwitz. Namun, untuk unsur Nd pada sampel sedimen laut lempungan dan unsur Tm pada sampel sedimen laut pasir memiliki nilai KV yang lebih besar dibandingkan persyaratan yang diusulkan. Oleh karena itu, diperlukan percobaan atau pengembangan metode analisis lebih lanjut untuk melihat apakah nilai presisi metode ini masih bisa ditingkatkan. Hal ini dikarenakan nilai presisi akan berkontribusi terhadap ketidakpastian pengukuran yang dihasilkan.

Akurasi

Akurasi metode uji diperoleh dengan membandingkan hasil analisis CRM GBW 7113 dan AGV 2 yang dianalisis bersama sampel dengan nilai yang ada dalam sertifikat. Akurasi menunjukkan seberapa dekat nilai dari sebuah pengukuran terhadap nilai sebenarnya. Akurasi dinyatakan dalam bentuk % *recovery* yang dihitung dengan persamaan berikut:

$$recovery = C_a / C_{CRM} \times 100$$

Dimana C_a merupakan konsentrasi analit hasil pengukuran laboratorium, sedangkan C_{CRM} merupakan konsentrasi analit yang tertera di dalam sertifikat. Menurut AOAC (*Association of Official Analytical Chemist*) nilai *recovery* sebuah metode merupakan fungsi konsentrasi yang nilainya sesuai Tabel 5

Berdasarkan sertifikat CRM, kandungan REE dalam AGV 2 berkisar antara 0.25 – 68 ppm, sedangkan dalam GBW 7113 berkisar antara 0.67 – 163 ppm. Dengan mempertimbangkan Tabel 5 dan tingkat kesulitan di dalam metode analisis REE yang telah dikembangkan, maka diusulkan bahwa *recovery* dari analisis CRM AGV 2 dan GBW 7113 harus berada dalam range 80-120% untuk kadar unsur yang kurang dari 100 ppm, dan 90-107% untuk kadar unsur lebih dari 100 ppm. (Tabel 6).

Tabel 5. Konsentrasi Analit menurut AOAC

Kadar Analit (%)	Rasio Analit	Unit	Recovery rata-rata (%)
100	1	100%	98 – 102
≥ 10	10^{-1}	10%	98 – 102
≥ 1	10^{-2}	1%	97 – 103
≥ 0.1	10^{-3}	0.1%	95 – 105
0.01	10^{-4}	100 ppm	90 – 107
0.001	10^{-5}	10 ppm	80 – 110
0.0001	10^{-6}	1 ppm	80 – 110
0.00001	10^{-7}	100 ppb	80 – 110
0.000001	10^{-8}	10 ppb	60 – 115
0.0000001	10^{-9}	1 ppb	40 – 120

Tabel 6. Hasil Analisis REE dalam CRM AGV 2

Label	Hasil Analisis	Sertifikat	% Recovery
139La	51.43	38	135
140Ce	66.79	68	98
141Pr	9.06	8.3	109
146Nd	28.71	30	96
147Sm	5.14	5.7	90
153Eu	1.62	1.54	105
157Gd	5.36	4.69	114
159Tb	0.55	0.64	86
163Dy	3.09	3.6	86
165Ho	0.60	0.71	84
166Er	1.64	1.79	91
169Tm	0.24	0.26	90
172Yb	1.55	1.6	97
175Lu	0.24	0.25	94

Hasil analisis CRM AGV-2 dan GBW 7113 masing-masing dapat dilihat pada Tabel 7 dan Tabel 8. Dari Tabel 7 memperlihatkan bahwa semua unsur hasil analisis CRM AGV 2 memenuhi persyaratan *recovery* 80-120% kecuali La, sedangkan pada CRM GBW 7113, semua unsur memenuhi persyaratan *recovery* 80-120% kecuali Pr, Nd, Gd dan Lu. Hasil evaluasi mutu terhadap dua jenis matriks memperlihatkan bahwa terdapat beberapa parameter yang hasilnya memenuhi persyaratan dalam kedua matriks seperti Ce, Sm, Eu, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, dan Yb. Diperlukan penyelidikan lebih lanjut untuk bisa mengetahui penyebab terlalu besarnya *recovery* La pada CRM AGV 2 dan juga Pr, Nd, Gd pada CRM GBW 7113, serta terlalu kecilnya *recovery* Lu pada CRM GBW 7113. Salah satu hal yang bisa dilakukan adalah melihat apakah diperlukan adanya faktor koreksi akibat adanya interferensi antar unsur.

Tabel 7. Hasil Analisis REE dalam CRM AGV 2

Label	Hasil Analisis	Sertifikat	% Recovery
139La	83.50	82.7	101
140Ce	164.04	163	101
141Pr	24.36	18.4	132
146Nd	78.60	64.5	122
147Sm	11.89	11.7	102
153Eu	1.09	1.18	92
157Gd	12.02	9.47	127
159Tb	1.50	1.51	99
163Dy	7.90	8.19	96
165Ho	1.41	1.64	86
166Er	4.32	4.31	100
169Tm	0.65	0.73	89
172Yb	4.02	4.51	89
175Lu	0.53	0.67	79

Tabel 8. Hasil uji banding analisis REE dengan ICP-MS Laboratorium PSG (I) dengan Laboratorium Intertek (II)

Unsur	Granit			Sedimen Laut Pasiran			Granit Alterasi			Sedimen Laut Lempungan		
	I	II	I/II%	I	II	I/II%	I	II	I/II%	I	II	I/II%
La	58.2	68	86	41.1	40.4	102	28.6	29.3	98	29.2	27.5	106
Ce	60.4	70.4	86	80	86.3	93	71.5	79.8	90	49.8	50.3	99
Pr	13.4	13.8	97	8.8	8.84	100	8.2	8.68	94	5.08	5.2	98
Nd	46.6	50.2	93	30.6	30.5	100	27.1	27.4	99	17.2	17.3	99
Sm	10.3	11.4	90	6.1	5.9	103	7.2	7.5	96	3.2	3.5	91
Eu	0.9	1	90	0.1	<0.1	-	<0.1	<0.1	100	0.4	0.3	133
Gd	9.2	10.2	90	5	5.3	94	4.7	5.4	87	3.4	3.2	106
Tb	1.4	1.4	100	0.4	0.44	91	0.5	0.54	93	0.36	0.3	120
Dy	9	9.1	99	2	2	100	2.1	3	70	2.3	2	115
Ho	1.5	1.5	100	0.3	0.3	100	0.6	0.5	120	0.4	0.4	100
Er	4.1	4.3	95	0.7	0.7	100	1.1	1.7	65	1.4	1	140
Tm	0.5	0.5	100	0.1	<0.1	-	0.2	0.2	100	0.2	0.2	100
Yb	3.7	4	93	0.6	0.6	100	1.9	1.9	100	1.7	1.6	106
Lu	0.5	0.57	88	0.1	0.09	111	0.2	0.28	71	0.26	0.2	130

Kendali Mutu Eksternal (Uji Banding)

Mutu hasil pengujian selain dipantau secara internal melalui pengecekan akurasi dan presisi juga secara eksternal dengan melakukan uji banding antar laboratorium. Kegiatan ujbanding terdiri atas penyiapan sampel yang akan diujibandingkan, menentukan peserta ujbanding dan membuat protokol analisis, menyerahkan sampel untuk uji banding pada seluruh laboratorium peserta dan evaluasi hasil uji banding. Peserta uji banding yang dipilih untuk uji banding analisis REE ini adalah Laboratorium Intertek. Hal ini dikarenakan analisis REE di laboratorium Intertek telah terakreditasi ISO/IEC 17025 : 2008.

Sampel yang dipakai untuk uji banding kali ini adalah sampel yang sama yang digunakan untuk uji presisi, yaitu batuan granit, batuan granit teralterasi, sedimen laut pasiran dan sedimen laut lempungan. Sampel yang diperoleh dari lapangan setelah dikeringkan kemudian digerus sampai berukuran kurang dari 75 μm , dihomogenkan dan dibagi dalam beberapa kemasan. Tabel 8 menunjukkan hasil analisis REE dengan ICP-MS di Laboratorium Pusat Survei Geologi (I) dan Laboratorium Intertek (II)

Evaluasi uji banding belum bisa diterapkan secara statistik dikarenakan belum dilakukan pengujian dalam jumlah pengulangan yang cukup. Evaluasi uji banding kali ini dilakukan dengan menghitung perbandingan hasil analisis di kedua laboratorium. Hasilnya dikatakan mirip jika perbandingan berada pada rentang 80-120 %. Dari Tabel 8 terlihat bahwa untuk semua parameter pada matrik granit dan sedimen laut pasiran menunjukkan hasil yang tidak berbeda di kedua laboratorium. Unsur Dy, Er dan Lu menghasilkan perbandingan yang kurang dari 80% pada sampel dengan matriks granit teralterasi. Unsur Eu, Er dan Lu menghasilkan perbandingan yang lebih dari 120% pada sampel dengan matriks sedimen laut lempungan. Perbandingan yang diluar batas 80-120 % tersebut teramati untuk unsur dengan kadar kurang dari 2 ppm. Untuk bisa melihat apakah data untuk unsur dengan kadar yang kecil tersebut benar-benar berbeda secara nyata atau tidak, diperlukan analisis secara statistik. Oleh karena itu diperlukan uji banding yang dilakukan dengan jumlah pengulangan yang cukup. Selain itu, bisa juga dilakukan uji banding dengan beberapa laboratorium yang lain.

KESIMPULAN

- Metode uji REE dengan ICP-MS untuk matrik batuan granit, granit teralterasi, sedimen laut lempungan dan sedimen laut pasiran memiliki presisi yang baik, yaitu nilai KV yang dihasilkan dari 8 kali pengukuran memiliki nilai lebih rendah dibandingkan dengan KV Horwitz. Diperlukan percobaan atau pengembangan metode analisis lebih lanjut untuk melihat apakah nilai presisi dari metode ini masih bisa ditingkatkan karena akan berkontribusi terhadap ketidakpastian pengukuran yang dihasilkan.
- Analisis REE dengan ICP-MS pada CRM AGV 2 untuk unsur Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, dan Lu memiliki akurasi yang baik. CRM GBW 7113 unsur La, Ce, Sm, Eu, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb memiliki akurasi yang baik. Diperlukan percobaan atau pengembangan metode analisis lebih lanjut untuk bisa meningkatkan akurasi metode, salah satunya adalah pengecekan factor koreksi akibat interferensi antar unsur yang terdapat di dalam matriks.
- Uji banding analisis REE dengan ICP-MS untuk sampel dengan matriks granit dan sedimen laut pasiran menunjukkan hasil yang tidak berbeda, sedangkan pada matriks granit teralterasi dan sedimen laut lempungan menghasilkan uji banding yang kurang memuaskan untuk unsur Dy, Er, Eu, dan Lu, karena memiliki konsentrasi

yang kecil. Diperlukan uji statistik untuk melihat apakah benar terdapat perbedaan nyata dari uji banding kedua laboratorium ini.

- Secara umum dari pengecekan presisi, akurasi dan hasil uji banding metode analisis REE dengan ICP-MS ini sudah cukup baik, tetapi masih diperlukan pengembangan metode lebih lanjut untuk bisa meningkatkan presisi, akurasi dan hasil uji banding analisis REE terutama untuk unsur dengan kadar sangat rendah

DAFTAR PUSTAKA

- Anonim, Description of Proficiency Testing Program From Mineral Analysis Laboratories. Canadian Certified Reference Materials Project (CCRMP), Natural Resources Canada.
- Association of Official Analytical Chemists, 1993. Peer Verified Methods Program: Manual on Policies and Procedures. Arlington, VA .
- Association of Official Analytical Chemists. Appendix F: Guideline for Standard Method Performance Requirements. AOAC Official Method of Analysis. 2016.
- Barwick, V. (Ed), Eurachem/CITAC Guide, 2016. Guide to Quality in Analytical Chemistry: An Aid to Accreditation. Third edition. ISBN 978-0-948926-32-7.
- Broekaert J.A.C., 2002. Analytical Atomic Spectrometry with Flames and Plasma. Wiley Vch, New York. 310.
- EURACHEM/CITAC Guide CG4, 2012. Quantifying Uncertainty IN Analytical Measurement. Third Edition.
- Reeves, R.D. and Brooks, R.R., 1978, Trace element analysis of Geological Materials, Vol.51, John Wiley & Sons, New York.
- Romeu. Selected Topics in Assurance Related Technologies, 2004. Quality Control Chart, Number 4.
- Magnusson, B and U. Örnemark (eds.) Eurachem Guide, 2014. The Fitness for Purpose of Analytical Methods – A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics. Second edition, ISBN 978-91-87461-59-0.
- Michael Thomson, Statistics and Data Analysis in Proficiency Testing, School of Biological and Chemical Sciences, University of London.
- John, A.M. 1981, Rock and Mineral Analysis, 2 nd, John Wiley & Sons, New York.
- Sandell E.B. dan Hiroshi Onishi, 1977, Photometric Determination of Traces of Metals, Fourth ed., John Wiley and Sons, New York.
- SNI ISO/IEC 17025:2008. Persyaratan Umum Kompetensi Laboratorium Penguji Dan Laboratorium Kalibrasi. Badan Standarisasi Nasional.
- Vorster Clarisa, 2008. Precise $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ Isotope Ratio Measurement By Quadrupole-Based ICP-MS After Ion Exchange Separation of Rb For Provenance Determination of Agricultural Products. Disertasi. Chemistry, Faculty of Science, University of Johannesburg.