

PEMBUATAN BAHAN ACUAN BAKU UNTUK ANALISIS SAMPEL BATUBARA

**PRODUCTION OF STANDARD REFERENCE MATERIALS
FOR COAL SAMPLE ANALYSIS**Firdaus Djabar¹, Fitro Zamani², dan Herry Rodiana Eddy²¹Badan Riset dan Inovasi Nasional²Pusat Sumber Daya Mineral Batubara dan Panas Bumi
dj12@gmail.com**ABSTRAK**

Salah satu syarat sistem pengendalian mutu *SNI ISO/IEC 17025:2017* adalah penggunaan bahan acuan baku yang tersertifikasi atau *CRM (Certified Reference Material)* untuk menjamin *akurasi* dan *validasi* pengukuran. Meskipun *CRM* adalah bahan acuan standar yang umum digunakan, bahan ini mahal, prosedur pengadaannya sulit, dan *matriksnya* terbatas. Oleh sebab itu, laboratorium perlu melaksanakan pembuatan bahan acuan baku secara mandiri. Tulisan ini bertujuan untuk menjelaskan pembuatan bahan standar internal batubara dari wilayah *konsesi PT Berau Coal* di Tambang Sambarata, Desa Tasuk, Kecamatan Gunung Tabur, Kabupaten Berau, Provinsi Kalimantan Timur. Tahapan pembuatan bahan acuan baku batubara meliputi *preparasi, homogenisasi, analisis parameter, uji statistik* dan *pengemasan sampel*. Statistik yang digunakan adalah uji *F/anova single factor/homogen sampel, uji Dixon* dan *Z-Score* untuk mengukur kehandalan data. Sampel batubara dianalisis di tujuh laboratorium batubara terakreditasi di Indonesia. Metode analisis kimia dan fisik menggunakan *American Standar Testing and Material (ASTM)*, dan *BSI British Standards*. Bahan acuan baku untuk analisis batubara yang dibuat secara mandiri mempunyai komposisi kadar abu $1,36 \pm 0,23\%$, kadar zat terbang $45,03 \pm 1,29\%$, sulfur total $0,14 \pm 0,07\%$, nilai kalori $7.310 \pm 67\text{kal/gr}$, dan *specific gravity* $1,30 \pm 0,06$.

Kata kunci: analisis batubara, bahan acuan baku, Kabupaten Berau, PT Berau Coal

ABSTRACT

A requirement in the ISO 17025-2017 quality control systems is the adaptation of standard reference materials to ensure measurement accuracy and validation. However, standard reference material is expensive with difficult procurement procedures and limited matrices. Therefore, it is necessary for laboratories to produce their own standard reference materials. This study aims to explain the production of internal standard materials of coal from PT Berau Coal concession area at Sambarata mining site, Tasuk Village, Gunung Tabur District, Berau Regency, East Kalimantan Province. The production stages of standard reference materials involve preparation, homogenization, parameter analysis, statistical tests, and sample packaging. The statistical calculations were performed using the F-test/ANOVA single factor/homogeneous sample, Dixon test and Z-Score. Coal samples were also analyzed at seven accredited coal laboratories in Indonesia. The chemical and physical analysis methods used American Standard Testing and Materials (ASTM) and BSI British Standards. The produced in-house standard reference material indicates ash content of $1.36 \pm 0.23\%$, volatile matter of $45.03 \pm 1.29\%$, total sulfur of $0.14 \pm 0.07\%$, calorific value of $7,310 \pm 67\text{kal/gr}$, and specific gravity of 1.30 ± 0.06

Keywords: Berau Regency, coal analysis, PT Berau Coal, standard reference materials

PENDAHULUAN

Batubara merupakan batuan sedimen yang merupakan campuran antara senyawa

organik dan anorganik dan berasal dari penguraian sisa berbagai tumbuhan. Pembentukan batubara merupakan hasil akhir akumulasi organisme, erosi,

pengendapan sedimen, dan pergerakan kerak bumi (Anshariah dkk., 2022). Pada umumnya, batubara ditemukan dalam endapan lapisan yang disertai dengan serpih, batupasir, batugamping, dan produk endapan lainnya. Klasifikasi batubara berdasarkan peringkat/*rank* yaitu gambut, *lignite*, *sub-bituminous*, *bituminous*, semi *antrasite*, dan *antrasite*. Peringkat batubara ditentukan oleh kandungan nilai kalor, *volatile matter*, abu dan air. Nilai ini harus akurat dengan menggunakan bahan acuan baku.

Sistem pengendalian mutu (*quality control*) merupakan proses mengukur performa laboratorium dan membandingkan dengan standar yang berlaku, kemudian menindak lanjuti jika ada perbedaan dengan standar tersebut. Sistem ini penting bagi laboratorium karena menentukan kualitas data dari penerimaan sampel hingga pelaporan hasil, sehingga memenuhi kepuasan konsumen. Salah satu dari sistem *quality control* adalah penggunaan bahan acuan baku (*Standard Reference Material/SRM*), yaitu material dengan matriks yang sama dengan sampel yang akan dianalisis, tetapi diketahui nilai parameter uji (Pusat Sumber Daya Geologi, 2010; Irzon, 2018; Soto dkk., 2020).

Sesuai dengan *ISO/IEC 17025:2017* bahwa setiap laboratorium terakreditasi diwajibkan mempunyai bahan acuan baku dalam rangka menjamin standar mutu hasil analisis. Dimana data analisis, akan melengkapi data sumber daya dan cadangan batubara. Pada umumnya *SRM* yang digunakan dilaboratorium dapat diperoleh dari lembaga tertentu yang disebut dengan *CRM* atau *Certified Reference Material*, berisi material dengan dilengkapi sertifikat berisi nilai komposisi atau parameter uji dari material. *CRM* batubara biasanya diperoleh dari beberapa penyedia *CRM*, tetapi harganya relatif mahal dan membutuhkan waktu yang cukup lama dalam pemesanannya (Irzon dkk., 2022). Selain *CRM*, bisa juga digunakan material hasil uji profisiensi sebagai bahan acuan baku, tetapi material tersebut tidak memiliki sertifikat resmi.

Selain itu tidak semua material uji *profisiensi* juga dapat dijadikan bahan acuan baku karena dilihat dari komposisinya banyak material yang tidak stabil. Pembuatan bahan acuan baku secara mandiri (*In-House Standard*) merupakan salah satu upaya dalam penyediaan bahan acuan baku. Kegiatan ini menjelaskan proses pembuatan bahan acuan baku/*SRM* batubara daerah berau, Kalimantan Timur, *SRM* ini dapat digunakan asal memenuhi beberapa persyaratan, diantaranya stabil untuk periode waktu tertentu, homogen preparasinya, kandungan air, abu rendah, kalori tinggi, memenuhi syarat statistik dalam pengolahan datanya, dan tersedia dalam kuantitas yang mencukupi (Aziz dkk., 2020).

Pemercontaan di dalam kegiatan pembuatan bahan acuan baku untuk analisis batubara ini merupakan tahapan penting, karena menentukan sasaran kualitas batubara yang diharapkan. Dalam proses pembuatannya diperlukan kualitas batubara yang relatif stabil yang dilihat dari nilai *moisture* yang rendah, sehingga batubara yang diambil dari jenis batubara *sub-bituminous* dan *bituminous* dengan nilai kalori cukup tinggi. Berdasarkan hal tersebut, maka sampel batubara diambil dari lokasi pertambangan batubara daerah konsesi PT Berau Coal, dengan metode *acak*, yang terletak di Kabupaten Berau, Provinsi Kalimantan Timur. Analisis kimia dan fisik menggunakan *American Standar Testing and Material (ASTM)*, dan *BSI British Standards*. Tulisan ini bertujuan untuk menjelaskan pembuatan bahan standar internal batubara dari wilayah konsesi PT Berau Coal di Tambang Sambarata, Desa Tasuk, Kecamatan Gunung Tabur, Kabupaten Berau, Provinsi Kalimantan Timur.

METODOLOGI

Kegiatan pembuatan bahan acuan baku untuk analisis batubara meliputi kegiatan pengambilan sampel di lapangan (*pemercontaan*), preparasi, homogenitas, analisis sampel di tujuh laboratorium terakreditasi batubara yang berbeda,

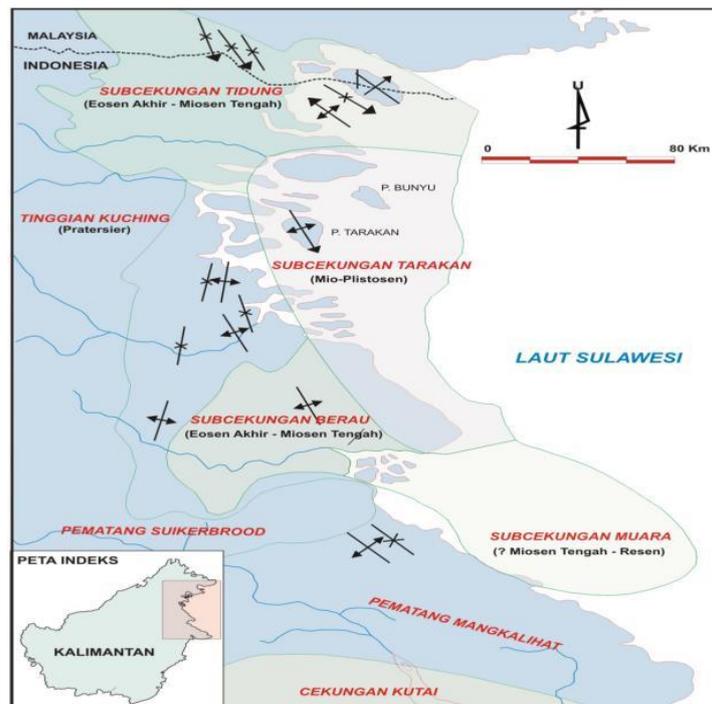
pengolahan dan analisis data, sertifikasi sertifikasi hasil analisis, serta pengemasan bahan acuan baku.

Pengambilan Sampel

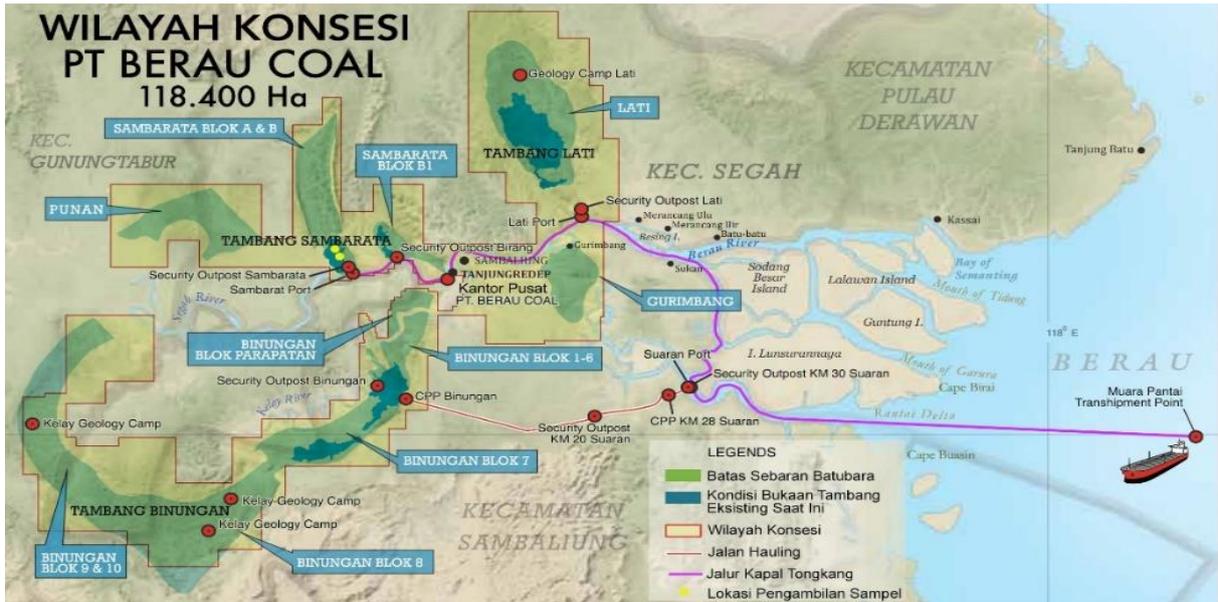
Pengambilan sampel batubara dilakukan secara acak (Pulungan dkk.,2020). Kegiatan tersebut dilakukan di Kabupaten Berau, Provinsi Kalimantan Timur, daerah ini merupakan salah satu kabupaten di Provinsi Kalimantan Timur dengan ibukota di Tanjung Redeb, secara geografis terletak antara 116° BT - 119° BT dan antara 1° LU- 2° 33" LU. (Yosep dkk., 2014). Daerah ini berbatasan dengan Kabupaten Bulungan di sebelah utara, Laut Sulawesi di sebelah timur, Kabupaten Kutai Timur di sebelah selatan, Kabupaten Malinau, Kutai Barat, dan Kutai Kartanegara di sebelah barat. Luas wilayah daerah ini sekitar 34.127 km². Daerah tersebut termasuk pada subcekungan Berau yang merupakan bagian dari Cekungan Tarakan. Pembagian menjadi sub-cekungan ini didasarkan keadaan geologi dan sedimentasi pada saat batuan sedimen tersebut diendapkan. Selain sudah terbukti penghasil hidrokarbon, termasuk *coal bed methane*, sub-cekungan

Berau juga mempunyai beberapa satuan batuan yang mengandung lapisan batubara, salah satunya adalah *Formasi Lati*, khususnya bagian atas yang terendapkan di sungai hingga dataran delta dengan umur antara *Eosen Akhir* sampai *Miosen Tengah* (Maryanto, S., 2011), yang dapat dilihat pada Gambar 1 berikut ini.

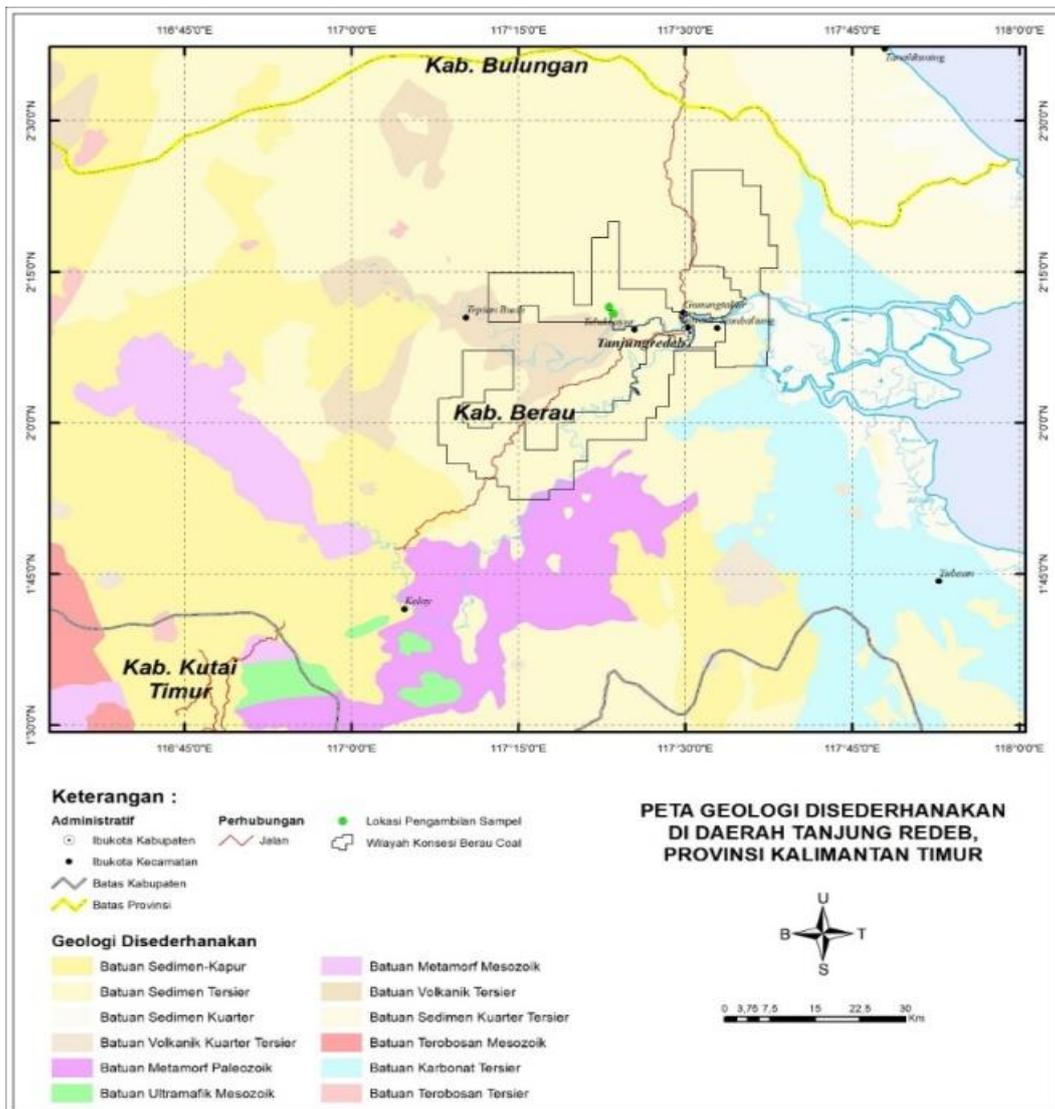
Lokasi pemercontaan batubara dilakukan di wilayah konsesi PT Berau Coal yaitu daerah Tambang Sambarata, Desa Tasuk, Kecamatan Gunung Tabur, Kabupaten Berau, Provinsi Kalimantan Timur, lokasi 1 dengan koordinat 2° 10' 50,9" N - 117° 23' 31,9" E dan lokasi 2 dengan koordinat 2° 11' 28,8" N - 117° 23' 11,2" E. Lokasi Tambang Sambarata merupakan salah satu tambang dari konsesi PT Berau Coal (Gambar 2). Secara umum daerah penelitian didominasi oleh batuan pembawa batubara berumur Tersier, formasi batuannya Lati dan Labanan (Gambar 3). Tambang Sambarata dipilih menjadi lokasi pengambilan sampel dengan pertimbangan batubara di daerah tersebut mempunyai nilai kalori antara 6.000 kal/gr sampai dengan 7.000 kal/gr, sampel batubara yang diambil sekitar 15kg sampai dengan 20 kg.



Gambar 1. Peta Wilayah Cekungan Tarakan yang terbagi menjadi empat sub-cekungan, yaitu Tidung, Tarakan, Berau dan Muara (Tossin, S. dan Kadir, R., 1996 dalam Maryanto, S., 2011)



Gambar 2. Lokasi pengambilan sampel batubara di Tambang Samarata (PT Berau Coal, 2023)



Gambar 3. Peta Geologi Disederhanakan (PSDMBP, 2023)

Preparasi dan Homogenitas Sampel

Diagram alir pengolahan sampel dapat dilihat pada Gambar 4. Sampel yang diambil dilapangan dimasukkan dalam kantong untuk mencegah kehilangan air permukaan/*free moisture*. Sampel kemudian dipreparasi dengan metoda ASTM D 2013-03. Setelah itu dikirim ke beberapa laboratorium terakreditasi untuk dilakukan analisis kimia dan fisik. Setelah sampel batubara dipreparasi, kemudian dicampur selama 80 jam untuk masing masing sampel, sehingga diperoleh sampel yang homogen. Kemudian diambil 10 bagian secara *acak* dan dimasukkan kedalam botol seperti dijelaskan oleh Irzon dan Kurnia (2013). Dari setiap botol dilakukan analisis proksimat/ kadar abu secara duplo, selanjutnya data diolah secara statistik dengan metode *anova single factor* atau menggunakan uji F untuk uji homogenisasi sampel (Tunning dkk., 2012; Liu C dkk., 2018).

Dengan :

- MSB* : Mean square between
- MSW* : Mean Square Within
- a_1 : hasil analisis pertama
- b_i : Hasil analisis kedua
- n : jumlah sampel yang dianalisis.

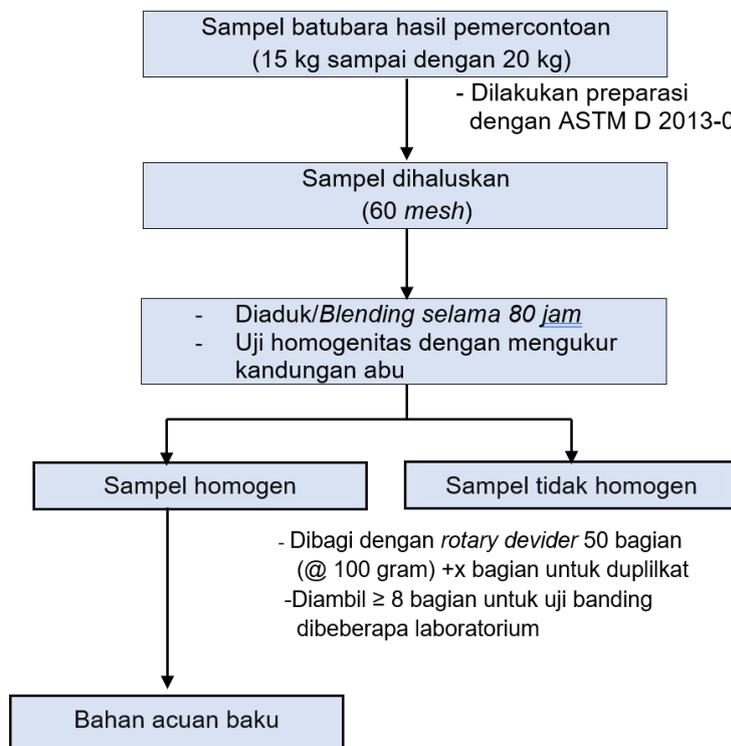
Sedangkan untuk nilai F dihitung dari:

$$F_{hit} = \frac{MSB}{MSW}$$

Sampel dinyatakan homogen jika $F_{hit} < F_{tabel}$ (db_1, db_2, α), jika dalam pengolahan data, sampel teridentifikasi tidak homogen, maka sampel batubara tersebut dicampur kembali sampai diperoleh sampel yang homogen. Sampel batubara yang sudah homogen, kemudian dilakukan analisis sifat fisik dan kimia. Metode analisis yang digunakan mengacu pada *ASTM D 7582-15*, untuk analisis, *moisture, Volatile*, abu, dan *fixed carbon*, *ASTM D 5865 -19*, nilai kalor, *ASTM D 4239-18*, untuk nilai sulfur total dan *AS 1038.21.1.1 - 2008*, untuk nilai *specific gravity*. Analisis juga dilakukan di tujuh laboratorium yang berbeda untuk memenuhi syarat pengolahan data secara statistik

$$MSB = \frac{\sum [a_i + b_i - \bar{X}_{a_i+b_i}]^2}{2(n-1)}$$

$$MSW = \frac{\sum [a_i - b_i - \bar{X}_{a_i-b_i}]^2}{2n}$$



Gambar 4. Bagan alir preparasi dan uji homogenitas sampel

Pengolahan dan Analisis Data

Data hasil analisis kimia dari laboratorium kemudian diolah secara statistik untuk mendapatkan nilai rata-rata, simpangan deviasi, dan presisi internal laboratorium. Dari nilai rata-rata setiap parameter, yang digabungkan dengan hasil dari tujuh laboratorium lainnya. Metoda analisis data yang digunakan meliputi metoda Uji Dixon, nilai parameter uji (*Assign Value*) dan *range value* (+/-) dan *Z-Score* (Komite Akreditasi Nasional, 2004; Kartika, 2006; Elishian, 2014).

Uji Dixon dilakukan untuk menseleksi data yang menyimpang atau tidak homogen, metode Dixon dilakukan dengan cara mengurutkan data hasil uji mulai data yang paling kecil, kemudian data akan dibuang sesuai tabel (Zmuk B, 2017; Promtep dkk., 2022). Setelah dilakukan uji Dixon, maka data yang tidak homogen “sesuai kriteria uji dixon” akan dibuang karena data ini akan mengurangi tingkat ketelitian hasil analisis statistik (Aslam M, 2020). Data yang lolos uji dixon akan diolah dengan analisis statistik untuk menentukan nilai parameter uji (*assigned value*). Metode analisis statistik yang digunakan dalam pembuatan bahan acuan baku untuk beberapa parameter batubara mengacu pada *ISO 13283 (Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons)*, dan detail perhitungan analisis statistik diambil dari *ISO 13528, Annex C Algorithm A*.

Sesuai dengan *ISO 13528*, nilai rata-rata sama dengan nilai rata-rata *robust*, dan standard deviasi sama dengan standard deviasi *robust*. Nilai parameter uji/*Assign Value* diperoleh secara konsensus untuk tingkat kepercayaan 95% adalah:

$$\bar{x} \text{ robust} \pm 1.96 \text{ sd robust}$$

Untuk mengetahui tingkat kehandalan atau kinerja laboratorium peserta, dapat digunakan *Z-Score* sebagai parameter acuan, yang merupakan nilai standar dan menggambarkan seberapa jauh perbedaan hasil pengujian laboratorium peserta terhadap nilai konsensus. *Z-Score*

untuk tiap hasil laboratorium peserta dapat dihitung dengan formula berikut:

$$\text{Robust z-score} = \frac{x_i - x^*}{s^*}$$

Dengan: x_i = Nilai rata-rata dari laboratorium pengujian
 x^* = *robust mean*
 s^* = *simpangan deviasi robust*.

Nilai *Z* dapat dikelompokkan kedalam tiga kategori. Jika $|Z| > 3$ maka laboratorium tersebut termasuk dalam kategori *outlier*. Jika $2 < |Z| < 3$ maka laboratorium tersebut termasuk dalam kategori “diperingati”. Kemudian, jika $|Z| < 2$ maka laboratorium tersebut termasuk laboratorium yang kompeten. Nilai *Z-Score* hasil analisis statistik di atas di *plot* dalam kurva *Z-Score* untuk mempermudah identifikasi tingkat kehandalan masing-masing laboratorium pengujian. Setelah pengolahan data secara statistik dilakukan dengan sempurna, maka sertifikasi terhadap parameter uji dapat dilakukan. Sertifikat tersebut berisi informasi tentang *Assign Value* dengan tingkat kepercayaan 95% untuk setiap parameter uji (nilai kalori, proksimat, *specific gravity* dan total sulfur). Sampel bahan acuan baku untuk analisis batubara dengan parameter uji yang sudah diketahui, kemudian dikemas dan disimpan dalam botol kedap udara. Kemasan dilengkapi dengan label yang menerangkan kode sampel bahan acuan baku (*SRM*) serta instansi pembuatnya (*DAC-G3-03*; Kartika, 2006; Elishian, 2014).

Presisi dan Akurasi

Parameter yang diperlukan untuk memperoleh validitas data hasil uji untuk sampel batubara hanya validitas alat, karena metode analisis sudah valid/*ASTM*. Validasi metode uji dilakukan terhadap sampel *Certified Reference Material (CRM)*. *CRM* merupakan bahan referensi yang bersertifikat yang sifatnya homogen dan stabil yang digunakan dalam proses pengukuran. Presisi dan akurasi dilakukan dengan melakukan pengujian berulang pada sampel *CRM*, kemudian

dibandingkan dengan nilai CRM berdasarkan sertifikat (*true value*). Hasil presisi dan akurasi pada kisaran antara 90% sampai dengan 110% dan prosentase presisi lebih kecil dari 5 % (Dinarsih, D., Eddy, H.R., 2017).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Homogenitas Sampel Batubara

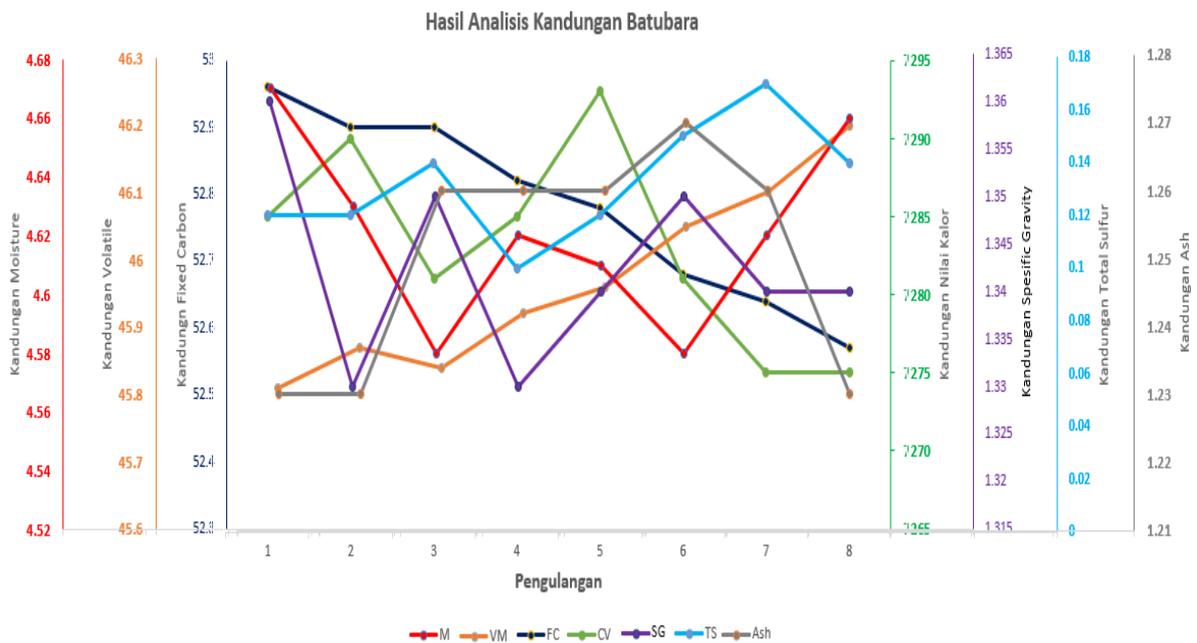
Sampel yang sudah dicampur diambil dari 10 kemasan secara *acak*, lalu dimasukkan kedalam botol kedap udara. Kemudian dilakukan uji homogenitas dengan melakukan analisis proksimat sebanyak 10 kali pengulangan secara *duplo*. Pengolahan secara statistik dilakukan dengan mengambil data kadar abu (Prasad A.D dkk.,2023). Selanjutnya menggunakan metode uji F dan di cek ulang menggunakan *anova single factor* dari program *excel*. Setelah dilakukan analisis proksimat nilai *moisture* dari sampel relatif rendah (>10%). Hasil perhitungan uji *F/Anova single factor* diperoleh bahwa F hitung = 1.481481, sedangkan F tabel

untuk $F_{(9,10,0.05)}$ adalah 3.0204. Dengan demikian, $F_{hitung} < F_{tabel}$ yang menyatakan bahwa sampel telah homogen.

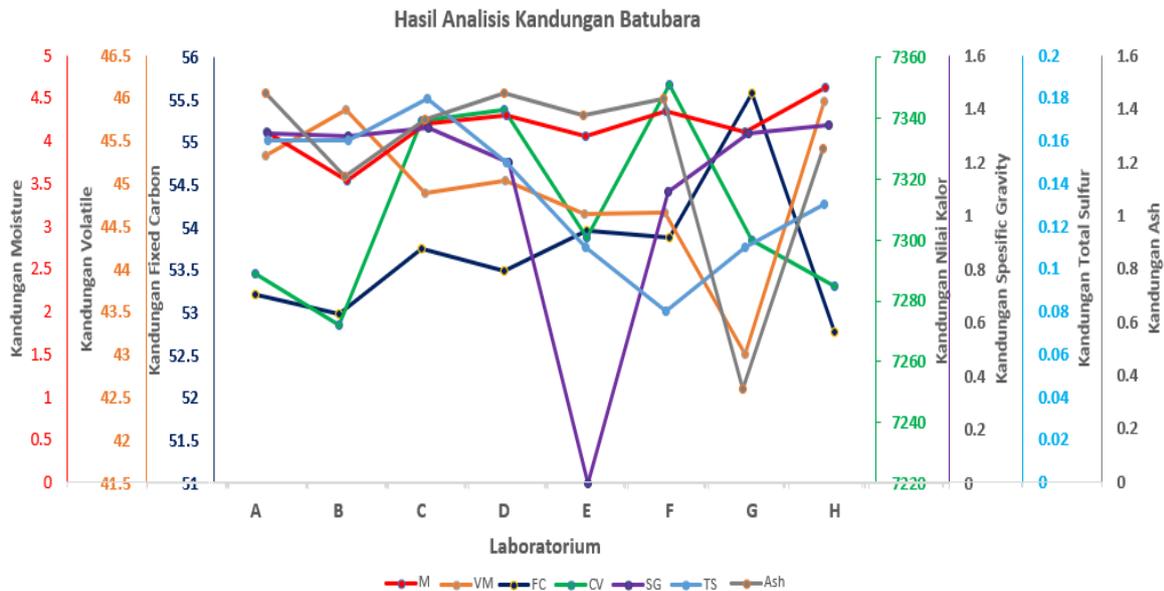
Analisis Kimia

Data analisis kimia dihitung dalam basis kering/*dry basis*, karena batubara bersifat menyerap air, sehingga kemungkinan terdapat penambahan atau pengurangan air didalam batubara itu sendiri sangat besar, dan untuk menentukan nilai/*Assign Value* tiap parameter uji tidak dipengaruhi oleh kadar air dalam batubara.

Dari hasil pengulangan yang dilakukan, dihitung nilai rata-rata internal, simpangan deviasi dan nilai presisi untuk masing masing sampel batubara (kurva. 1). Nilai rata-rata tersebut kemudian digabungkan dengan nilai dari tujuh laboratorium lain untuk perhitungan statistik. Data dari masing masing sampel batubara yang dianalisis di delapan laboratorium dapat dilihat pada kurva. 2. berikut ini.



Kurva 1. Hasil Analisis Kimia Batubara (*dry basis*) delapan kali pengulangan, M (air), Ash (abu), VM (zat terbang), FC (*fixed carbon*), TS (*total sulphur*), satuan → % CV (*calorific value*), satuan → cal/gr SG (*spesifig gravity*) → tanpa satuan



Kurva 2. Hasil Analisis Kimia Batubara (dry basis) 8 Laboratorium

Kurva 1, dilakukan dengan metode, alat, dan analyst sama sehingga hasil analisis hampir tidak ada perbedaan. Untuk kurva 2 dilakukan beberapa laboratorium sehingga hasil terjadi perbedaan yang lebih besar karena:

Moisture (air), batubara bersifat higroskopis/menarik air, hasil analisis dipengaruhi kelembapan dari ruangan masing-masing laboratorium, untuk mengatasi contoh harus di equalizer/ dikondisikan sesuai ruangan, dan harus dibiarkan beberapa jam dulu baru dianalisis, hasil analisis air akan mempengaruhi data dari parameter lainnya. Data ini tidak pernah dibandingkan karena kondisi laboratorium berbeda.

Nilai kalor(CV), alat kalorimeter ini sangat sensitif terhadap perubahan suhu ruangan, untuk mengatasinya harus ada pencatat ruangan (suhu ideal 20 -25 °C) AC harus stabil, kalibrasi dengan asam benzoat pada periodik tertentu , kemurnian gas oksigen (< 99,5 %), analisis awal (pagi) dan akhir (sore) harus dicek dengan standar.

Volatile matter (VM), ini sangat dipengaruhi oleh kemurnian gas nitrogen, sebab dalam proses analisis volatile tidak boleh batubara terbakar, gas nitrogen harus ultra pure dan tutup cawan harus rapat. Specific Gravity, terjadi perbedaan

karena pompa vakum tidak maksimum, sehingga kondisi oven tidak vakum, terlalu lama sampel diluar water bath (lebih 5 menit), untuk labor E tidak mengirim data SG karena kerusakan alat.

Abu (ash), parameter ini data analisis lebih stabil dan pengerjaan hampir tidak ada pengulangan, terjadi perbedaan karena kemurnian dari gas oksigen sehingga pembakaran tidak sempurna.

Fixed Carbon (FC), diperoleh dari perhitungan rumus: $100 - (VM + M + Ash)$, kalau ke tiga parameter beda, hasil fixed carbon pasti beda, parameter tidak pernah dibandingkan.

Prinsip, terjadi perbedaan hasil analisis karena, Metoda (BS, ASTM, AS, dan ISO), kemurnian bahan kimia dan gas, kalibrasi alat eksternal dan internal pada priode yang sudah ditetapkan, kondisi ruangan (temperatur dan kelembapan), kapasitas analyst/personil laboratorium, tersedia standar in-house atau Internasional, kolaborasi laboratorium /uji profisiensi pada periodik waktu, dan merk alat. Perbedaan hasil analisis masih ditoleransi karena berada dalam batas ditetapkan oleh metode (CV= 90 cal/gr, VM = 1,83 %, Ash = 0,31%, TS = 0,09, SG 0,25), FC tidak pernah dibandingkan, data didapat dari perhitungan.

Pengolahan dan Analisis Data

Dari delapan kali hasil pengulangan, kemudian diolah secara statistik untuk menghitung nilai rata-rata internal, simpangan deviasi dan nilai presisi untuk masing-masing sampel batubara.

Nilai rata rata diperoleh dari : $\bar{x} = \sum x_i/n$
 Simpangan deviasi diperoleh dari:

$$sd = \sqrt{\sum (\bar{x}-x_i)^2/(n-1)}$$

Presisi diperoleh dari: $P = 1.96 \times sd$ dengan tingkat kepercayaan 95%. Nilai rata rata, simpangan deviasi dan nilai presisi internal laboratorium tertera dalam Tabel 1.

Uji Statistik untuk memperoleh Assign Value, mengacu pada ISO 13283 (Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons), dan rinci perhitungan analisis statistik

diambil dari ISO 13528, Annex C Algorithm A yaitu digunakan Uji Dixon (Žmuk. B., 2017); Promtep, K., dkk., 2022), penentuan rata-rata *robust*, simpangan *deviasi* robust, dan penentuan Z-Score Konsistensi data dapat dinilai berdasarkan nilai rata-rata (*average*), dimana data awal (Xi) sampai Iterasi (pengulangan) ke-1,2,3 dan 4 nilai sama (1,36) seperti tampak pada Tabel 4. Dalam ilmu statistik jika iterasi 1 dan 2 nilai sudah sama, maka nilai iterasi 3,4 tidak perlu dihitung lagi. Penelitian ini dilakukan sampai iterasi 3 dan 4 untuk membuktikan bahwa data-data diatas sangat konsisten. Data iterasi ke - 1,2,3 dan 4, berada antara ($X^* - \delta$ dan $X^* + \delta$) dengan nilai (1,19 dan 1,56), sehingga disimpulkan bahwa pada iterasi tidak ada datan pencilan. Data Z-Score berada diantara nilai -1,96 dan + 1,96, ini berarti tidak ada data pencilan. Data awal (Xi) nilai SD lebih besar sedikit dari nilai iterasi ke 1,2,3 dan 4, sehingga data awal sedikit tidak homogen dibandingkan data iterasi ke 1,2,3 dan 4.

Tabel 1. Nilai rata-rata, Standar Deviasi dan Presisi

Parameter Uji	Rata-rata	Standard Deviasi	Presisi
Moisture	4,62	0,0327	0,06
Ash	1,25	0,0174	0,03
VM	45,97	0,1373	0,27
FC	52,78	0,1400	0,27
TS	0,13	0,0209	0,04
CV	7285	5.6854	11,14
SG	1,34	0,0094	0,02

Tabel 2. Penentuan Assigned Value dan Z-Score–Kadar Abu

Kode Lab	Laboratoium	Data		Iterasi ke 1		Iterasi ke 2		Iterasi ke 3		Iterasi ke 4		Z-Score
		xi	(xi-x*)	xi	(xi-x*) ²							
	$\delta = 1,5 S^*$			0,18		0,18		0,18		0,18		
	$X^* - \delta$			1,19		1,19		1,19		1,19		
	$X^* + \delta$			1,56		1,56		1,56		1,56		
7	G											
2	B	1,15	0,23	1,19	0,03	1,19	0,03	1,19	0,03	1,19	0,03	-1,73
8	H	1,25	0,13	1,25	0,01	1,25	0,01	1,25	0,01	1,25	0,01	-0,94
3	C	1,36	0,02	1,36	0,00	1,36	0,00	1,36	0,00	1,36	0,00	-0,04
5	E	1,38	0,00	1,38	0,00	1,38	0,00	1,38	0,00	1,38	0,00	0,11
6	F	1,44	0,07	1,44	0,01	1,44	0,01	1,44	0,01	1,44	0,01	0,66
1	A	1,46	0,08	1,46	0,01	1,46	0,01	1,46	0,01	1,46	0,01	0,80
4	D	1,46	0,09	1,46	0,01	1,46	0,01	1,46	0,01	1,46	0,01	0,83
	Average	1,36		1,36		1,36		1,36		1,36		
	SD	0,12		0,11		0,11		0,11		0,11		
	New X* ~ "median"	1,38		1,38		1,38		1,38		1,38		
	New S*	0,12		0,12		0,12		0,12		0,12		
	Assign Value							1,36 ± 0,23				

PEMBAHASAN

Setelah dilakukan analisis proksimat bahan acuan baku, diperoleh nilai *moisture* yang rendah (>10 %). Dengan nilai *moisture* yang rendah, maka batubara akan relatif stabil. Homogenitas sampel batubara memerlukan waktu yang cukup lama, yaitu sekitar 80 jam, dikarenakan kandungan batubara dalam bongkahan sangat bervariasi. Setelah dilakukan analisis statistik untuk homogenitas baik menggunakan metoda uji *F* atau *anova single factor* terhadap parameter uji kadar abu, telah memenuhi persyaratan sebagai *in-house standard* batubara, karena *F* hitung < *F* tabel.

Dari hasil perhitungan statistik internal, simpangan *deviasi* relatif kecil, sehingga diperoleh nilai *presisi* kecil kecuali untuk nilai kalori. Hal ini dikarenakan nilai kalori berkisar antara 6.500 kal/gr sampai dengan 7.300 kal/gr. Berdasarkan analisis uji *Dixon* di atas, hampir semua data masuk kedalam kriteria Uji *Dixon*, kecuali analisis abu ada satu data terendah dibuang, supaya data homogen, sehingga hasil analisis statistik untuk menentukan nilai parameter uji / *Assign Value* memiliki tingkat akurasi yang tinggi. Data menjadi tujuh, kemudian dilakukan perhitungan ulang, dengan menggunakan rumus *D7* hitung < *D7* tabel (0,311 < 0,569) data terendah tidak dibuang, untuk tertinggi dengan menggunakan rumus diperoleh *D7* hitung < *D7* tabel (0,09 < 0,569). Uji *Dixon* dilakukan juga untuk parameter *volatile matter*, nilai *kalor*, *spesific gravity*, dan *sulphur total*.

Setelah data dianalisis dengan metode Uji *Dixon*, nilai parameter uji/*Assign value* dapat dianalisis dengan mengacu pada *ISO 13528 (Statistical Methods for use in Proficiency Testing by Interlaboratory Comparison)* dengan menggunakan analisis statistik *robust*, sesuai dengan *ISO 13528*, nilai rata-rata sama dengan nilai rata-rata *robust*, dan standar *deviasi* sama dengan standar *deviasi robust*. Nilai parameter uji/*Assign value* diperoleh secara konsensus dengan tingkat kepercayaan 95% adalah sebagai berikut: $x_{robust} \pm 1,96 \text{ sd}_{robust}$.

Tingkat kehandalan dan kinerja laboratorium peserta (co-laboratorium) dapat diidentifikasi dengan parameter *Z-Score* yang merupakan acuan untuk mengetahui seberapa jauh simpangan hasil pengukuran terhadap nilai parameter uji/*Assign Value*. Berdasarkan analisis statistik diatas umumnya laboratorium berada dalam kategori *outlier (Z) >3*.

KESIMPULAN DAN SARAN

Bahan acuan standar internasional harganya mahal, sulit diperoleh, dan matriks beda (faktor *genesis*). Bahan ini dapat dibuat menggunakan bahan lokal, mengurangi biaya dan ketergantungan pada bahan impor. Hasil analisis kimia menunjukkan kemiripan dengan bahan komersial dan bisa jadi alternatif yang efektif dan efisien. Dalam pembuatan bahan acuan baku dilakukan serangkaian kegiatan meliputi kegiatan pengambilan sampel di lapangan (pemercontaan), preparasi, homogenitas dengan *F* hitung > *F* kritis pada uji *anova*, dilakukan dengan menggunakan data hasil analisis abu dengan pengulangan 8 kali. Perhitungan statistik untuk beberapa parameter batubara mengacu pada *ISO 13283 (Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons)*, dan detail perhitungan analisis statistik diambil dari *ISO 13528, Annex C Algorithm A*, sehingga menghasilkan *Assign dan Range Value* (\pm), dengan nilai kecil, hampir sama dengan bahan acuan baku impor. Bahan acuan baku, dapat meningkatkan kualitas hasil analisis kimia dan meminimalkan kesalahan yang terjadi selama proses analisis. Hasil analisis yang diperoleh dapat dipercaya dan digunakan sebagai dasar dalam perhitungan sumber daya dan cadangan sehingga mengurangi resiko dan meningkatkan kepastian dalam kegiatan eksploitasi. Untuk pengembangan dan penggunaan bahan ini sebagai bahan acuan baku dalam analisis kimia diperlukan penelitian lebih lanjut untuk memastikan kestabilan dan konsistensi kualitas karena batubara bersifat sangat mudah menarik air, dan perlu dilakukan kalibrasi ulang untuk peralatan laboratorium, memiliki nilai *Z-Score* lebih dari 3.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih, kepada rekan-rekan di Laboratorium PSDMBP, khususnya Laboratorium Batubara yang telah membantu dalam proses pembuatan bahan acuan baku ini, dan PT Berau Coal yang telah memfasilitasi kegiatan ini, sehingga dapat diselesaikan dengan lancar. Kepada Dewan Redaksi, penulis mengucapkan terima kasih atas masukan dan penyempurnaan makalah ini.

DAFTAR PUSTAKA

Anonim., 2004. Pedoman Perhitungan Statistik untuk Uji Profisiensi, Komite Akreditasi Nasional, Jakarta.

Anonim., 2010. Laporan Pembuatan *In – House Standard* (SRM) Batubara, Pusat Sumber Daya Geologi.

Anshariah., 2022. Karakterisasi Batubara Formasi Walanae Daerah Kaloling, Kabupaten Sinja, Provinsi Sulawesi Selatan, *Jurnal Geomine*, Volume 10, Nomor 3, Desember 2022, Hal 292-280.

Aslam, M., 2020. *On detecting outliers in complex data using Dixon’s test under neutrosophic statistics*, *Journal of King Saud University-Science* Volume 32, Issue 3, April 2020, Pages 2005-2008.

Aziz, I. A., Jalhom, M. G., Kheriallah, M. A., 2020. *Extraction of Zirconium From Iraqi Bauxite Ore*, *Engineering and Technology Journal* Vol. 38, Part A (2020), No. 10, Pages 1421-1429,.

DAC-G3-03, Issue 2, Rev 1, *Guidance for Statistical Evakuation of Interlaboratory Proficiency Testing*, Dubai Accreditation Center, Dubai.

Dedeh, D., dan Eddy, H.R., 2017. Pembuatan Bahan Acuan Baku Untuk Analisis Conto Sedimen Sungai Aktif, *Buletin Sumber Daya Geologi*, Volume 12, Nomor 3-2017.

Elishian, C., 2014. *Metode-Metode Statistik dalam Evaluasi Data Hasil Uji Profisiensi*, Pusat Penelitian LIPI, Banten.

Irzon, R., Kurnia, K., 2013. Acuan Standar Internal Geokimia dengan Matriks Stream Sediments Wilayah Soreang, Jawa Barat. *Jurnal Geologi dan Sumberdaya Mineral*, 23(1), 3-12.

Irzon, R., 2018. Pembuatan material acuan internal berupa batuan pada zona kaolinisasi dari Kokap Kulon Progo menggunakan ICP-MS. *Jurnal Standardisasi*, 19(2), 103-112.

Irzon, R., Kurnia, Didit, A., Maryanto, S., 2022. *Distinct depositional environments of two internal Reference materials with marine sediment matrix from nearby Bangka Island*, *Bulletin the Geological Society of Malaysia*, Volume 73, May 2022, pp. 181 – 189,

Kartika, S. H., 2006. Buku Materi Pokok 6 Analisis Data Statistik STA 211/III/06.

Liu, C., Ding, Z., Tian, Y., Yi, L., Huang, N., 2018. *Discussion on homogeneity assessment of Reference materials based on uncertainty comparison method*, *Accreditation and Quality Assurance (2018)* 23:103–108,

Maryanto, S., 2011. Stratigrafi dan Keterdapatan Batubara pada Formasi Lati di Daerah Berau, Kalimantan Timur. *Buletin Sumber Daya Geologi* Volume 6 Nomor 2-2011.

Pulungan, L., Arbianto, V., 2020. *Coal handling quality from pits to stockpiles to market*, *Specifications, IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering* 830 (2020) (IOP Publishing).

Pusat Sumber Daya Mineral Batubara dan Panas bumi (PSDMBP)., 2023. Peta Geologi disederhanakan, Kelompok Kerja Informasi, Bagian Umum PSDMBP, Badan Geologi.

Prasad, A. D., Rastogi, L., Verma, V. K., Kumari, V.K., Yadiapali, S., Dash, K., 2023. *Production of Bauxite Certified Reference Material (BARC-B1201) for Nine Property Values (Al₂O₃, SiO₂, TiO₂, P₂O₅, MnO, Cr₂O₃, MgO and LOI) traceable to SI Unit SI, Geostandards and Geo Analytical Research.*

- Promptep, K., Thiuthad, P., Intaramo, N., 2022. *A Comparison of Efficiency of Test Statistics for Detecting Outliers in Normal Population*, *Sains Malaysiana* 51(11) (2022): 3829-3841.
- PT Berau Coal., 2023. Peta Wilayah Konsesi PT Berau Coal. <https://www.beraucoalenergy.co.id/our-profile/operation/>
- Soto, L., Fabian, N., Garzón, D., Ahumada, D., 2020. *Development of Reference Material of Mercury in Fish: A comparison of different alternatives to homogeneity assessment (introduction)*, 17th IMEKO TC 10 and EUROLAB Virtual Conference Global Trends in Testing, Diagnostics & Inspection for 2030" October 20-22, 2020.
- Tuning, S., dan Samin, S., 2012. Uji homogenitas dan stabilitas kandidat srm natrium zirkonat dengan metode xrf, in Prosiding PPI-PDIPTN, Yogyakarta: Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan-BATAN, Hal. 176-183.
- Yosep, R., Sugiarto, W., Suhada, D. I., 2014. Karakteristik Batubara Pada Formasi Sembakung di Daerah Segah, Kabupaten Berau, Provinsi Kalimantan Timur.
- Žmuk, B., 2017. *Speeding problem detection in business surveys: benefits of statistical outlier detection methods*, *Croatian Operational Research Review* 3 CRORR 8 (2017), 33–59.

Diterima : 13 Juni 2023
Direvisi : 23 Agustus 2023
Disetujui : 31 Agustus 2023