

PENENTUAN *IN HOUSE* STANDARD LOGAM TANAH JARANG

Mutia Anggraini¹, Samin², Budi Yuli Ani¹, Kurnia Setiawan W¹

¹Pusat Teknologi Bahan Galian Nuklir – Batan, Jl. Lebak Bulus Raya 9, Pasar Jum'at, Jakarta, 12440

²Pusat Sains dan Teknologi Akselerator – Batan, Caturtunggal, Depok, Sleman, Yogyakarta, 55281
Email: mutiaa@batan.go.id

ABSTRAK

PENENTUAN *IN HOUSE* STANDARD LOGAM TANAH JARANG. BATAN melalui Pusat Teknologi Bahan Galian Nuklir (PTBGN) telah menguasai teknologi pemisahan logam tanah jarang (LTJ) dari monasit. LTJ hidroksida yang dihasilkan oleh PTBGN merupakan bahan *intermediate* yang selanjutnya akan diproses menjadi oksida LTJ ataupun unsur LTJ sesuai peruntukan penggunaannya. Banyak industri yang mengandalkan kualitas produknya pada LTJ baik industri dengan teknologi sederhana sampai teknologi tinggi. LTJ yang dihasilkan harus memiliki kualitas produk yang baik dan harus memenuhi standar produk, oleh sebab itu diperlukan sertifikat yang menyatakan bahwa produk tersebut layak digunakan sebagai bahan acuan (*In-House standard*). Penelitian ini bertujuan untuk membuat *In-House standard* LTJ dengan metode sampling, pengayakan, uji kadar air, uji homogenisasi dengan metode uji Fisher, uji stabilitas, dan penentuan nilai *in-house* berdasarkan nilai ketidakpastian pengukuran. Sampel LTJ hidroksida yang berasal dari monasit dan diproduksi di PTBGN-BATAN telah lolos uji kadar air, homogenitas, dan stabilitas sehingga sampel tersebut dapat dijadikan *in-house standard*.

Kata kunci: LTJ, *In-House Standard*, Monasit, Bahan Acuan

ABSTRACT

DETERMINATION OF *IN HOUSE* STANDARD OF RARE EARTH ELEMENTS. BATAN through Center for Nuclear Minerals Technology (PTBGN) has mastering of the rare earth elements separation technology. REE hydroxide produced by PTBGN is *intermediate materials* which will processed to be REE oxide or individual REE according to their use. Many industries are relying on the quality of their product on REE, from simple technology until high technology. The producing REE must have good quality and must meet the product standard, therefore certificates are required that the product is worthy of use as a *In-House standard*. This study aims to create *In-House standard* of REE with sampling method, sieving, water content test, homogenization test with Fisher test method, stability test, and *in-house* value determination based on uncertainty measurement value. The resulting that samples of LTJ hydroxide derived from monazite and produced in PTBGN-BATAN have passed the test of water content, homogeneity, and stability so that the sample can be made *in-house standard*.

Keywords: REE, *In-House Standard*, Monasit, Reference Materials

PENDAHULUAN

Indonesia merupakan salah satu negara yang sebagian wilayahnya termasuk dalam jalur *The Southeast Asia Tin Belt* (jalur Timah). Keterdapatannya mineral *cassiterite* (SnO₂) pembawa unsur timah cukup melimpah. Umumnya *cassiterite* berasosiasi dengan mineral-mineral yang mengandung logam tanah jarang (LTJ), seperti xenotime dan monasit. Indonesia yang memiliki potensi sumberdaya LTJ masih merintis industrialisasi LTJ melalui pengolahan mineral monasit yang merupakan tailing dari penambangan timah [1]. Selain LTJ, monasit juga mengandung unsur radioaktif.

Logam tanah jarang (LTJ) terdiri dari 15 unsur dalam grup lantanida, dan 2 unsur yang dapat dikategorikan sebagai LTJ yaitu Scandium (Sc) dan Yttrium (Y) [2]. Berdasarkan konfigurasi elektronnya, Rohr dan USGS membagi LTJ dalam 2 kelompok, yaitu *Light Rare Earth Elements* (LREE) dan *Heavy Rare Earth Elements* (HREE) [3]. Unsur-unsur lantanida memiliki kemiripan sifat kimia. seperti dimilikinya 4f orbital elektron di kulit terluar, dan reaktivitas yang tinggi. Karakteristik demikian menjadikan LTJ banyak digunakan sebagai bahan magnet, katalis, elektronik, dan optik [2].

Penelitian terdahulu di Pusat Teknologi Bahan Galian Nuklir (PTBGN) – Batan telah berhasil memisahkan unsur radioaktif dan logam tanah jarang dalam monasit melalui metode basa. Produk yang dihasilkan berupa LTJ hidroksida [4].

LTJ hidroksida merupakan bahan *intermediate* yang selanjutnya akan diproses menjadi oksida LTJ ataupun unsur LTJ sesuai peruntukan penggunaannya. Beberapa penelitian hilir yang sedang dilakukan dalam penggunaan LTJ diantaranya pembuatan magnet permanen berbasis Nd, cat anti radar berbasis La, MRI *contrast agent* berbasis Gd, dan nanomaterial LTJ [1]. Banyak industri yang mengandalkan kualitas produknya pada LTJ baik industri dengan teknologi sederhana sampai teknologi tinggi hingga futuristic (Superkonduktor). LTJ yang dihasilkan harus memiliki kualitas produk yang baik dan harus memenuhi standar produk, oleh sebab itu diperlukan sertifikat yang menyatakan bahwa produk tersebut layak digunakan sebagai bahan acuan (*Reference Material*).

Secara hierarki bahan acuan, dapat dikategorikan menjadi tingkat akurasi tertinggi, tingkat akurasi kedua dan tingkat akurasi ketiga. Tingkat akurasi tertinggi umumnya dimiliki oleh bahan acuan primer (*primary reference material*) seperti SRM (*Standard Reference Material*) dan CRM (*Certified Reference Material*). Tingkat akurasi yang kedua dimiliki oleh bahan acuan sekunder yaitu bahan yang sama dengan bahan acuan primer (komposisi matriks, kadar analit, homogenitas dan kestabilan) yang dibuat melalui kalibrasi oleh bahan acuan primer dan mampu tertelusur ke bahan acuan primer. Tingkat akurasi ketiga dimiliki oleh *working / in-house / internal reference material* yang dapat dibuat di laboratorium sendiri dengan bahan yang matriksnya bahan acuan sekunder atau bahan alami atau sintetik lainnya, nilai *reference material* ini diperoleh berdasarkan nilai konsensus dari hasil uji banding laboratorium [5].

SRM adalah bahan atau zat yang memiliki sifat-sifat tertentu yang cukup homogen dan stabil yang telah ditetapkan untuk dapat digunakan dalam pengukuran atau dalam pengujian suatu contoh. SRM yang salah satu atau lebih sifatnya sudah disertifikasi dengan prosedur metrologi yang absah, disertai sertifikat yang memuat nilai sifat, ketidakpastian, dan pernyataan ketertelusuran metrologi yang digunakan disebut CRM [6]. Salah satu upaya mewujudkan SRM yang tersertifikasi (CRM) dapat dilakukan melalui pembuatan *In-House Standard*. *In-House standard* merupakan material yang digunakan sebagai bahan acuan untuk pengukuran laboratorium secara internal [7].

SRM diperlukan untuk mengontrol kebenaran dari suatu metoda dan analisis, mengecek presisi dan akurasi, pengembangan metode analisis, pelatihan teknisi, verifikasi dan evaluasi hasil analisis yang dikeluarkan oleh laboratorium, dan sebagai sebuah sampel pembandingan bagi penilaian antar laboratorium [8].

Di Indonesia, standar produk LTJ hidroksida yang dihasilkan dari proses pengolahan monazite belum memiliki SRM. Selama ini pemenuhan kebutuhan bahan SRM dilakukan dengan cara membeli/memesan ke luar negeri dengan harga yang sangat mahal dan terkadang matriksnya tidak selalu sama dengan matriks yang dibutuhkan.

Penelitian ini bertujuan untuk membuat *In-House standard* LTJ yang dihasilkan dari proses pengolahan monasit sehingga dapat digunakan untuk memenuhi kebutuhan dalam negeri bagi laboratorium - laboratorium pengujian maupun kalibrasi.

DASAR TEORI

Pembuatan *In-House standard* LTJ melalui beberapa tahapan proses yaitu sampling, penggilingan dan pengayakan, uji kadar air, uji homogenisasi, uji stabilitas dan penentuan nilai *In-House standard* LTJ [9].

Metode pengujian homogenisasi yang digunakan adalah uji Fisher atau uji F. Uji F digunakan untuk menguji homogenitas varian dari dua kelompok data dengan menentukan harga *Mean Square Between* (MSB) dan *Mean Square Within* (MSW). Sampel dinyatakan homogen jika $F_{hitung} < F_{tabel}$. Pada kasus ini F_{tabel} menggunakan probabilitas (α)= 0.05 dan derajat kebebasan (df). Rumus mencari F_{hitung} adalah sebagai berikut [10]:

$$MSB = \frac{\sum [(a_1 + b_1) - \bar{X}_{(a_1 + b_1)}]^2}{2(n-1)} \quad (1)$$

$$MSW = \frac{\sum [(a_1 - b_1) - \bar{X}_{(a_1 - b_1)}]^2}{2n} \quad (2)$$

$$F = \frac{MSB}{MSW} \quad (3)$$

Keterangan:

MSB	=	varian terbesar
MSW	=	varian terkecil
a_1	=	data kelompok 1
b_1	=	data kelompok 2
\bar{X}	=	nilai rata-rata
n	=	jumlah data

Rumus mencari F_{tabel} adalah sebagai berikut [11]:

$$df_1 = k - 1 \quad (4)$$

$$df_2 = n - k \quad (5)$$

Keterangan:

df_1	=	derajat kebebasan 1
df_2	=	derajat kebebasan 2
k	=	jumlah variabel
n	=	jumlah data

Selain uji kadar air dan uji homogenitas, syarat fisik pada pembuatan *In-House standard* LTJ adalah uji stabilitas. Uji stabilitas bertujuan untuk mengetahui kestabilan kondisi fisik suatu sampel setelah disimpan selama 2-3 bulan. Suatu contoh dikatakan stabil jika antara data pertama dan kedua atau data pertama dan ketiga, tidak menunjukkan perbedaan yang signifikan yang ditentukan dengan persamaan [12]:

$$|\bar{X}_1 - \bar{X}_{HM}| < 0.3 nIQR \quad (6)$$

Keterangan:

\bar{X}_1	=	Rerata sampel uji ke dua
\bar{X}_{HM}	=	Rerata sampel uji homogenisasi
0.3	=	Konstanta yang ditetapkan APLAC
nIQR	=	Selisih antara kuartil 3 dan 1

Penentuan nilai *In-House standard* LTJ dilakukan dengan nilai konsensus yang ditetapkan berdasarkan nilai dari hasil uji banding antar laboratorium. Metode nilai konsensus dilakukan karena laboratorium di Pusat Teknologi Bahan Galian Nuklir belum memiliki CRM LTJ hidroksida sebagai pembandingan. Nilai konsensus diperoleh berdasarkan perhitungan rerata kadar unsur dan ketidakpastian pengukuran dengan persamaan [9]:

$$w_i = \frac{1}{\mu_i^2} \quad (7)$$

$$W_i = \frac{w_i}{\sum w_i} \quad (8)$$

$$\bar{X} = \sum W_i X_i \quad (9)$$

$$\mu(X) = \sqrt{\sum W_i^2 \mu_i^2} \quad (10)$$

Keterangan :

μ_i	=	ketidakpastian baku (pada alat)
X_i	=	kadar unsur tiap laboratorium
\bar{X}	=	rerata kadar unsur
$\mu(X)$	=	ketidakpastian pengukuran

METODOLOGI

LTJ hidroksida diproduksi melalui beberapa tahapan proses yaitu dekomposisi dengan NaOH pada suhu 140°C, pelarutan parsial dengan HCl pada suhu 80°C, pengendapan uranium dan thorium, dan pengendapan LTJ hidroksida dengan NH₄OH. Endapan LTJ dikeringkan dengan oven pada suhu 110°C [4]. LTJ hidroksida yang dihasilkan digunakan sebagai bahan baku pembuatan *In-House standard* LTJ yang selanjutnya disebut conto acuan.

Conto acuan yang telah disampling dan diayak hingga ukuran butir lolos 200 mesh kemudian dikeringkan dengan oven pada suhu 110°C untuk uji kadar air. Pengujian homogenisasi dilakukan dengan menganalisis conto acuan secara duplo. Conto acuan yang dianggap homogen kemudian dianalisis di 8 laboratorium untuk dilakukan uji banding. Laboratorium tersebut antara lain: 2 laboratorium di BATAN yaitu Pusat Teknologi Bahan Galian Nuklir (PTBGN) dan Pusat Sains dan Teknologi Nuklir Terapan (PSTNT), 3 laboratorium di ESDM yaitu Pusat Sumber daya Mineral Batu bara dan Panas Bumi, Pusat Survei Geologi, dan Tekmira serta 3 laboratorium lainnya seperti LIPI, SisLab, dan Qualis. Metode analisis yang digunakan untuk analisis LTJ adalah ICP-OES (*Inductively coupled plasma-optical emission spectrometer*) dan XRF (X-Ray fluorescence). LTJ yang diamati dalam penelitian ini terbatas pada LREE yang terdiri dari La, Ce, Pr, Nd, dan Sm, Gd, serta Dy, Tb dan Y yang merupakan HREE.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pembuatan *In-House standard* LTJ harus memenuhi beberapa kriteria atau syarat fisik. LTJ hidroksida harus lolos uji kadar air, uji homogenitas, dan uji stabilitas. Selain itu, LTJ hidroksida harus dikarakterisasi untuk mengetahui senyawa kimia yang terkandung di dalamnya.

Uji kadar air

Uji kadar air dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui kandungan air pada sampel. Sampel dengan kadar air lebih dari 1% belum layak digunakan sebagai bahan conto pembuatan *In-House standard* LTJ.

Tabel 1. Kadar Air dalam sampel LTJ hidroksida

No	Berat LTJOH (gram)	Berat air (gram)	Kadar air (%)	Rerata (%)
1	7,0310	0,0550	0,7822	
2	7,0506	0,0611	0,8665	0,8395
3	7,2196	0,0628	0,8698	

Berdasarkan Tabel 1 diperoleh kadar air LTJ hidroksida sebesar 0,8395% atau lebih kecil dari 1% sehingga sampel tersebut memenuhi salah syarat fisik sebagai bahan conto pembuatan *In-House standard* LTJ. Bahan conto yang telah lolos uji kadar air, selanjutnya dilakukan uji homogenisasi.

Uji Homogenasi

Uji homogenisasi bertujuan untuk mengetahui tingkat homogenitas suatu sampel yang akan diuji. Sampel harus memenuhi syarat homogenitas agar hasil pengukuran suatu senyawa yang terkandung pada sampel mewakili pengukuran seluruh sampel. Uji homogenitas dilakukan dengan mengambil hasil pengukuran yang mewakili senyawa makro (senyawa yang keberadaannya terbanyak) dan senyawa mikro (senyawa yang keberadaannya tersedikit). Senyawa CeO₂ merupakan senyawa makro dan Y₂O₃ merupakan senyawa mikro pada sampel LTJ hidroksida yang digunakan.

Tabel 2. Uji Homogenisasi sampel LTJ Hidroksida untuk penentuan MSB pada unsur makro

Kode Contoh	Konsentrasi CeO ₂ (%)		(ai+bi)	(ai+bi)- X _(ai+bi)	[(ai+bi)- X _(ai+bi)] ²
	a	b			
1	34.9020	34.4110	69.3130	0.4041	0.1633
2	34.1680	34.2810	68.4490	-0.4599	0.2115
3	34.9160	34.2840	69.2000	0.2911	0.0847
4	34.4110	34.6120	69.0230	0.1141	0.0130
5	34.4770	34.0780	68.5550	-0.3539	0.1252
6	34.0880	34.2440	68.3320	-0.5769	0.3328
7	34.3310	34.0640	68.3950	-0.5139	0.2641
8	34.8610	34.3100	69.1710	0.2621	0.0687
9	34.8230	34.9010	69.7240	0.8151	0.6644
10	34.6320	34.2950	68.9270	0.0181	0.0003
n =	10				
∑ =			689.089		1.9281
X _(ai+bi) =			68.9089		
2(n-1) =	18			MSB =	0.1071

Tabel 3. Uji Homogenisasi sampel LTJ Hidroksida untuk penentuan MSW pada unsur makro

Kode Contoh	Konsentrasi CeO ₂ (%)		(ai-bi)	(ai-bi)- X _(ai-bi)	[(ai-bi)- X _(ai-bi)] ²
	a	b			
1	34.9020	34.4110	0.4910	0.2781	0.0773
2	34.1680	34.2810	-0.1130	-0.3259	0.1062
3	34.9160	34.2840	0.6320	0.4191	0.1756
4	34.4110	34.6120	-0.2010	-0.4139	0.1713
5	34.4770	34.0780	0.3990	0.1861	0.0346
6	34.0880	34.2440	-0.1560	-0.3689	0.1361
7	34.3310	34.0640	0.2670	0.0541	0.0029
8	34.8610	34.3100	0.5510	0.3381	0.1143
9	34.8230	34.9010	-0.0780	-0.2909	0.0846
10	34.6320	34.2950	0.3370	0.1241	0.0154
n =	10				
∑ =			2.1290		0.9185
X _(ai-bi) =			0.2129		
2n =	20			MSW =	0.0459

Nilai F dihitung berdasarkan persamaan (3) sebagai berikut:

$$F = \frac{0,1071}{0,0459} = 2,332$$

Penentuan uji homogenisasi unsur makro berdasarkan nilai $F_{hitung} < F_{tabel}$. Nilai F_{tabel} berdasarkan Tabel 4 dengan $df_1 = 1$ dan $df_2 = 8$ berdasarkan persamaan 4 dan 5 diperoleh 5,32.

Tabel 5. Uji Homogenisasi sampel LTJ Hidroksida untuk penentuan MSB pada unsur mikro

Kode Contoh	Konsentrasi Y_2O_3 (%)		(a_i+b_i)	$(a_i+b_i)-X_{(a_i+b_i)}$	$[(a_i+b_i)-X_{(a_i+b_i)}]^2$
	a	b			
1	2.1720	2.1100	4.2820	-0.0989	0.0098
2	2.2770	2.2300	4.5070	0.1261	0.0159
3	2.1850	2.2490	4.4340	0.0531	0.0028
4	2.1950	2.2740	4.4690	0.0881	0.0078
5	2.1510	2.1580	4.3090	-0.0719	0.0052
6	2.1520	2.2080	4.3600	-0.0209	0.0004
7	2.1410	2.1660	4.3070	-0.0739	0.0055
8	2.1920	2.1680	4.3600	-0.0209	0.0004
9	2.1860	2.1740	4.3600	-0.0209	0.0004
10	2.2230	2.1980	4.4210	0.0401	0.0016
n =	10				
\bar{x} =			43.8090		0.0498
$X_{(a_i+b_i)}$ =			4.3809		
$2(n-1)$ =	18			MSB =	0.0028

Tabel 6. Uji Homogenisasi sampel LTJ Hidroksida untuk penentuan MSW pada unsur mikro

Kode Contoh	Konsentrasi Y_2O_3 (%)		(a_i-b_i)	$(a_i-b_i)-X_{(a_i-b_i)}$	$[(a_i-b_i)-X_{(a_i-b_i)}]^2$
	a	b			
1	2.1720	2.1100	0.0620	0.0681	0.0046
2	2.2770	2.2300	0.0470	0.0531	0.0028
3	2.1850	2.2490	-0.0640	-0.0579	0.0034
4	2.1950	2.2740	-0.0790	-0.0729	0.0053
5	2.1510	2.1580	-0.0070	-0.0009	0.0000
6	2.1520	2.2080	-0.0560	-0.0499	0.0025
7	2.1410	2.1660	-0.0250	-0.0189	0.0004
8	2.1920	2.1680	0.0240	0.0301	0.0009
9	2.1860	2.1740	0.0120	0.0181	0.0003
10	2.2230	2.1980	0.0250	0.0311	0.0010
n =	10				
\bar{x} =			-0.0610		0.0212
$X_{(a_i-b_i)}$ =			-0.0061		
$2n$ =	20			MSW=	0.0011

Nilai F dihitung berdasarkan persamaan (3) sebagai berikut:

$$F = \frac{0,0028}{0,0011} = 2,61$$

Penentuan uji homogenisasi unsur makro berdasarkan nilai $F_{hitung} < F_{tabel}$. Nilai F_{tabel} berdasarkan Tabel 4 dengan $df_1 = 1$ dan $df_2 = 8$ berdasarkan persamaan 4 dan 5 diperoleh 5,32.

Berdasarkan data uji homogenitas dengan parameter uji unsur major (kadar CeO_2) dan unsur minor (kadar Y_2O_3), nilai masing-masing F_{hitung} lebih kecil dari nilai F_{tabel} . Jadi dapat disimpulkan bahwa sampel LTJ hidroksida sudah homogen. LTJ hidroksida yang telah homogen kemudian dilakukan uji stabilitas.

Uji stabilitas

Uji stabilitas pada LTJ hidroksida juga mengambil senyawa CeO_2 sebagai senyawa makro dan Y_2O_3 sebagai senyawa mikro. Data hasil perhitungan uji stabilitas terhadap LTJ hidroksida dapat dilihat pada Tabel 7 dan 8.

Tabel 7. Uji Stabilitas sampel LTJ Hidroksida pada unsur makro

Kode Contoh	Konsentrasi CeO ₂ (%)		X _{HM}	Kode Contoh	Konsentrasi CeO ₂ setelah 2 bulan (%)		Xi
	a	b			a	b	
1	34.0880	34.0640	34.0760	1	34.0880	34.0640	34.0760
2	34.1680	34.0780	34.1230	3	34.3310	34.2440	34.2875
3	34.3310	34.2440	34.2875	10	34.9160	34.9010	34.9085
4	34.4110	34.2810	34.3460	n =	3		
5	34.4770	34.2840	34.3805	□ =			103.2720
6	34.6320	34.2950	34.4635			\bar{X}_i	34.4240
7	34.8230	34.3100	34.5665	median	34.555	34.2895	
8	34.8610	34.4110	34.6360	kuartil 3	34.8610	34.4110	
9	34.9020	34.6120	34.7570	kuartil 1	34.3310	34.2440	
10	34.9160	34.9010	34.9085	IQR	0.5300	0.1670	0.3485
n =	10			n(tetapan)	0.7413	nIQR	0.25834
□ =			344.5445			0.3 nIQR	0.0775
		\bar{X}_{HM}	34.4545			$ \bar{X}_i - \bar{X}_{HM} $	0.0305

Tabel 8. Uji Stabilitas sampel LTJ Hidroksida pada unsur mikro

Kode Contoh	Konsentrasi Y ₂ O ₃ (%)		X _{HM}	Kode Contoh	Konsentrasi Y ₂ O ₃ setelah 2 bulan (%)		Xi
	a	b			a	b	
1	2.1410	2.1100	2.1255	1	2.1410	2.1100	2.1255
2	2.1510	2.1580	2.1545	3	2.1520	2.1660	2.1590
3	2.1520	2.1660	2.1590	10	2.2770	2.2740	2.2755
4	2.1720	2.1680	2.1700	n =	3		
5	2.1850	2.1740	2.1795	□ =			6.5600
6	2.1860	2.1980	2.1920			\bar{X}_i	2.1867
7	2.1920	2.2080	2.2000	median	2.1855	2.186	
8	2.1950	2.2300	2.2125	kuartil 3	2.1950	2.2300	
9	2.2230	2.2490	2.2360	kuartil 1	2.1520	2.1660	
10	2.2770	2.2740	2.2755	IQR	0.0430	0.0640	0.0535
n =	10			n(tetapan)	0.7413	nIQR	0.0397
□ =			21.9045			0.3 nIQR	0.0119
		\bar{X}_{HM}	2.19045			$ \bar{X}_i - \bar{X}_{HM} $	0.0038

Berdasarkan hasil perhitungan uji stabilitas unsur makro dan mikro pada Tabel 7 dan 8 didapatkan nilai $|\bar{X}_i - \bar{X}_{HM}|$ pada masing-masing unsur lebih kecil dari nilai **0.3 nIQR**, sehingga dapat disimpulkan bahwa kondisi sampel LTJ hidroksida sudah stabil.

Penentuan Nilai In-House SRM LTJ Hidroksida

Data hasil analisis sampel LTJ hidroksida dengan metode ICP dan XRF dari 8 laboratorium uji disajikan pada Tabel 9.

Tabel 9. Hasil Analisis LTJ Hidroksida dari 8 Laboratorium Uji

No	Nama Laboratorium	Konsentrasi unsur (%)								
		Ce	La	Nd	Pr	Y	Sm	Gd	Dy	Tb
1	PTBGN (ICP)	30.27	15.54	8.79	7.48	2.00	1.98	0.93	0.4246	0.1382
2	Qualis (ICP)	33.69	15.99	11.51	7.89	2.31	2.18	1.10	0.4753	0.1672
3	PSDG (ICP)	25.57	12.85	10.12	7.87	1.44	1.40	0.87	0.4400	0.690
4	PSG (ICP)	10.04	8.99	6.17	1.65	1.14	0.96	1.14	0.2601	0.565
5	SisLaB (ICP)	29.25	14.66	9.16	6.94	1.99	1.92	1.08	0.4554	0.1483
6	LIPI (ICP)	27.07	39.90	10.73	2.69	ttd	1.99	1.28	0.4579	0.1461
7	Tekmira (XRF)	35.26	19.06	5.42	2.26	1.85	0.76	1.65	0.3400	Ttd
8	PSG (XRF)	20.28	9.29	6.75	1.52	1.47	0.89	0.82	0.1920	0.444
9	PSTNT (XRF)	39.11	17.24	9.66	ttd	ttd	2.35	ttd	ttd	ttd
10	PSTNT (AAN)	38.76	15.71	8.96	ttd	ttd	ttd	ttd	ttd	0.620

ttd = tidak terdeteksi

Penentuan nilai *In-House* SRM LTJ hidroksida diperoleh berdasarkan perhitungan rerata kadar unsur dan ketidakpastian pengukuran dengan persamaan (7), (8), (9), dan (10). Hasil perhitungan rerata kadar unsur dan ketidakpastian pengukuran untuk unsur makro dan unsur mikro disajikan pada Tabel 10 dan 11.

Tabel 10. Kadar Unsur dan Ketidakpastian Pengukuran Unsur CeO₂

Nama Lab	Xi	μi	Wi'	Wi	Wi.Xi	Wi ² μi ²
PTBGN	30.27	0.310	10.41	0.019046	0.5765	0.0000
QUALIS	33.69	0.310	10.41	0.019046	0.6417	0.0000
PSDG	25.57	0.300	11.11	0.020337	0.5200	0.0000
PSG	20.28	0.300	11.11	0.020337	0.4124	0.0000
PSG (ICP)	10.04	0.310	10.41	0.019046	0.1912	0.0000
SisLab	29.25	0.090	123.46	0.22597	6.6096	0.0004
Tekmira	35.26	0.120	69.44	0.127108	4.4818	0.0002
LIPI	27.07	0.100	100.00	0.183036	4.9548	0.0003
PSTNT (AAN)	38.76	0.100	100.00	0.183036	7.0945	0.0003
PSTNT (XRF)	39.11	0.100	100.00	0.183036	7.1585	0.0003
Jumlah			546.34			0.0018
X rerata					32.6412	
μx						0.0428

Berdasarkan perhitungan pada Tabel 10, maka kadar unsur makro (CeO₂) sebesar 32,6412 ± 0.0428 %. Dengan cara yang sama, diperoleh kadar unsur La, Pr, Nd, Sm, Gd, Dy, Tb, dan Y seperti pada Tabel 11.

Tabel 11. Rerata Kadar Unsur dan Ketidakpastian Pengukuran

No	Unsur	Kadar	Ketidakpastian
1	Ce (%)	32.6412	0.0428
2	La (%)	16.8074	0.0305
3	Nd (%)	8.5163	0.0849
4	Pr (%)	3.8646	0.0862
5	Y (%)	1.6358	0.0305
6	Sm (%)	1.5991	0.0388
7	Gd (%)	1.4204	0.0493
8	Dy (%)	0.4144	0.0286
9	Tb (%)	0.1227	0.0275

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil pengolahan data hasil analisis terhadap sampel LTJ hidroksida yang berasal dari monasit dan diproduksi di PTBGN-BATAN dapat disimpulkan bahwa sampel tersebut telah lolos uji kadar air, homogenitas, dan stabilitas sehingga dapat dijadikan *in-house standard*.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis menyampaikan terima kasih kepada PTBGN dan PSTA BATAN yang telah menyediakan bahan penelitian serta fasilitas laboratorium proses dan analisis.

REFERENSI

- Trinopiawan K, Mohammad Zaki M, June Mellawati, Budi Yuli Ani, "Pelindian Logam Tanah Jarang dari Terak Timah dengan Asam Klorida setelah Proses Fusi Alkali", *Eksplorium*, Vol 37 No 1, Hal 41-50, Jakarta (2016).
- Kim, C.J., Yoon, H.S., Chung, K.W., Lee, J.Y. "Leaching Kinetics of Lanthanum in Sulfuric Acid from Rare Earth Element (REE) Slag", *Hydrometallurgy*, Vol. 146, Hal 133-137, China (2014).
- Zepf, V, "Rare Earth Elements - A New Approach to the Nexus of Supply, Demand and Use: Exemplified along the Use of Neodymium in Permanent Magnets", *Springer-Verlag Berlin Heidelberg*, Chapter 2, Hal 1 – 34. Berlin (2013).

4. Hafni L.N, Faizal R, Sugeng W, Budi S, Arif S, Susilaningtyas."Pengolahan Monasit dari Limbah Penambangan Timah; Pemisahan Logam Tanah Jarang dari Uranium dan Thorium'. Eksplorium. Jakarta (2000).
5. Dara, Fitri, "Bahan Acuan (Reference Material) dalam Metrologi", Jakarta (2009).
6. IAEA, "Development and Use of Reference Materials and Quality Control Materials", IAEA-TECDOC-1350, Wina (2003).
7. Budhiastuty, Sri Erni., Nelly Susanna, Herry Rodiana, "Pembuatan In-House Standar Bahan Acuan Baku (Standar Reference Material) Laterit Nikel", Buletin Sumber Daya Geologi, Vol 5 No 3, Hal 141 – 156, Jakarta (2010).
8. Samin, Sajimo, Supriyanto, Isman Mulyadi T, "Pembuatan dan Sertifikasi CRM In-House Zirkonil Klorida Hasil Proses Mineral Zirkon", Prosiding Pertemuan dan Presentasi Ilmiah – Penelitian Dasar ilmu Pengetahuan dan Teknologi Nuklir, Hal 1-8. Yogyakarta (2015).
9. Susanna, T.S, Samin, Supriyanto C."Penetapan Nilai Kandidat In-House Reference Material ZrO_2 ". Jurnal Sains dan Teknologi Nuklir Indonesia. Vol 14 No 1. Jakarta (2013).
10. KAN, "Pedoman Statistik Untuk Uji Profisiensi", DP.01.34, Jakarta (2004).
11. Sukoco, Agus.,Santrianingrum S., Andik K, "Bagaimana Mencari F Tabel", Jakarta (2005).
12. Supriyanto C, Samin. "Uji Homogenitas dan Stabilitas Kandidat Bahan Standar Zirkon Klorida ($ZrOCl_2$) Hasil Olah Pasir Zirkon Kalimantan Dengan Metode F-AAS". Jurnal IPTEK Nuklir Ganendra. Vol 17 No 1. Hal 45-53. Jakarta (2014).