

UJI KOMPOSISI KANDIDAT BAHAN ACUAN STANDAR MINERAL ZIRKON BANGKA DENGAN METODE SPEKTROMETRI SERAPAN ATOM (SSA)

Supriyanto C., Samin

Pusat Sains dan Teknologi Akselerator-BATAN

Jl. Babarsari Kotrak Pos 6101 ykbb, Yogyakarta 55281

supriyantociprianus@gmail.com

ABSTRAK

UJI KOMPOSISI KANDIDAT BAHAN ACUAN STANDAR MINERAL ZIRKON BANGKA DENGAN METODE SPEKTROMETRI SERAPAN ATOM (SSA). Uji komposisi kandidat bahan acuan standar mineral zirkon yang berasal dari Bangka dengan metode SSA perlu dilakukan untuk mendukung pembuatan bahan standar pembandingan. Preparasi contoh uji dilakukan menggunakan campuran 2 ml asam nitrat pekat dan 200 μ L HF 40 % dalam bom digesti asam pada suhu 150 °C, selama 4 jam. Kalibrasi alat uji SSA dilakukan dengan menentukan kepekaan dan presisi dari alat uji, sedang validasi metode uji dilakukan dengan melakukan analisis unsur dalam CRM pasir zirkon buatan PTAPB tahun 2009 dan uji rekoveri. Diperoleh nilai akurasi dan presisi pada analisis unsur Fe, Al, Si dan Zr, dengan rentang 93,09 sampai 102,22 % dan nilai presisi dengan rentang 2,07% sampai 4,29 %, memenuhi persyaratan validasi (90 – 110 %). Demikian juga validasi unsur Ti, Cu, dan Ni dengan uji rekoveri diperoleh rentang nilai akurasi 92,08 – 97,00 % dan presisi dengan rentang 1,03 – 3,68 % memenuhi persyaratan. Diperoleh rerata kadar unsur dalam cuplikan kandidat bahan acuan standar mineral zirkon Bangka dengan hasil masing-masing Fe : 2,150 \pm 0,096 %, Cu : 26,331 \pm 0,665 ppm, Al : 1,081 \pm 0,001 %, Si : 15,64 \pm 0,261 %, Ti : 2,117 \pm 0,081 %, Zr : 25,421 \pm 0,241 % dan Ni : 72,113 \pm 2,232 ppm.

Kata kunci : uji komposisi, kandidat bahan acuan standar mineral zirkon Bangka metode SSA.

ABSTRACT

THE COMPOSITION TEST OF CANDIDATE STANDARD REFERENCE MATERIALS MINERAL ZIRKON FROM BANGKA BY ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY (AAS) METHOD. The composition test of candidate standard reference materials mineral zircon from Bangka is absolutely needed to support fabrication of standard reference materials. The preparation of sample used 2 ml nitric acid concentrated and 200 μ l of HF 40 % in acid bomb digestion at temperature of 150 °C in 4 hours. The calibration of AAS instrument were done by using determination of sensitivity and precision parameters, while the method for validation were done by analysis elements in certified reference materials (CRM) zircon sands product from PTAPB-BATAN Yogyakarta 2009 and by recovery test. The value of accuracy and precision at analysis of Fe, Al, Si and Zr elements were obtained that in the range of 93.09 until 102.22 % and 2.07% until 4.29 % respectively, these meet the requirements of validation (90-110 %). Likewise validation of Ti, Cu, and Ni elements by recovery test obtained accuracy values range from 92.08 to 97.00% and precision ranging from 1.03 to 3.68% this also meets the requirements. The mean of concentration elements in candidate of mineral zircon standard reference materials Bangka were obtained that Fe : 2.150 \pm 0.096 %, Cu : 26.331 \pm 0.665 ppm, Al : 1.081 \pm 0.001 %, Si : 15.64 \pm 0.261 %, Ti : 2.117 \pm 0.081 %, Zr : 25.421 \pm 0.241 % dan Ni : 72.113 \pm 2.232 ppm.

Keywords : Composition test, candidate of standard reference materials, mineral zircon Bangka, AAS method.

PENDAHULUAN

Bahan acuan standar (*Standard Reference Material, SRM*) didefinisikan sebagai bahan yang sifatnya cukup stabil dan homogen, yang ditetapkan dengan baik untuk digunakan dalam pengukuran atau untuk penetapan nilai suatu bahan. Sedangkan *CRM (Certified Reference Material)*

adalah *SRM* yang disertai sertifikat yang dikeluarkan oleh lembaga berwenang, dengan satu atau lebih nilai sifat dengan ketidakpastian dan keterelusuran dengan menggunakan prosedur yang valid^[1]. Bahan acuan standar pertama kali digunakan oleh Flanagan pada tahun 1986 yang bertujuan untuk mengontrol kualitas data analisis pada contoh uji mineral^[2]. Pada tahun 1901 didirikan suatu badan standar

internasional yaitu *National Bureau of Standard (NBS)* yang kemudian pada tahun 1988 berganti nama dengan *National Institute of Standards and Technology (NIST)*. Pada perkembangan selanjutnya, berdiri beberapa biro standar internasional yang memproduksi SRM/CRM seperti NIST, antara lain CCRMP (*Canadian Certified Reference Material Project*), NIM (*National Institute of Metallurgy*), dll. Namun seiring dengan berkembangnya metode analisis kimia dengan munculnya peralatan-peralatan yang semakin canggih, yang dapat meningkatkan batas deteksi, presisi dan akurasi dari pengukuran-pengukuran atau analisis sampel, perkembangan dalam pembuatan bahan acuan standar masih terus dilakukan hingga sekarang.

Saat ini di Pusat Sains dan Teknologi Akselerator (PSTA-BATAN) khususnya di Kelompok Teknik Analisis Nuklir dan Kimia, Bidang Teknologi Proses, sedang dilakukan proses pembuatan CRM Mineral Zirkon yang berasal dari Bangka. Sebagai laboratorium yang telah terakreditasi, bahan acuan standar (CRM/SRM) mineral zirkon sangat diperlukan terutama sebagai kontrol kualitas produk, validasi metode, sertifikasi produk, kalibrasi alat uji, dan pelayanan pada *customer*. Selama ini untuk memenuhi kebutuhan bahan CRM/SRM dilakukan dengan cara membeli/memesan ke luar negeri dengan harga yang sangat mahal, namun terkadang matriksnya tidak selalu sama dengan yang dibutuhkan.

Pembuatan bahan acuan standar (CRM/SRM) mineral zirkon, melibatkan berbagai metode analisis untuk memperoleh data-data kandungan unsur yang ada dalam mineral zirkon. Salah satu metode analisis yang dapat digunakan adalah metode nyala spektrometri serapan atom (SSA), dengan beberapa kelebihan antara lain mempunyai sensitifitas yang tinggi, mudah, cepat, sederhana dan cuplikan yang digunakan sedikit^[3]. Dengan demikian tujuan penelitian ini adalah diperoleh kandungan unsur mayor dan minor dalam kandidat bahan acuan standar mineral zirkon, kemudian kandungan unsur yang diperoleh tersebut dapat digunakan untuk mendukung pembuatan bahan acuan standar (CRM/SRM) mineral zirkon.

METODOLOGI PENELITIAN

Bahan

Dalam penelitian ini digunakan larutan spektrosol, besi nitrat, tembaga nitrat, dan nikel nitrat masing-masing buatan BDH, larutan titrisol titanium nitrat, aluminium nitrat, silikon nitrat dan larutan standar ZrO₂ masing-masing buatan Merck, akuades buatan Laboratorium Kimia Analitik PSTA, cuplikan kandidat bahan acuan standar mineral zirkon Bangka.

Alat

Penelitian dilakukan dengan menggunakan seperangkat alat spektrometer serapan atom tipe 50 AA buatan Agilent Technologies, Australia, teflon bom digester, tungku pemanas, peralatan dari gelas (labu takar 10 ml, gelas beker ukuran 25 ml), pipet mikro effendorf ukuran 10-100 µl, dan 250-1000 µl.

Tata kerja

Preparasi cuplikan

Cuplikan mineral zirkon ditimbang ± 0,2 g dalam teflon bomb digester, dibasahi dengan akuades, tambahkan 0,2 ml HF pekat, dan 2 ml HNO₃ pekat. Dimasukkan ke dalam tungku pemanas, dipanaskan pada suhu 150 °C selama 4 jam. Hasil pelarutan setelah dingin dituang ke dalam beker teflon dan dipanaskan di atas kompor pemanas. Ditambahkan akuades dan dipanaskan kembali di atas kompor listrik, selanjutnya dilakukan berulang-ulang. Setelah dingin hasil pelarutan dituang ke dalam labu takar 10 ml dan ditepatkan sampai batas tanda dengan penambahan akuades.

Kalibrasi alat uji

Kalibrasi alat uji dilakukan dengan cara membuat 25 ml larutan campuran yang terdiri dari Cu 100 ppm, HNO₃ 1 N, dan akuades sedemikian rupa sehingga konsentrasi Cu dalam larutan 2 ppm, dan konsentrasi HNO₃ 0,1 N. Kepekaan alat uji ditentukan dengan mengukur serapan larutan tersebut sebanyak 3 kali pengukuran, sedangkan presisi ditentukan dengan mengukur serapan larutan tersebut 6 kali pengukuran pada kondisi optimum analisis Cu. Kepekaan dan presisi alat uji ditentukan dengan menggunakan persamaan (1) dan (2)^[4].

$$S = 0,0044 (C_1 / A_1)$$

$$s = (A-B) \times 0,40$$

- C₁ = konsentrasi Cu 2 ppm,
- A₁ = nilai rata-rata serapan Cu 2 ppm
- A = nilai serapan tertinggi
- B = serapan terendah.

Selektifitas metode uji

Selektifitas metode uji diperoleh dengan cara menentukan kondisi analisis masing-masing unsur yang optimal, yaitu dengan pengamatan serapan yang optimum pada panjang gelombang maksimum masing-masing unsur pada setiap perubahan arus lampu, lebar celah, laju alir cuplikan, laju alir udara, laju alir gas asetilen, laju alir gas nitrousoksid (N₂O) dan tinggi pembakar.

Penentuan batas deteksi dan batas kuantitas unsur

Batas deteksi dan batas kuantitas unsur ditentukan dengan perhitungan secara statistik dari kurva kalibrasi masing-masing unsur. Berdasarkan kurva kalibrasi standar unsur diperoleh persamaan garis linier $y = ax + b$. Dari persamaan garis linier,

dihitung batas deteksi dan batas kuantitas menggunakan persamaan (3), (4), (5) dan (6)^[5].

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{\sum (y - \hat{y})^2}{(n - 2)}} \quad (3)$$

$$Y_{bd} = a + 3 S_{y/x} \quad (4)$$

$$X_{b,d} = \frac{Y_{bd} - b}{a} \quad (5)$$

Batas kuantitas unsur ditentukan dengan cara yang sama pada batas deteksi unsur dengan perbedaan pada harga respon batas deteksi (Y_{bd}) yang ditentukan dengan persamaan (6).

$$Y_{bd} = a + 10 S_{y/x} \quad (6)$$

$S_{y/x}$ = standar deviasi

Y_{bd} = harga respon batas deteksi

$X_{b,d}$ = harga batas deteksi

Penentuan daerah kerja

Penentuan daerah kerja unsur Cu dilakukan dengan membuat satu deret larutan standar Cu konsentrasi 0, 0,1; 0,2; 0,3; 0,7; 0,9; 2; 4; 6; 8; 10; 15; 20; 30 ppm. Masing-masing deret larutan standar diukur serapannya pada kondisi optimum, kemudian daerah kerja ditentukan berdasarkan hasil perhitungan % *relative concentration equivalent* (% RCE) yaitu daerah konsentrasi yang memenuhi persyaratan (harga % RCE < 1 %) dengan persamaan (7) berikut^[4]:

$$\%RCE = \frac{(C_2 - C_1)}{(A_2 - A_1)} \times \frac{(SA)}{(C_2)} \times 100 \quad (7)$$

C_1 = konsentrasi larutan standar terdekat yang lebih rendah (A_1 serapan).

C_2 = konsentrasi larutan standar terdekat yang lebih tinggi, (A_2 serapan).

SA = simpangan baku untuk A_2

Penentuan daerah kerja unsur yang lain dilakukan dengan cara kerja yang sama seperti pada unsur Cu dengan perbedaan variasi konsentrasi masing-masing unsur.

Akurasi dan presisi metode uji.

Akurasi dan presisi pada analisis unsur dengan metode SSA ditentukan dengan analisis CRM pasir zirkon buatan PTAPB tahun 2009 dan dengan uji rekoveri. Kadar hasil analisis dengan metode SSA dibandingkan dengan kadar yang ada dalam sertifikat dan dihitung nilai akurasi dan presisi menggunakan persamaan (8) dan (9)^[6]

$$Akurasi = \left[100 - \frac{(K_s - KHA)}{KHA} \times 100\% \right] \quad (8)$$

$$Presisi = \left\{ 100 - \left(\frac{SD}{KHA} \times 100\% \right) \right\} \quad (9)$$

K_s = Kadar dalam sertifikat

K_{HA} = Kadar hasil analisis

SD = Standar deviasi

Analisis kadar unsur dalam cuplikan.

Dibuat 5 buah larutan campuran yang terdiri dari Fe 100 ppm, HNO_3 1 N dan akuabides sedemikian rupa sehingga konsentrasi HNO_3 dalam masing-masing larutan campuran tetap 0,1 N, sedangkan konsentrasi Fe dalam larutan campuran bervariasi 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 ppm. Masing-masing larutan campuran dan contoh uji diukur serapannya pada kondisi analisis yang optimum, kemudian dibuat kurva antara konsentrasi Fe lawan serapan dari masing-masing unsur. Kadar unsur dihitung dengan menggunakan persamaan (10)^[7].

$$Kadar = \frac{C_{reg} \times P \times V}{G} \quad (10)$$

C_{reg} = konsentrasi regresi unsur

P = faktor pemekatan

V = Volume pelarutan

G = berat cuplikan

Kadar unsur yang lain dikerjakan dengan cara kerja yang sama sesuai dengan linieritas masing-masing unsur.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Tabel 1. Kalibrasi alat uji SSA

No.	Parameter	Cu 2 ppm	ASTM ⁽⁸⁾
1.	Kepekaan (ppm)	0,027	0,040
2.	Presisi (%)	0,65	1,0

Salah satu parameter yang diperlukan untuk memperoleh validitas data hasil uji adalah kalibrasi alat uji SSA yang digunakan. Kalibrasi alat uji berupa kepekaan dan presisi alat uji ditentukan menggunakan persamaan (1) dan (2), seperti disajikan pada Tabel 1. Berdasarkan perhitungan nilai kepekaan dan presisi yang diperoleh, dapat dikatakan bahwa alat uji SSA adalah layak digunakan sebagai alat uji dengan perolehan nilai kepekaan dan presisi yang berada dibawah batas yang dipersyaratkan.

Parameter lain yang berpengaruh adalah selektifitas metode uji yaitu kemampuan untuk mengukur analit atau unsur yang dituju secara tepat dan spesifik dengan adanya komponen-komponen lain sebagai matriks. Parameter selektifitas diperoleh dengan cara menentukan kondisi analisis masing-masing unsur yang optimal, meliputi panjang gelombang maksimum masing-masing unsur pada setiap perubahan arus lampu, lebar celah, laju alir cuplikan, laju alir udara, laju alir asetilen, laju alir nitrous oksid dan tinggi pembakar. Data parameter untuk memperoleh selektifitas pada analisis unsur disajikan pada Tabel 2.

Tabel 2. Parameter selektifitas analisis unsur Fe, Cu, Al, Si, Ti, Zr, dan Ni

Parameter	Unsur						
	Fe	Cu	Al	Si	Ti	Zr	Ni
Panjang gelombang, nm	248,3	324,8	309,3	251,6	364,3	360,1	232,0
Lebar celah, nm	0,2	0,5	0,5	0,2	0,5	0,5	0,2
Arus lampu, mA	5	5	10	10	10	10	4
Laju cuplikan, ml/mnt.	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5
Laju alir udara l/menit	13,5	13,5	-	-	-	-	13,5
Laju alir asetilen l/menit	2,47	2,50	5,8	5,5	5,0	5,0	1,75
Laju alir N ₂ O l/menit	-	-	6,0	5,0	5,0	5,5	-
Tinggi pembakar, mm	14	13	6	7	7	10	14

Tabel 3. Contoh perhitungan % RCE unsur Cu

Kons. Cu	A1	A2	A3	A4	A5	A6	Rerata	SA	%RCE
0	0,001	-0,001	-0,002	0,001	0,002	0,001	0,0002	0,0015	
0,1	0,015	0,016	0,015	0,018	0,015	0,019	0,0163	0,0016	9,909
0,2	0,037	0,037	0,037	0,037	0,037	0,038	0,0371	0,0004	0,894
0,3	0,064	0,063	0,062	0,062	0,062	0,063	0,0626	0,0007	0,974
0,7	0,16	0,161	0,165	0,163	0,164	0,163	0,1626	0,0017	0,971
0,9	0,225	0,224	0,225	0,226	0,225	0,224	0,2248	0,0007	0,246
2	0,461	0,465	0,463	0,462	0,461	0,464	0,4626	0,0015	0,345
4	0,898	0,89	0,895	0,894	0,894	0,897	0,8946	0,0026	0,296
6	1,297	1,295	1,296	1,296	1,297	1,298	1,2965	0,0009	0,079
8	1,663	1,664	1,658	1,658	1,667	1,666	1,6626	0,0035	0,242
10	1,997	1,967	1,922	1,957	1,985	1,976	1,9673	0,0239	1,569
15	2,656	2,615	2,677	2,659	2,632	2,666	2,6508	0,0210	1,024
20	3,107	3,119	3,213	3,209	3,11	3,324	3,1803	0,0781	3,688
30	3,496	3,478	3,488	3,413	3,429	3,334	3,4396	0,0562	7,227

Tabel 4. Perhitungan batas deteksi unsur Cu.

X (ppm)	Y (Serapan)	\hat{Y}	$(Y-\hat{Y})^2$	$S_{v/x}$	Y_{bd}	X_{bd} (ppm)
0,20	0,049	0,0488	$4,0 \times 10^{-8}$			
0,40	0,094	0,0940	0			
0,60	0,104	0,1392	$6,4 \times 10^{-7}$	$1,673 \times 10^{-3}$	0,0086	0,022
0,80	0,182	0,1844	$5,76 \times 10^{-6}$			
1,00	0,231	0,2296	$1,96 \times 10^{-6}$			
$\sum (Y-\hat{Y})^2 = 8,4 \times 10^{-6}$						

Daerah kerja optimum didefinisikan sebagai daerah konsentrasi terendah dan tertinggi dimana metode uji menunjukkan linieritas yang memenuhi persyaratan. Penentuan daerah kerja linier masing-masing unsur dilakukan dengan perhitungan % *relative concentration equivalent* (% RCE) yaitu daerah konsentrasi yang mempunyai harga % RCE < 1. Harga % RCE dihitung menggunakan persamaan (7), contoh perhitungan % RCE unsur Cu disajikan pada Tabel 3. Berdasarkan pada Tabel 3, diperoleh nilai % RCE unsur Cu dari berbagai variasi konsentrasi Cu dengan perolehan nilai % RCE < 1 adalah pada konsentrasi Cu dengan kisaran 0,2 – 8 ppm. Daerah kerja unsur yang lain ditentukan dengan

perhitungan yang sama pada unsur Cu, seperti disajikan pada Tabel 5.

Batas deteksi unsur didefinisikan sebagai konsentrasi analit terendah yang masih dapat dideteksi, sedangkan batas kuantitas atau batas pelaporan adalah konsentrasi analit terendah yang dapat ditentukan dengan tingkat presisi dan akurasi yang dapat diterima pada kondisi pengujian yang disepakati. Batas deteksi dan batas kuantitas ditentukan dengan perhitungan secara statistik dari kurva kalibrasi masing-masing unsur. Pada Tabel 4 disajikan contoh perhitungan batas deteksi dan batas kuantitas unsur Cu dengan persamaan garis linier yang diperoleh adalah $Y = 0,226 X + 0,0036$, dan

harga $a = 0,226$, $b = 0,0036$, harga regresi $r = 0,9995$.

Berdasarkan perhitungan batas deteksi unsur menggunakan persamaan (3), (4), dan (5), diperoleh harga batas deteksi (X_{bd}) unsur Cu = 0,022 ppm. Batas kuantitas Cu ditentukan dengan menggunakan persamaan (6) diperoleh harga batas kuantitas unsur Cu = 0,945 ppm. Perhitungan batas deteksi dan batas kuantitas unsur yang lain dilakukan dengan cara yang sama dengan perhitungan Cu, seperti disajikan pada Tabel 5.

Tabel 5. Daerah kerja , batas deteksi dan batas kuantitas unsur

Unsur	Daerah kerja (ppm)	Batas deteksi (ppm)	Batas kuantitas (ppm)
Fe	0,5 – 2,5	0,07	0,18
Cu	0,1 – 0,5	0,02	0,08
Al	10 – 50	3,84	5,12
Si	5 - 25	0,51	1,03
Ti	25 - 200	6,81	16,59
Zr	50 - 250	16,16	23,58
Ni	0,5 – 2,5	0,12	0,39

Pada Tabel 5, disajikan daerah kerja optimum unsur Fe, Cu, Al, Si, Ti, Zr, dan Ni, batas deteksi unsur dan batas kuantitas unsur. Daerah kerja optimum unsur diperoleh berdasarkan perolehan nilai % *RCE* masing-masing unsur dengan nilai < 1 %. Sedangkan batas deteksi masing-masing unsur diperoleh berdasarkan

perhitungan secara statistik dari kurva kalibrasi masing-masing unsur.

Berdasarkan pada Tabel 5 menunjukkan bahwa batas deteksi dan batas kuantitas masing-masing unsur adalah berbeda-beda satu dengan yang lainnya. Batas deteksi unsur dan batas kuantitas dari ke 7 unsur yang terendah adalah unsur Cu, sedangkan batas deteksi dan batas kuantitas tertinggi adalah unsur Zr. Hal ini dapat diartikan bahwa kepekaan masing-masing unsur berbeda. Perbedaan kepekaan disebabkan banyak faktor antara lain berkaitan dengan potensial ionisasi unsur. Semakin rendah potensial ionisasi unsur akan semakin mudah terjadinya ionisasi yang tidak diharapkan dalam SSA.

Parameter yang lain untuk memperoleh validitas data hasil uji adalah akurasi dan presisi. Akurasi merupakan ketelitian metode uji atau kedekatan antar nilai terukur dengan nilai yang diterima, sedangkan presisi menunjukkan kesesuaian antara beberapa pengulangan yang diukur dengan cara yang sama dan biasanya dinyatakan dalam bentuk nilai *relative standard deviation* (RSD). Nilai akurasi dan presisi ditentukan dengan melakukan analisis CRM pasir zirkon buatan PTAPB tahun 2009. Kadar unsur hasil analisis dengan metode SSA dibandingkan dengan kadar unsur yang ada dalam sertifikat dan dihitung nilai akurasi dan presisi menggunakan persamaan (8) dan (9), seperti disajikan pada Tabel 6.

Tabel 6. Validasi metode SSA dengan CRM pasir zirkon

CRM	Unsur	Hasil Analisis (%)	Kadar unsur Sertifikat ^[9]	Akurasi (%)	Presisi (%)
Pasir Zirkon	Fe	0,489 ± 0,021	0,5215	93,77	4,29
	Cu	14,21 ± 0,52 ^{*)}	-	-	3,66
	Al	0,345 ± 0,012	0,3474	99,31	3,48
	Si	16,951 ± 0,44	18,2085	93,09	2,59
	Ti	2,237 ± 0,054	2,8231	79,24	2,41
	Zr	36,689 ± 0,76	39,1541	93,70	2,07
	Ni	< 0,39 ^{*)}	-	-	-

^{*)}konsentrasi dalam ppm

Berdasarkan pada Tabel 6, validasi metode uji SSA menggunakan CRM pasir zirkon buatan PTAPB tahun 2009, diperoleh nilai akurasi unsur Fe, Al, Si dan Zr, dengan rentang 93,09 sampai 102,22 % dan nilai presisi dengan rentang 2,07% sampai 4,29 %. Menurut Sumardi^[7], suatu metode dikatakan baik apabila metode memberikan nilai akurasi dengan kisaran 90 – 110 % dengan nilai presisi < 5 %. Berdasarkan hal tersebut, metode uji SSA pada analisis unsur Fe, Al, Si dan Zr, adalah baik dengan perolehan nilai akurasi dan presisi yang memenuhi persyaratan.

Sedangkan validasi metode uji pada analisis unsur Ti memberikan hasil yang kurang baik dengan perolehan nilai akurasi 79,24 % (dibawah

persyaratan), demikian juga pada analisis unsur Cu dan Ni tidak diperoleh nilai akurasi karena hasil analisis yang diperoleh tidak dapat dibandingkan dengan data dalam sertifikat maupun lebih kecil dari batas deteksi unsur. Validasi metode pada analisis unsur Ti, Cu dan Ni dilakukan dengan uji rekoveri yaitu dengan melakukan adisi terhadap larutan standar, kemudian hasil yang diperoleh dibandingkan dengan konsentrasi dari larutan standar masing-masing unsur, seperti disajikan pada Tabel 7 di bawah.

Berdasarkan pada Tabel 7 di bawah, diperoleh hasil uji rekoveri unsur Ti, Ni dan Cu dengan rentang nilai akurasi 92,08 – 97,00 % dan presisi dengan rentang 1,03 – 3,68 % . Hal tersebut menunjukkan

bahwa metode uji SSA layak digunakan untuk analisis karena diperoleh nilai akurasi dan presisi

yang memenuhi persyaratan.

Tabel 7. Data hasil uji rekovery unsur Ti, Cu dan Ni.

Unsur	Adisi (ppm)	Hasil uji adisi (ppm)	Kons. regresi (ppm)	Akurasi (%)	Presisi (%)
Ti	25	23,021 ± 0,523	125,7	92,08	2,27
	125	116,242 ± 1,523		93,79	1,31
Ni	0,5	0,478 ± 0,014	0,525	95,60	2,93
	2,5	2,391 ± 0,092		95,64	3,68
Cu	0,1	0,097 ± 0,001	0,095	97,00	1,03
	0,5	0,481 ± 0,012		96,20	2,49

Setelah diperoleh validasi metode uji, kemudian diaplikasikan pada cuplikan kandidat bahan acuan standar mineral zirkon Bangka. Kadar unsur dalam cuplikan ditentukan dengan menggunakan persamaan (10) seperti disajikan pada Tabel 8.

Tabel 8. Kadar unsur dalam cuplikan kandidat bahan acuan standar mineral zirkon Bangka.

Unsur	Rerata hasil uji (%)
Fe	2,150 ± 0,096
Cu	26,331 ± 0,665 ^{*)}
Al	1,081 ± 0,001
Si	15,64 ± 0,261
Ti	2,117 ± 0,081
Zr	25,421 ± 0,241
Ni	72,113 ± 2,232 ^{*)}

^{*)}kadar dalam ppm

Pada Tabel 8 disajikan perolehan rerata kadar unsur dalam cuplikan kandidat bahan acuan standar mineral zirkon Bangka. Berdasarkan Tabel 8, unsur Fe, Si, Zr, Al dan Ti merupakan unsur mayor, sedangkan unsur Cu dan Ni merupakan unsur minor, rerata kadar unsur yang tertinggi adalah Zr sedangkan yang terendah adalah unsur Cu.

KESIMPULAN

1. Alat uji SSA masih layak digunakan sebagai alat uji, dengan validasi metode uji menggunakan CRM pasir zirkon buatan PTAPB tahun 2009 dan uji rekovery yang memenuhi persyaratan.
2. Diperoleh rerata kadar unsur dalam kandidat bahan acuan standar mineral zirkon Bangka masing-masing Fe : 2,150 ± 0,096 %, Cu : 26,331 ± 0,665 ppm, Al : 1,081 ± 0,001 %, Si : 15,64 ± 0,261 %, Ti : 2,117 ± 0,081 %, Zr : 25,421 ± 0,241 % dan Ni : 72,113 ± 2,232 ppm.

DAFTAR PUSTAKA

1. R.D. Hartati, M.Mamamoba, "Pembuatan contoh Acuan Standar Yang Bersertifikat, (Certified Reference Materials) Untuk Analisis

Contoh Batuan dan Mineral", Prosiding Jasakiai, Seminar Nasional ke-V Kimia Dalam Pembangunan, Yogyakarta, 2002.

2. Anonim, *ISO Guide 35*, (2006)
3. W.J. Price, *Spectrochemical Analysis by Atomic Absorption*, John Wiley and Sons, New York, 1983
4. Anonim, *Pelatihan Kalibrasi Timbangan dan AAS*, Indocal Laboratory Sistem, Yogyakarta, 2002.
5. Suroso, *Statistika Untuk Kimia Analitik*, oleh J.C. Miller dan J.N. Miller, ITB, Bandung, 1991.
6. Sukarjo, *Analisis Varians dalam Bidang Kimia Analisis*, Ceramah "Analisis Variansi untuk Kimia Analisis" bagi Peneliti Bidang Kimia, BATAN, Yogyakarta, 1989.
7. Supriyanto C., Samin, Validasi metode dan estimasi ketidakpastian pengukuran pada analisis unsur dalam ZrO₂ hasil olah pasir zirkon, Prosiding PPI-PDIPTN BATAN, Yogyakarta, (2011).
8. ASTM E 663-86 (*Reapproved 1991*), *Standard Practice for Flame Atomic Absorption Analysis*, American Nasional Standard, Philadelphia, (1991).
9. Samin, Susanna, T.S., Taftazani, A., Supriyanto, C., (2009), *Pembuatan Bahan Acuan Bersertifikat Pasir Zirkon*, Program Insentif Diknas, PTAPB-BATAN, Yogyakarta.

TANYA JAWAB

Sahat Simbolon

- Standar ini menggunakan standar yang mana? Tidak ada masalah mineral yang terdiskusikan.

Supriyanto C.

- Kandidat standar adalah mineral zirkon yang berasal dari Pulau Bangka, sedangkan validasi metode menggunakan acuan standar pasir zirkon buatan PTAPB Tahun 2009.