

## PENETAPAN NILAI KANDIDAT *IN-HOUSE REFERENCE MATERIAL* (RM) ZrO<sub>2</sub>

Susanna Tuning Sunanti, Samin, Supriyanto C

Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan – BATAN  
Jl. Babarsari, Kotak Pos 6101 YKBB, Yogyakarta

E-mail : susanna\_ts@yahoo.com

Diterima: 18-12-2012

Diterima dalam bentuk revisi: 28-01-2013

Disetujui: 11-02-2013

### ABSTRAK

**PENETAPAN NILAI KANDIDAT *IN-HOUSE REFERENCE MATERIAL* (RM) ZrO<sub>2</sub>.** Telah dilakukan kegiatan penelitian pembuatan dan penentuan nilai bahan acuan atau *in-house reference material* (RM) zirkonium oksida dengan mengacu pada standar ISO:35-2006. Bahan baku kandidat RM adalah ZrO<sub>2</sub> dari Merck seberat 4 kg yang dikeringkan pada suhu 90°C selama 2×6 jam dalam ruangan tertutup. Selanjutnya sampel digerus dengan alu *stainless steel* (SS) hingga lolos ayakan berukuran ≤ 200 mesh, dihomogenkan dalam *homogenizer* selama 3×6 jam agar diperoleh sampel yang halus, kering dan homogen. Uji kadar air, homogenitas, dan stabilitas sampel dilakukan masing-masing dengan metode gravimetri, XRF dan AAS. Serbuk kandidat RM ZrO<sub>2</sub> kemudian dimasukkan ke dalam botol-botol polietilen masing-masing seberat 100 g. Selanjutnya sampel kandidat didistribusikan kepada 10 Laboratorium Pengujian yang telah terakreditasi untuk pengujian komposisi kandungan oksida dan hilang pijar (LOI) dengan berbagai metode analisis yang sudah tervalidasi seperti AAS, XRF, AAN, dan UV-Vis. Hasil uji kandungan parameter oksida dan hilang pijar dari berbagai laboratorium diolah dengan metode statistik. Dari data uji berbagai laboratorium tersebut diperoleh kadar oksida dan LOI dalam kandidat bahan standar zirkonium oksida yaitu ZrO<sub>2</sub>: 97,7334 ± 0,0016 %, HfO<sub>2</sub>: 1,7329 ± 0,0024 %, SiO<sub>2</sub>: 30,1224 ± 0,0053 %, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: 0,0245 ± 0,0015 %, TiO<sub>2</sub>: 0,0153 ± 0,0006 %, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: 0,0068 ± 0,0005 %, CdO: 3,1798 ± 0,00006 ppm, dan LOI = 0,0217 ± 0,00022 %.

**Kata kunci:** *in-house reference material*, ZrO<sub>2</sub>, ISO:35-2006

### ABSTRACT

**VALUE DETERMINATION OF ZrO<sub>2</sub> *IN-HOUSE REFERENCE MATERIAL* (RM) CANDIDATE.** The value determination of zirconium oxide in-house reference materials (RM) candidate has been done by referring to ISO:35-2006 standard. The raw material of RM was 4 kg of ZrO<sub>2</sub>, Merck, that was dried at 90° C for 2×6 hours in a closed room. The samples were crushed with stainless steel (SS) pestle to pass ≤ 200 mesh sieve, homogenized in a homogenizer for 3×6 hours to obtain the powdered, dried and homogenous samples. The gravimetric method was performed to test the moisture content, while XRF and AAS methods were used to test the homogeneity and stability of samples candidates. Reference material (RM) candidates of ZrO<sub>2</sub> powder were put into polyethylene bottles, each weighing 100 g. Samples were distributed to 10 testing laboratories that have been accredited for testing the composition of the oxide contents and loss of ignition (LOI) using variety of analytical methods that have been validated such as AAS, XRF, NAA, and UV-Vis. The testing results of oxide content and loss of ignition parameters from various laboratories were analyzed using statistical methods. The testing data of oxide concentration in zirconium oxide RM candidates obtained from various laboratories were ZrO<sub>2</sub>: 97.7334 ± 0.0016%, HfO<sub>2</sub>: 1.7329 ± 0.0024%, SiO<sub>2</sub>: 30.1224 ± 0.0053 %, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: 0.0245 ± 0.0015%, TiO<sub>2</sub>: 0.0153 ± 0.0006%, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: 0.0068 ± 0.0005%, CdO: 3.1798 ± 0.00006 ppm, and the LOI results was = 0.0217 ± 0.00022%.

**Keywords:** in-house reference material, ZrO<sub>2</sub>, ISO:35-2006

## 1. PENDAHULUAN

Ketertelusuran atau mampu telusur merupakan salah satu hal yang harus dipenuhi pada suatu pengukuran. Ketertelusuran adalah sifat dari suatu hasil pengukuran yang dapat dikaitkan dengan standar tertentu yang tepat, umumnya standar nasional atau internasional, melalui rantai perbandingan yang tidak terputus. Untuk menjamin suatu hasil pengujian agar mampu tertelusur, digunakan suatu bahan acuan atau *reference material* (RM). Bahan acuan adalah bahan yang homogen dan stabil yang satu atau lebih sifat-sifatnya telah diukur dan data diperoleh dengan akurat. Bahan acuan yang bersertifikat (*Certified Reference Material* = CRM) ialah bahan acuan yang homogen dan stabil yang satu atau lebih sifatnya telah dikarakterisasi dengan prosedur yang valid secara metrologi disertai dengan sertifikat yang menyatakan nilai dari sifat tersebut, ketidakpastiannya dan ketertelusuran metrologinya (1).

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. 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, dimana nilai *reference material* ini diperoleh berdasarkan nilai konsensus dari hasil uji banding laboratorium.

Di Indonesia, SRM dan CRM umumnya harus dipesan langsung ke distributor di luar negeri, dengan harga yang cukup tinggi. Produsen RM yang paling terkemuka misalnya *National Institute of Standards and Technology* (NIST, USA), *Institute of Reference Materials and Measurements* (IRMM, Belgia), *Bureau Communautaire de References* (BCR, Belgia), *Laboratory of Government Chemists* (LGC, UK), *International Atomic Energy Agency* (IAEA, Austria). Selain itu, masih banyak produsen lainnya di Kanada, Eropa, Australia, Jepang, Korea, Cina, yang memproduksi RM untuk semua bidang analisis kimia dan fisika. Mengingat kuantitas yang sangat terbatas dan harganya yang tinggi, maka bahan itu harus digunakan secara tepat dan efektif, yaitu hanya untuk mengkalibrasi peralatan, membuat bahan internal, memvalidasi metode analisis, dan tidak digunakan untuk pengendalian mutu internal, yaitu sebagai bahan kontrol (*quality control samples*) dalam analisis sehari-hari (1,2).

Penelitian tentang zirkon dan hasil olahannya telah banyak dilakukan oleh peneliti di Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan (PTAPB), BATAN (3-8). Zirkon merupakan bahan pelapis pada bahan bakar uranium berbentuk kernel/bola.

Bahan bakar Reaktor Suhu Tinggi (RST), membutuhkan uranium yang berbentuk kernel atau bola. Agar tahan terhadap suhu tinggi, bahan kernel tersebut perlu dilapisi dengan bahan pelapis yang tahan suhu, dan salah satu bahan pelapis yang dapat digunakan adalah zirkon karbida (ZrC) (9-11). Sebagai pelapis kernel bahan bakar RST, zirkonium harus memenuhi persyaratan yang telah ditentukan. Oleh karena itu diperlukan suatu bahan acuan (RM) zirkon untuk uji kualitas serbuk zirkon hasil pengolahan pasir zirkon setelah melewati proses purifikasi (pemurnian) untuk mengurangi kandungan bahan pengotor yang ada dalam pasir zirkon sebagai bahan dasar pembuatan ZrO<sub>2</sub>.

Untuk mendukung kegiatan *pilot plant* pembuatan zirkonia di PTAPB-BATAN, diperlukan adanya bahan acuan RM, baik sebagai RM pasir zirkon maupun sebagai RM zirkonia (ZrO<sub>2</sub>) untuk validasi metode dan mengontrol kualitas zirkonia yang dihasilkan. Pada penelitian ini dilakukan pembuatan RM untuk matriks pasir zirkon dan zirkonium oksida yang belum pernah dilakukan di Indonesia.

## 2. TATA KERJA

### 2.1. Bahan dan Peralatan

Pada kegiatan ini digunakan sampel kandidat RM zirkonium oksida sebanyak 4 kg, standar ZrO<sub>2</sub>, SiO<sub>2</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, HfO<sub>2</sub>, Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>, TiO<sub>2</sub> buatan Merck, gas asetilen, gas nitrogen UHP, asam nitrat (HNO<sub>3</sub>), asam perklorat (HClO<sub>4</sub>), dan asam sulfat (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>). Peralatan yang digunakan adalah spektrofotometer F-AAS, XRF, AAN, UV-Vis, *homogenizer*, *pulverizer*, ayakan ukuran

lolos 200 mesh, *oven*, *furnace*, neraca analitik, labu takar, pipet gondok, pipet mikro, gelas beker, wadah sampel dari polietilen, kertas label dan alat-alat gelas laboratorium lainnya.

## 2.2 Tata Kerja

### 2.2.1. Persiapan

Kegiatan diawali dengan pengujian komposisi bahan baku kandidat RM ZrO<sub>2</sub>, yaitu zirkonium oksida dari Merck dengan metode spektrometri pendar sinar-X (XRF). Selanjutnya bahan baku kandidat RM ZrO<sub>2</sub> sebanyak 4 kg, dikeringkan pada suhu 90°C selama 2×6 jam dalam ruangan tertutup, lalu digerus dengan alu *stainless steel* sampai diperoleh ukuran butir lolos ayakan ≤ 200 mesh. Bahan baku yang sudah berukuran lolos ayakan ≤ 200 mesh dihomogenkan dalam alat *homogenizer* selama 3×6 jam. Dari *homogenizer* diperoleh serbuk bahan baku kandidat RM ZrO<sub>2</sub> yang homogen berukuran lolos ≤ 200 mesh. Kadar air dalam kandidat RM ZrO<sub>2</sub> diuji dengan metode gravimetri.

### 2.2.2. Uji homogenitas kandidat RM ZrO<sub>2</sub>

Homogenitas kandidat RM ZrO<sub>2</sub> diuji dengan XRF dan AAS. Sampel kandidat RM ZrO<sub>2</sub> dalam jumlah 4 kg dihomogenkan, kemudian dibagi dan dimasukkan ke dalam beberapa wadah polietilen. Selanjutnya dipilih sejumlah ( $n \geq 10$ ) kemasan secara acak, dan dari setiap wadah (subsampel) dihomogenkan kembali lalu diambil dua bagian untuk dianalisis secara duplo. Nilai variansi pengambilan sampel dan variansi keberulangan analisis dihitung sebagai MSB (*mean square between* atau perbedaan

antar sampel) dan MSW (*mean square within* atau perbedaan dalam sampel). Sampel dinyatakan homogen apabila memenuhi beberapa kriteria. Pada kegiatan ini, ditentukan kriteria I untuk menyatakan homogenitas sampel, yaitu kriteria uji beda (*F test*)  $F_{hitung} < F_{tabel}$ , dimana *F* diperoleh dari MSB/MSW seperti dinyatakan pada persamaan [1-3].

$$F_{hitung} = \frac{MSB}{MSW} \quad [1]$$

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

$$MSW = \frac{\sum [(a_1 - b_1) + \bar{x}(a_1 - b_1)]^2}{2n} \quad [3]$$

### 2.2.3. Uji stabilitas kandidat RM $ZrO_2$ dengan metode F-AAS

Untuk uji stabilitas, sebagai data pertama digunakan data kandungan analit dari hasil uji homogenitas ( $X_{hm}$ ). Data ke dua diperoleh dengan melakukan analisis pada saat semua peserta telah melaksanakan uji profisiensi atau uji banding antar laboratorium. Sampel dikatakan stabil jika antara data pertama dan ke dua atau data pertama dan ke tiga, tidak menunjukkan perbedaan yang signifikan yang ditentukan dengan persamaan [4].

$$|\bar{X}_1 - \bar{X}_{hm}| < 0,3 \cdot nIQR \quad [4]$$

dimana,

$\bar{X}$  = rerata sampel hasil uji kedua, ketiga, dst

$\bar{X}_{hm}$  = rerata sampel hasil uji homogenitas

0,3 = konstanta yang ditetapkan oleh APLAC

$nIQR$  = selisih antara kuartil 3 dan kuartil 1 yang ternormalisasi.

### 2.2.4. Penentuan nilai kadar oksida dan *loss of ignition* (LOI) dalam RM $ZrO_2$ dengan metode statistik

Nilai kadar oksida dan LOI ditentukan dengan rumus (12) yang dinyatakan pada persamaan [5] dan [6]. Untuk menghitung rerata kadar oksida ( $\bar{X}$  rata-rata) digunakan persamaan [7] dan nilai ketidakpastian ( $\mu$ ) dihitung menggunakan persamaan [8].

$$W_i = \frac{1}{n^2} \quad [5]$$

$$W = \frac{W_i}{\sum_{i=1}^n W_i} \quad [6]$$

$$\bar{X} = \sum W_i X_i \quad [7]$$

$$\mu\bar{X} = \sqrt{\sum W_i^2 \mu_{xi}^2} \quad [8]$$

## 3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Dari hasil analisis secara kualitatif komposisi kandidat RM  $ZrO_2$  dengan alat XRF teridentifikasi adanya unsur-unsur Zr, Hf, Ti dan Fe, sedang hasil analisis secara kuantitatif dengan metode XRF menunjukkan konsentrasi  $ZrO_2 = 97,53 \pm 0,25 \%$ ;  $HfO_2 = 1,917 \pm 0,049\%$ ;  $TiO_2 = 188,67 \pm 8,96$  ppm dan  $Fe_2O_3 = 12,67 \pm 0,0002$  ppm.

Untuk mengetahui homogenitas sampel digunakan metode statistik uji-F. Menurut standar dari KAN-BSN yang biasa digunakan untuk uji profisiensi, ada beberapa kriteria untuk menyatakan bahwa sampel uji sudah homogen, tetapi hanya

kriteria I dan kriteria II yang direkomendasikan (13). Dalam kegiatan ini digunakan kriteria I untuk menyatakan sampel sudah homogen, yaitu jika  $F_{hitung} < F_{tabel}$ . Hasil uji homogenisasi untuk kadar HfO<sub>2</sub> dan Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang masing-masing dilakukan menggunakan alat XRF dan AAS. disajikan pada Tabel 1 dan 2. Berdasarkan perhitungan uji homogenitas hasil pengukuran HfO<sub>2</sub> dengan metode XRF, diperoleh harga  $F_{hitung} < F_{tabel}$  (2,517 < 3,779) (Tabel 1). Untuk pengukuran kadar Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> menggunakan AAS, perhitungan uji homogenitas diperoleh harga  $F_{hitung} < F_{tabel}$  (1,732 < 3,779) (Tabel 2). Dari kedua hasil

tersebut dapat dinyatakan bahwa sampel uji kandidat RM zirkonium oksida sudah homogen.

### 3.1. Uji Kestabilan dengan Metode AAS

Untuk uji stabilitas, sebagai data pertama digunakan data kandungan analit dari hasil uji homogenitas. Data kedua dan seterusnya diperoleh dengan melakukan analisis pada saat yang diinginkan, misalnya 1, 2 atau 3 bulan penyimpanan sampel. Suatu sampel dikatakan stabil jika antara data pertama dan ke dua atau data pertama dan ke tiga, tidak menunjukkan perbedaan yang signifikan.

Tabel 1. Hasil uji kadar HfO<sub>2</sub> (%) dengan metode XRF

Kode sampel	Kadar HfO <sub>2</sub> (%) a	b	a <sub>i</sub> + b <sub>i</sub>	$(a_i + b_i) - \bar{X}(a_i + b_i)$	$[(a_i + b_i) - \bar{X}(a_i + b_i)]^2$	$(a_i - b_i) - \bar{X}(a_i - b_i)$	$[(a_i - b_i) - \bar{X}(a_i - b_i)]^2$
1.	2,1	1,95	4,05	0,052	0,002704	0,146	0,021316
2.	1,94	1,95	3,89	-0,108	0,011664	-0,014	0,000196
3.	1,86	1,98	3,84	-0,158	0,024964	-0,124	0,015376
4.	2,06	1,97	4,03	0,032	0,001024	0,086	0,007396
5.	2,03	2,00	4,03	0,032	0,001024	0,026	0,000676
6.	2,00	2,04	4,04	0,042	0,001764	-0,044	0,001936
7.	1,89	1,92	3,81	-0,188	0,035344	-0,034	0,001156
8.	2,03	1,96	3,99	-0,008	6,4E-05	0,066	0,004356
9.	2,08	2,13	4,21	0,212	0,044944	-0,054	0,002916
10.	2,02	2,07	4,09	0,092	0,008464	-0,054	0,002916
<b>Jumlah</b>	<b>20,01</b>	<b>19,97</b>	<b>39,98</b>	<b>9,32587E-15</b>	<b>0,13196</b>	<b>0</b>	<b>0,05824</b>
<b>Rerata</b>	<b>1,999</b>	<b>1,997</b>	<b>3,998</b>	<b>9,32587E-16</b>	<b>0,013196</b>	<b>0,004</b>	<b>-4,16334E-18</b>
<b>MSB</b>	<b>0,00733111</b>						
<b>MSW</b>	<b>0,002912</b>						
$F_{hitung} = MSB / MSW = 2,518 ; F_{tabel} (p=0,05 ; v_1= 9 ; v_2=10) = 3,779 (F_{hitung} < F_{tabel})$							

Tabel 2. Hasil uji kadar Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (ppm) dengan metode AAS

Kode sampel	Kadar Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (ppm)		Untuk Menghitung MSB			Untuk menghitung MSW		
	a	b	A	B	C	D	E	F
1.	151,27	148,36	299,63	-1,35	1,82	2,91	3,44	11,83
2.	142,66	149,27	291,93	-9,04	81,79	-6,61	-6,08	37,02
3.	142,32	149,16	291,48	-9,49	90,18	-6,84	-6,32	39,99
4.	158,04	151,56	309,59	8,61	74,21	6,48	7	49,04
5.	150,66	154,96	305,62	4,64	21,54	-4,3	-3,78	14,31
6.	146,2	147,89	294,09	-6,88	47,35	-1,69	-1,17	1,38
7.	154,93	148,49	303,42	2,44	5,97	6,44	6,96	48,43
8.	151,13	151,49	302,63	1,65	2,73	-0,36	0,16	0,03
9.	154,22	152,35	306,57	5,59	31,27	1,87	2,39	5,73
10.	150,85	153,96	304,81	3,83	14,66	-3,12	-2,59	6,73

Ket: A= a<sub>i</sub> + b<sub>i</sub>; B=  $(a_i + b_i) - \bar{X}(a_i + b_i)$ ; C=  $[(a_i + b_i) - \bar{X}(a_i + b_i)]^2$ ; D= a<sub>i</sub> - b<sub>i</sub>; E=  $(a_i - b_i) - \bar{X}(a_i - b_i)$ ; dan F=  $[(a_i - b_i) - \bar{X}(a_i - b_i)]^2$

Stabilitas sampel uji kandidat RM zirkonium oksida dilakukan dengan melakukan analisis kadar Fe dalam contoh uji pada perbedaan waktu analisis, kemudian dihitung kestabilan secara statistik seperti disajikan pada Tabel 3.

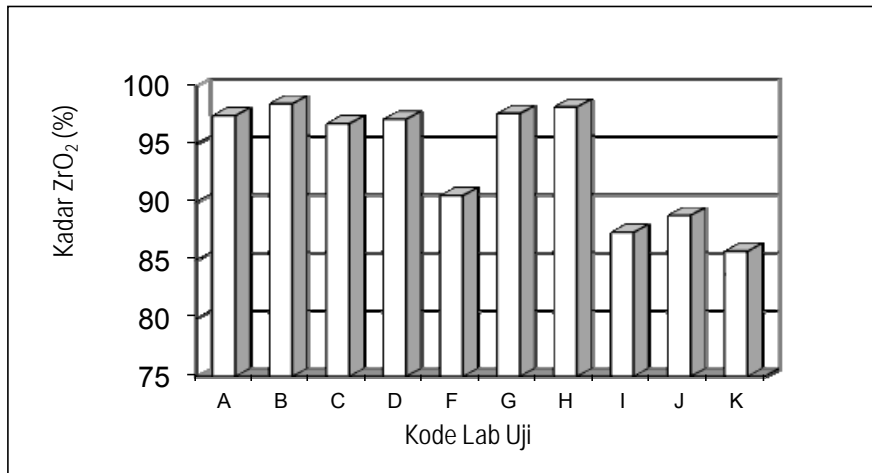
Berdasarkan data perhitungan statistik uji stabilitas sampel diperoleh nilai  $X_i - X_{hm} = 0,217$  dan nilai  $0,3 \times nIQR = 0,648$ , berarti  $|X_i - X_{hm}| < 0,3 \times nIQR$  ( $0,217 < 0,648$ ), maka dapat dikatakan bahwa sampel uji kandidat RM zirkonium oksida stabil. Uji kadar air dilakukan dengan metode gravimetri (pemanasan  $105^\circ\text{C}$  selama 3 jam kemudian ditimbang hingga berat konstan). Diperoleh kadar air dalam kandidat RM  $\text{ZrO}_2 = 0,049 \pm 0,001\%$  yang

berarti bahwa kandidat RM  $\text{ZrO}_2$  memenuhi syarat sebagai bahan standar (kadar air  $< 5\%$ ).

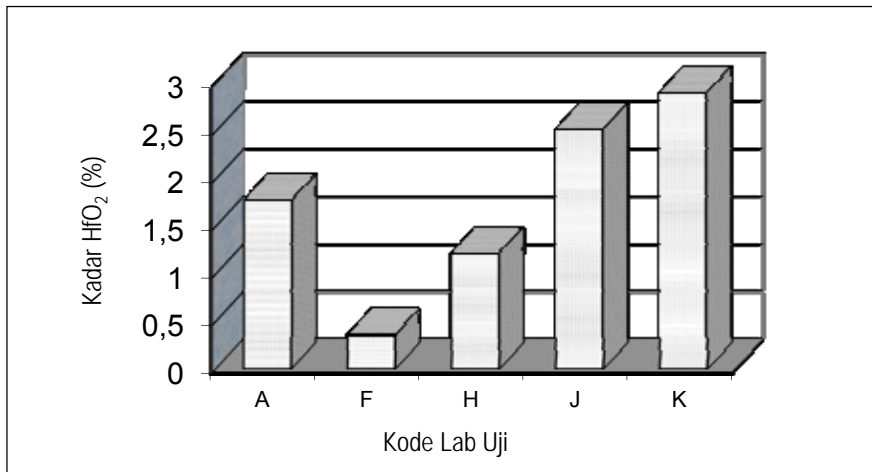
Distribusi sampel kandidat RM  $\text{ZrO}_2$  untuk uji banding dilakukan ke 10 laboratorium pengujian yang telah terakreditasi, yaitu: Lab Uji PTBIN-BATAN, Serpong; Lab Uji PEBN-BATAN, Serpong; Lab Uji PTNBR, Bandung; Lab Uji Tekmira, Bandung; Lab Uji Puslit Kimia LIPI, Bandung; Lab Uji Survey Geologi, Bandung; Lab Uji Sucofindo, Surabaya; Lab Uji Mutu Semen, Gresik; Lab Uji Sucofindo, Semarang; Lab Uji PTAPB-BATAN Yogyakarta. Hasil uji banding kandidat RM  $\text{ZrO}_2$  antar laboratorium disajikan pada Gambar 1 - 8.

Tabel 3. Hasil uji stabilitas dengan metode AAS

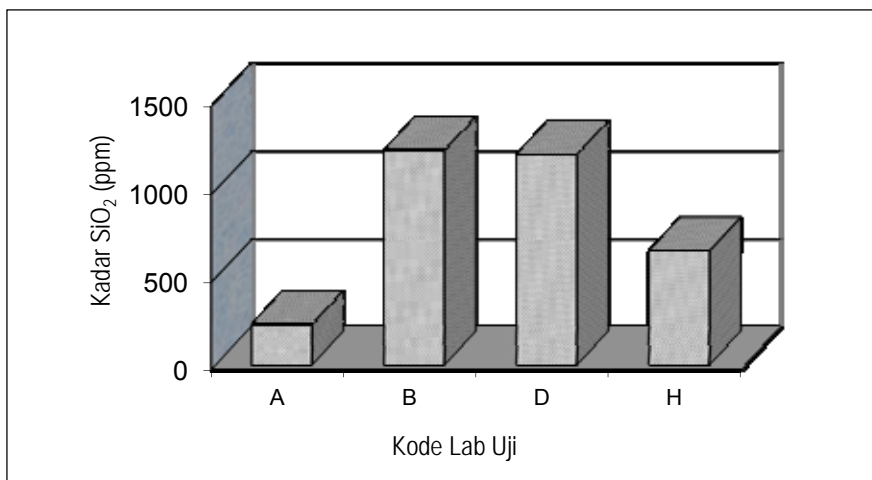
Kode sampel	Kadar $\text{Fe}_2\text{O}_3$ (ppm)		Rerata
	a	b	
1.	151,27	148,36	149,815
2.	142,66	149,27	145,965
3.	142,32	149,16	145,74
4.	158,04	151,56	154,8
5.	150,66	154,96	152,81
6.	146,2	147,89	147,045
7.	154,93	148,49	151,71
8.	151,13	151,49	151,31
9.	154,22	152,35	153,285
10.	150,85	153,96	152,405
<b>X-hm</b>	<b>150,228</b>	<b>150,749</b>	<b>150,4885</b>
1 bulan	151,83	149,77	150,8
2 bulan	147,89	151,86	149,875
<b>X-i</b>	<b>149,86</b>	<b>150,815</b>	<b>150,3375</b>
n (tetapan)	0,7413		
median	150,99	150,38	150,685
3q	150,845	152,105	151,475
1q	148,875	148,25	148,5625
IQR	1,97	3,855	2,9125
nIQR	1,460361	2,857711	2,15903625
$0,3 \times nIQR$	0,4381083	0,8573134	0,647710875
$ X_i - X_{hm} $	0,368	0,066	0,217



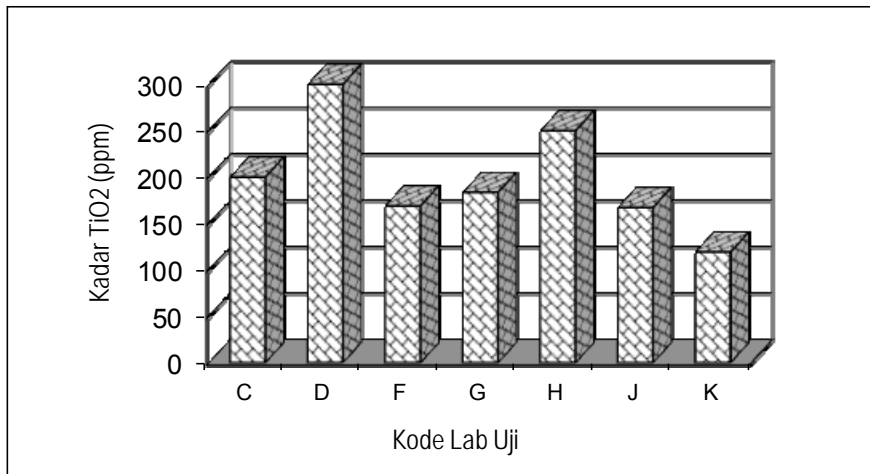
Gambar 1. Hasil pengujian kadar ZrO<sub>2</sub> di berbagai laboratorium



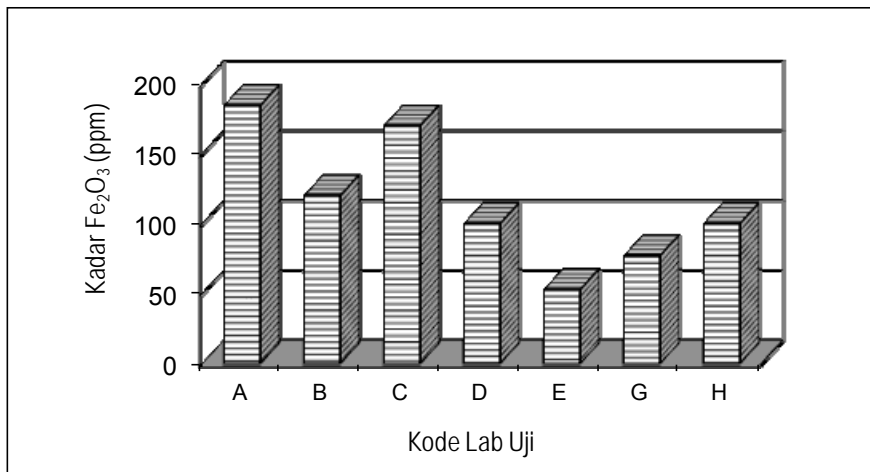
Gambar 2. Hasil pengujian kadar HfO<sub>2</sub> di berbagai laboratorium



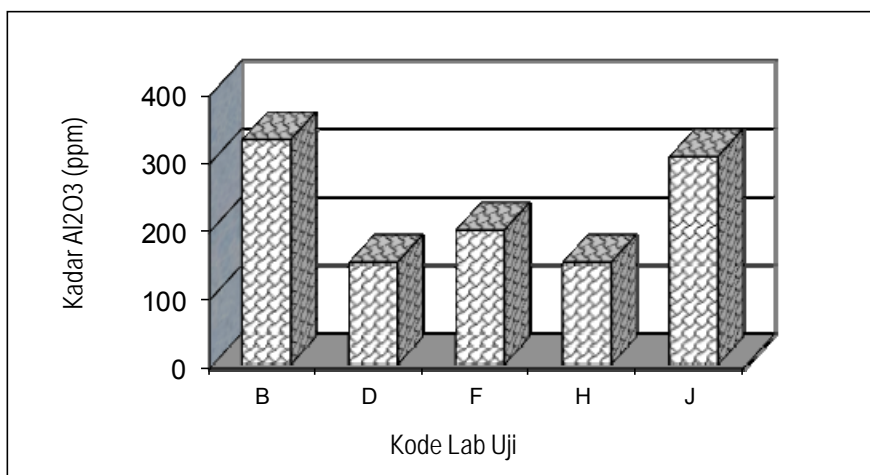
Gambar 3. Hasil pengujian kadar SiO<sub>2</sub> di berbagai laboratorium



Gambar 4. Hasil pengujian kadar TiO<sub>2</sub> di berbagai laboratorium

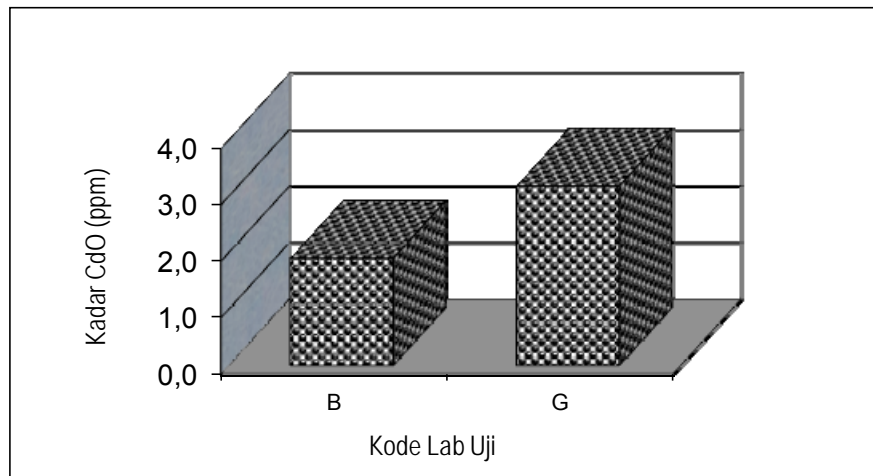


Gambar 5. Hasil pengujian kadar Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> di berbagai laboratorium

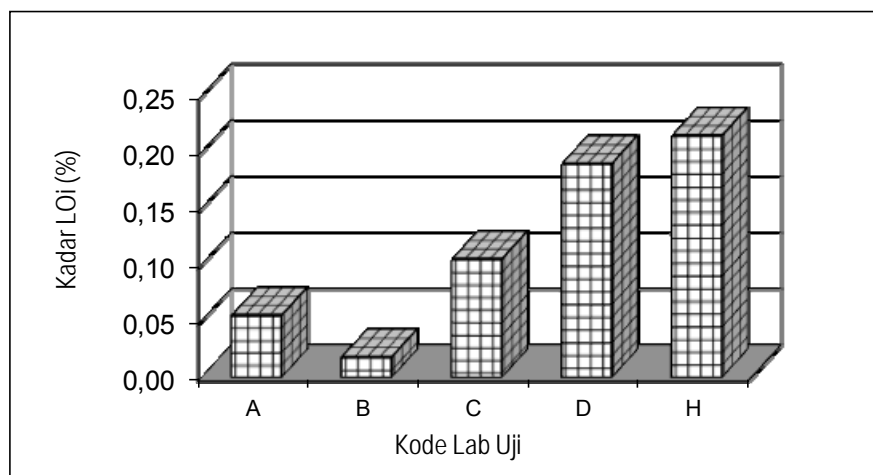


Gambar 6. Hasil pengujian kadar Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> di berbagai laboratorium





Gambar 7. Hasil pengujian kadar CdO di berbagai laboratorium



Gambar 8. Hasil pengujian kadar LOI di berbagai laboratorium

Gambar 1 - 8 merupakan hasil analisis komposisi kandungan oksida dan LOI kandidat RM ZrO<sub>2</sub> dari berbagai laboratorium dengan berbagai metode pengujian. Dengan memperhatikan hasil-hasil tersebut terlihat bahwa kemampuan masing-masing laboratorium tidak sama meskipun laboratorium tersebut telah terakreditasi oleh Komite Akreditasi Nasional–Badan Standardisasi Nasional (KAN-BSN). Berdasarkan hasil analisis tersebut untuk pengolahan data menggunakan metode

statistik dengan teknik robust *Z-score* maupun uji *Grubbs* tidak mungkin dilakukan karena hasil analisis dari 10 laboratorium tersebut sangat bervariasi dan berbeda jauh serta jumlah parameter yang diuji tidak seragam, sehingga pengolahan data untuk penentuan nilai digunakan metode statistik yang diacu dari ISO 35 tahun 2006.

Hasil penentuan nilai perhitungan kadar oksida dan LOI dalam kandidat RM ZrO<sub>2</sub> disajikan pada Tabel 4 - 12.

Tabel 4. Penentuan nilai perhitungan kadar ZrO<sub>2</sub>

Kode Lab	Xi (%)	$\mu_i$	$W' = 1/\mu_i^2$	$W_i = W'/\sum w_i$	$W_i \cdot X_i$	$W_i^2 \mu_i^2$
A	97,44	0,0495	408,1216202	0,12768925	12,442041	3,995E-05
B	98,45	0,0707	200,0604182	0,06259302	6,1622829	1,9584E-05
C	96,75	0,1839	29,56899348	0,00925127	0,8950602	2,8944E-06
D	97,13	0,0354	797,9826997	0,24966532	24,249992	7,8113E-05
G	97,62	0,0442	511,8650314	0,16014751	15,6336	5,0105E-05
H	98,17	0,0283	1248,61092	0,39065363	38,350467	0,00012222
Jumlah			3196,209683		97,733443	0,0031287
	X rerata				97,733443	
		$\mu_x$				0,0015644

Tabel 5. Penentuan nilai perhitungan kadar HfO<sub>2</sub>

Kode Lab	Xi (%)	$\mu_i$	$W' = 1/\mu_i^2$	$W_i = W'/\sum w_i$	$W_i \cdot X_i$	$W_i^2 \mu_i^2$
A	1,775	0,0071	19837,33386	0,953171581	1,69187956	4,57993E-05
F	0,36	0,0495	408,1216202	0,019609991	0,0070596	9,42248E-07
H	1,22	0,0424	556,247775	0,02672736	0,03260738	1,28423E-06
J	2,52	0,8061	1,538941665	7,39452E-05	0,00018634	3,55302E-09
K	2,91	0,3394	8,681131283	0,000417123	0,00121383	2,00425E-08
Jumlah			20811,92333		1,7329467	4,80494E-05
	X rerata				1,7329467	
		$\mu_x$				0,0024025

Tabel 6. Penentuan nilai perhitungan kadar Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Kode Lab	Xi (%)	$\mu_i$	$W' = 1/\mu_i^2$	$W_i = W'/\sum w_i$	$W_i \cdot X_i$	$W_i^2 \mu_i^2$
B	0,033	0,0028	127551,0204	0,375922332	0,01240544	1,10793E-06
D	0,015	0,0071	19837,33386	0,058465207	0,00087698	1,7231E-07
F	0,0197	0,0025	160000	0,471556974	0,00928967	1,38979E-06
H	0,015	0,0071	19837,33386	0,058465207	0,00087698	1,7231E-07
J	0,0305	0,0091	12075,83625	0,03559028	0,0010855	1,04893E-07
Jumlah			339301,5244		0,02453457	2,94723E-06
	X rerata				0,02453457	
		$\mu_x$				0,001474

Tabel 7. Penentuan nilai perhitungan kadar Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Kode Lab	Xi (%)	$\mu_i$	$W' = 1/\mu_i^2$	$W_i = W'/\sum w_i$	$W_i \cdot X_i$	$W_i^2 \mu_i^2$
B	0,012	0,0028	127551,0204	0,12056482	0,0014468	1,1396E-07
C	0,017	0,0042	56689,3424	0,05358436	0,0009109	5,0649E-08
E	0,0053	0,0011	826446,281	0,7811803	0,0041403	7,3839E-07
G	0,0077	0,0046	47258,97921	0,04467052	0,000344	4,2224E-08
Jumlah			1057945,623		0,00684193	9,45228E-07
	X rerata				0,00684193	
		$\mu_x$				0,0004726

Tabel 8. Penentuan nilai perhitungan kadar TiO<sub>2</sub>

Kode Lab	Xi (%)	$\mu_i$	$W' = 1/\mu_i^2$	$W_i = W'/\sum w_i$	$W_i \cdot X_i$	$W_i^2 \mu_i^2$
F	0,0169	0,00195	262984,8784	0,30285763	0,0051183	3,4878E-07
G	0,0183	0,00354	79798,26997	0,09189698	0,0016817	1,0583E-07
J	0,0167	0,00207	233377,6751	0,2687615	0,0044883	3,0951E-07
K	0,0119	0,00185	292184,076	0,3364839	0,0040042	3,875E-07
Jumlah			868344,8994		0,01529248	1,15162E-06
	X rerata				0,01529248	
		$\mu_x$				0,0005758

Tabel 9. Penentuan nilai perhitungan kadar SiO<sub>2</sub>

Kode Lab	Xi (%)	$\mu_i$	$W' = 1/\mu_i^2$	$W_i = W'/\sum w_i$	$W_i \cdot X_i$	$W_i^2 \mu_i^2$
B	0,1225	0,0106	8899,9644	0,941176471	0,11529412	9,953E-05
D	0,12	0,0424	556,247775	0,058823529	0,00705882	6,22062E-06
Jumlah			9456,212175		0,12235294	0,000105751
	X rerata				0,12235294	
		$\mu_x$				0,005287

Tabel 10. Penentuan nilai perhitungan kadar CdO

Kode Lab	Xi (%)	$\mu_i$	$W' = 1/\mu_i^2$	$W_i = W'/\sum w_i$	$W_i \cdot X_i$	$W_i^2 \mu_i^2$
B	1,9	0,283	12,4861092	0,000152931	0,00029057	1,87312E-09
G	3,18	0,0035	81632,65306	0,999847069	3,17951368	1,22463E-05
Jumlah			81645,13917		3,17980425	1,22481E-05
	X rerata				3,17980425	
		$\mu_x$				0,000061

Tabel 11. Penentuan nilai perhitungan kadar LOI

Kode Lab	Xi (%)	$\mu_i$	$W' = 1/\mu_i^2$	$W_i = W'/\sum w_i$	$W_i \cdot X_i$	$W_i^2 \mu_i^2$
A	0,055	0,0071	19837,33386	0,008596506	0,00047281	3,72529E-09
B	0,018	0,0007	2040816,327	0,884387445	0,01591897	3,83249E-07
C	0,105	0,0071	19837,33386	0,008596506	0,00090263	3,72529E-09
H	0,215	0,053	355,998576	0,000154272	3,3168E-05	6,68537E-11
I	0,045	0,0021	226757,3696	0,098265272	0,00442194	4,25832E-08
Jumlah			2307604,362		0,02174952	4,3335E-07
	X rerata				0,02174952	
		$\mu_x$				0,000022

Tabel 12 . Sertifikat kadar oksida dan LOI dalam kandidat RM ZrO<sub>2</sub>

No	Oksida	Konsentrasi	Ketidakpastian
1	ZrO <sub>2</sub>	97,7334 %	0,0016 %
2	HfO <sub>2</sub>	1,7329 %	0,0024 %
3	SiO <sub>2</sub>	0,1224 %	0,0053 %
4	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,0245 %	0,0015 %
5	TiO <sub>2</sub>	0,0153 %	0,0006 %
6	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,0068 %	0,0005 %
7	CdO	3,1798 ppm	0,00006 ppm
8	LOI	0,0217 %	0,00022 %
	Jumlah	99,65732 %	0,011928 %

Dari Tabel 4 - 12 diperoleh bahwa konsentrasi oksida dan LOI dalam kandidat RM ZrO<sub>2</sub> merupakan rata-rata hasil analisis dari 10 laboratorium yang dilengkapi dengan perhitungan ketidakpastian masing-masing parameter yang diuji. Sesuai dengan persyaratan suatu bahan acuan maka konsentrasi masing-masing parameter yang ada dalam bahan RM tersebut harus disajikan dalam bentuk konsentrasi  $\pm$  ketidakpastian.

#### 4. KESIMPULAN

Berdasarkan evaluasi data uji homogenitas dan stabilitas dengan metode XRF dan F-AAS serta dengan uji statistik, serbuk RM zirkonium oksida sudah homogen dan stabil. Diperoleh hasil penentuan nilai RM zirkonium oksida sejumlah 30 botol, masing-masing kapasitasnya 100 g dengan sertifikat kadar oksida dan hilang pijarnya adalah ZrO<sub>2</sub>: 97,7334  $\pm$  0,0016 %, HfO<sub>2</sub>: 1,7329  $\pm$  0,0024

%, SiO<sub>2</sub>: 0,1224 ± 0,0053 %, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: 0,0245 ± 0,0015 %, TiO<sub>2</sub>: 0,015 ± 0,0006 %, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: 0,0068 ± 0,0005 %, CdO: 3,1798 ± 0,00006 ppm, dan hilang pijar (LOI): 0,027 ± 0,00022 %.

## 5. UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada Kementerian RISTEK selaku penyandang dana Program Insentif Peningkatan Kemampuan Peneliti dan Perakayasa (PI-PKPP) dan rekan-rekan di Kelompok Teknik Analisis Nuklir dan Kimia, Bidang Kimia dan Teknologi Proses Bahan, PTAPB-BATAN yang telah membantu hingga selesainya penelitian ini.

## 6. DAFTAR PUSTAKA

1. Sumardi. Pengembangan metode analisis dan metrologi kimia untuk jaminan mutu dan solusi masalahnya. Orasi Pengukuhan Profesor Riset Bidang Kimia. Jakarta: Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia, Jakarta; 2007. p. 29-32.
2. Fitri D. Bahan acuan (*Reference Material*) dalam metrologi. *Warta Kimia Analitik*, Pusat Penelitian Kimia LIPI 2010;XV(18):21-3.
3. Dwiretnani S, Tryono. Peningkatan kualitas zirkonia hasil olah pasir zirkon. *Jurnal Iptek Nuklir GANENDRA* 2008;XI(1):11-6.
4. Tunjung IY, Budi S, Endang N. Pengaruh kondisi kalsinasi ZrOCl<sub>2</sub>.8H<sub>2</sub>O secara catu terhadap struktur ZrO<sub>2</sub>. *Prosiding PPI-Puslitbang Teknologi Maju-BATAN*; 2005; Yogyakarta: P3TM-BATAN; 2005. p. 285-90.
5. Dwiretnani S, Budi S, Sunardjo, Pristi H. Pengolahan pasir zirkon dengan menggunakan soda api. *Prosiding PPI-PDIPTN*; 2004; Yogyakarta: P3TM-BATAN; 2004. p. 335-9.
6. Pristi H, Budi S, Sunardjo, Sunardi. Pengambilan silikat pada pasir zirkon dengan pemanasan suhu tinggi. *Prosiding PPI-Puslitbang Teknologi Maju-BATAN*; 2005; Yogyakarta: P3TM-BATAN; 2005. p. 181-6.
7. Sunardjo, Budi S, Pristi H. Perancangan reaktor fluidisasi untuk khlorinasi pasir zirkon. *Prosiding PPI-Puslitbang Teknologi Maju-BATAN*; 2005; Yogyakarta: P3TM-BATAN; 2005. p. 279-84.
8. Tunjung IY, Dwiretnani, Sunardjo. Evaluasi ZrO<sub>2</sub> dari ZrOCl<sub>2</sub>.8H<sub>2</sub>O, Zr(OH)<sub>4</sub> dan gel hasil pengolahan pasir zirkon metoda basah. *Prosiding PPI-PDIPTN*; 2004; Yogyakarta: P3TM-BATAN; 2004. p. 327-34.
9. Budi S, Sunardjo, Pristi H. Pengaruh suhu, waktu, dan kecepatan alir gas Cl<sub>2</sub> pada proses klorinasi zirkon carbida. *Prosiding PPI-Puslitbang Teknologi Maju-BATAN*; 2006; Yogyakarta: P3TM-BATAN; 2006. p. 160-3.
10. Pristi H, Budi S, Tunjung IY, Sunardjo, Dwiretnani. Evaluasi ZrO<sub>2</sub> dari ZrOCl<sub>2</sub>.8H<sub>2</sub>O, Zr(OH)<sub>4</sub> dan gel hasil pengolahan identifikasi awal zirkonium karbida pada pemanasan pasir zirkon dengan suhu tinggi. *Prosiding PPI-Puslitbang Teknologi*

- 
- |   |  |
|---|--|
| Maju-BATAN; 2006; Yogyakarta:<br>P3TM-BATAN; 2006. p. 155-9.  | Yogyakarta: P3TM-BATAN; 2006. p.<br>115-9.   |
| 11. Budi S, Sunardjo, Pristi H. Pengaruh suhu, waktu, dan kecepatan alir gas Cl <sub>2</sub> pada proses klorinasi zirkon carbida. Prosiding PPI-Puslitbang Teknologi Maju-BATAN; 2006; | 12. ISO Guide 35, 2006.<br>13. Retno Y. Homogenitas target dalam matrik pada analisis residu pestisida karbamat dalam tomat. Jurnal Kimia Terapan Indonesia 2009;11(1): 1-7. |

