

ANALISIS PERCONTOH PASIR BESI MENGGUNAKAN METODE PELEBURAN NATRIUM KARBONAT DAN NATRIUM TETRABORAT

Iron Sand Digestion Method Using Sodium Carbonate and Sodium Tetrahydrate Fusion for Wet Analysis

SARIMAN

Puslitbang Teknologi Mineral dan Batubara
Jalan Jenderal Sudirman 623, Bandung 40211
Telp. 022 6030483, Fax. 022 6003373
e-mail: sri@tekmira.esdm.go.id

SARI

Analisis percontoh pasir besi, umumnya dilakukan dengan cara pelarutan yang sebelumnya harus melalui proses peleburan menggunakan natrium peroksida (Na_2O_2) dalam cawan nikel pada temperatur 600°C di atas nyala pembakar Mekker. Kelemahan penggunaan zat pelebur ini adalah sifat fisik Na_2O_2 yang higroskopis yang mengakibatkan proses peleburan kurang sempurna. Selain itu Na_2O_2 merupakan bahan kimia yang mahal. Oleh karena itu, dilakukan percobaan alternatif menggunakan zat pelebur natrium karbonat (Na_2CO_3) dan natrium tetraborat ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$). Kegiatan ini meliputi homogenisasi percontoh pasir besi, ujicoba metode peleburan dengan menggunakan zat pelebur Na_2CO_3 dan $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ dibandingkan dengan menggunakan zat pelebur Na_2O_2 terhadap percontoh pasir besi dan "CRM (Certified Reference Materials) iron ore 690" dan analisis parameter utama yang terkandung di dalamnya. Hasil analisis CRM iron ore 690 terhadap kedua metode tersebut, dibandingkan melalui uji-t untuk parameter analisis Fe_{total} , SiO_2 , Al_2O_3 , CaO , MnO , Cr_2O_3 dan TiO_2 terdapat perbedaan hasil analisis, yang disebabkan oleh kesalahan metode analisisnya, bukan karena metode peleburannya. Adapun Uji-F menunjukkan bahwa kadar MgO tidak dapat diterima. Semua unsur/senyawa yang dianalisis mempunyai nilai $U_{\text{ji-T}}_{\text{hitung}} < T_{\text{tabel}}$ dan $(F_{\text{hitung}} < F_{\text{tabel}})$ dan kriteria uji (H_0) diterima. Hal ini menunjukkan bahwa kedua metode tidak mempunyai perbedaan yang nyata. sehingga campuran Na_2CO_3 dan $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ dapat dijadikan sebagai bahan pelebur pengganti Na_2O_2 . Percontoh homogen ini, selanjutnya dapat digunakan untuk *Secondary Reference Material*, setelah melalui tahap uji banding.

Kata kunci : pasir besi, peleburan, natrium karbonat, natrium tetraborat, analisis

ABSTRACT

Generally, iron sand is analyzed by dissolving the sample through sodium peroxide fusion in a nickel crucible at 600°C on a Mekker burner. The sodium peroxide fusion has some disadvantages such as it is hygroscopic, that is causing incomplete fusion, moreover, sodium peroxide is expensive. Therefore, sodium carbonate and sodium tetraborate as an alternative fusion material, were conducted. The experiments were carried out by homogenizing the samples, followed by fusion process using two types of the fusion materials, then the content of the samples were analyzed, followed by $t_{\text{-test}}$ and $F_{\text{-test}}$. Comparison between the CRM iron ore 690 and fusion using Na_2O_2 and fusion using a mixture of $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ through t -test, for Fe total , SiO_2 , Al_2O_3 , CaO , MnO , Cr_2O_3 , MgO dan TiO_2 show the disagreement results, which is suggested causing by mistakes during analysis of the sample, instead of fusion process. However, from the $F_{\text{-test}}$, only MgO content is unacceptable. The analytical results of iron sand samples show that the value of $T_{2\text{-test}} < T_{\text{table}}$ and $F_{\text{calc}} < F_{\text{table}}$ are acceptable since there are not significant differences results between the two fusion materials leading to conclusion that the mixture of $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ can be used for iron sand analysis to substitute Na_2O_2 .

Based on this result, it is suggested that the homogenized samples could be used as Secondary Reference Material after passing the proficiency tests by several laboratories.

Keywords: iron sand, fusion method, sodium tetraborate, sodium carbonate

PENDAHULUAN

Laboratorium Kimia Mineral Puslitbang tekMIRA merupakan laboratorium terakreditasi KAN untuk uji kualitas mineral/bahan galian. Metode peleburan merupakan salah satu metode yang sudah rutin digunakan pada preparasi analisis mineral/bahan galian batuan besi juga beberapa jenis mineral lainnya. Selama ini peleburan yang sudah baku dilakukan adalah dengan menggunakan bahan kimia natrium peroksida (Na_2O_2) dalam cawan nikel (Ni) pada temperatur kurang lebih 600°C di atas nyala pembakar Mekker (Bhargava,O.P., 2006).

Kelemahan penggunaan zat pelebur ini antara lain sifat fisik Na_2O_2 yang higroskopik (mudah menghisap uap air dan karbondioksida dari udara) sehingga daya oksidasinya berkurang yang mengakibatkan kemungkinan terjadinya proses peleburan percontoh yang dianalisis kurang sempurna. Zat pelebur yang telah menyerap uap air terlihat dari perubahan warnanya dari kuning muda menjadi putih. Selain itu, secara ekonomis natrium peroksida merupakan bahan kimia yang cukup mahal dan sulit diperoleh karena adanya peraturan mengenai penanganan bahan kimia yang mudah terbakar serta banyak penyalahgunaan.

Untuk mengatasi masalah tersebut maka dilakukan percobaan dengan menggunakan zat pelebur natrium karbonat (Na_2CO_3) dan natrium tetraborat ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$) sebagai zat pelebur alternatif (Balcerzak, M, 2002 dan Korsakova dkk, 2010).

Terdapat beberapa hal yang perlu diperhatikan dalam proses peleburan percontoh dengan menggunakan fluks natrium karbonat agar reaksi berlangsung sempurna, di antaranya :

- a. Ukuran butir / luas permukaan
Semakin kecil ukuran butir percontoh, semakin luas permukaannya, sehingga akan mempercepat proses peleburan karena kontak antara bahan pelebur dengan percontoh dapat mencakup seluruh lapisan permukaan. Ukuran butiran percontoh disarankan minimal lolos dari ukuran 0,099 mm.

- b. Teknik pemanasan / peleburan
Peleburan dengan menggunakan natrium karbonat memerlukan waktu yang cukup lama, kemungkinan percontoh dapat terendapkan/terkonsentrasi di dasar cawan sehingga peleburan tidak sempurna. Untuk mencegah hal tersebut cawan harus digoyangkan agar percontoh dan fluks selalu homogen.

Balcerzak (2002) telah membahas teknik peleburan untuk analisis bijih, terutama untuk penentuan kadar unsur logam berharga yang dalam jumlah kelumit .

Pada percobaan ini percontoh pasir besi dan CRM iron ore 690 dianalisis melalui dua metode peleburan, dan hasil analisis dibandingkan melalui uji student (uji-t) dan uji-F.

METODOLOGI

Preparasi dan Uji Homogenisasi

Percontoh dikeringkan pada suhu $105-110^\circ\text{C}$, kemudian digerus sampai ukuran butir 0,074 mm (ASTM, 2008), selanjutnya dimasukkan dalam drum homogenitas dan dikocok/dihomogenkan minimal selama 48 jam. Sepuluh bagian percontoh (10 titik) masing masing sebanyak 50 g diambil secara acak untuk dilakukan uji homogenitas terhadap 3 parameter uji yaitu Fe_{total} , TiO_2 dan Al_2O_3 . Percontoh dibagi menjadi 10 bagian dengan Rotary Sample Divider dan setiap bagian diberi nomor 1, 2, 3 dan seterusnya. Kemudian setiap bagian dibagi lagi menjadi 10 bagian percontoh dan dikemas dalam botol percontoh hingga semuanya menjadi, 100 botol dan seluruhnya diuji homogenisasinya.

Percontoh yang diuji dinyatakan homogen setelah melalui perhitungan uji homogenitas secara statistika (Aidah, dkk, 2008). Data yang diperlukan untuk uji homogenisasi minimal 10 data dan mewakili serta dilakukan analisis duplo. Analisis dilakukan cukup salah satu parameter uji saja (Yusiasih, dkk, 2006; Yusiasih, 2009).



Gambar 1. Percontoh dalam botol kemasan hasil uji homogenisasi

Berdasarkan ISO 13528:2005 terdapat 4 (empat) kriteria homogenitas. Apabila percontoh uji sudah memenuhi salah satu kriteria tersebut maka percontoh uji dinyatakan homogen. Kriteria tersebut adalah:

Kriteria I : jika $F_{hitung} < F_{tabel}$ maka percontoh uji dinyatakan homogen

$$F_{hitung} = MSB/MSW$$

MSB = Mean Square Between (perbedaan antar percontoh)

MSW = Mean Square Within (perbedaan dalam percontoh)

Nilai MSB dan MSW dihitung dengan persamaan:

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

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

Apabila hasil hitung pada kriteria I belum terpenuhi dilanjutkan pada perhitungan kriteria II. Demikian seterusnya hingga kriteria IV.

Kriteria II : jika $SD_{sampling}/\sigma < 0.3$

$$\begin{aligned} \text{Dimana, } \frac{SD_{sampling}}{\sigma} &= \frac{\sqrt{(MSB - MSW)/2}}{1.1} \text{ (nilai target untuk } SD_{acu-uan}, \text{ tidak diturunkan dari data)} \end{aligned}$$

Keterangan :

a_i = data simplo

b_i = data duplo

X = rata-rata

n = jumlah data

Cara menghitung MSB dan MSW dapat dilihat pada Tabel 1 dan 2.

Tabel 1. Menghitung MSB

Kode Percontoh	Hasil Analisis		$(a + b)_i$	$(a + b)_i - X_{r(a+b)}$	$[(a + b)_i - X_{r(a+b)}]^2$
	a_i	b_i			
1			$(a + b)_1$		
2			$(a + b)_2$		
...					
10			$(a + b)_{10}$		
Jumlah			$\sum (a + b)$		$\sum [(a + b)_i - X_{r(a+b)}]^2$
Rata-rata			$X_{r(a+b)}$		

Tabel 2. Menghitung MSW

Kode Percontoh	Hasil Analisis		$(a - b)_i$	$(a - b)_i - X_{r(a - b)}$	$[(a - b)_i - X_{r(a - b)}]^2$
	a_i	b_i			
1			$(a - b)_1$		
2			$(a - b)_2$		
...					
10			$(a - b)_{10}$		
Jumlah			$\sum (a - b)$		$\sum [(a - b)_i - X_{r(a - b)}]^2$
Rata-rata			$X_{r(a - b)}$		

Kriteria III: jika $SD_{\text{sampling}} < 0.3 SD_{\text{prediksi Horwitz}}$

$$SD_{\text{prediksi}} \text{ dihitung melalui } CV_{\text{prediksi}}$$

$$CV_{\text{prediksi}} (\%) = \frac{SD_{\text{prediksi}}}{X \text{ rata2}} \times 100$$

$$= 21 - 0.5 \log C$$

C = fraksi konsentrasi (dari GM = *Grand Mean*), dan harus dituliskan dalam satuan yang sama.

GM = adalah rata2 dari seluruh hasil analisis.

Kriteria IV : jika $SD_{\text{sampling}} < SD_{\text{prediksi Horwitz}}$

Jika pengolahan data uji homogenitas telah mencapai kriteria IV dan belum memenuhi kriteria tersebut, maka percontoh uji belum homogen.

Uji Coba Peleburan dan Analisis Percontoh

Peleburan percontoh dengan Na_2O_2

Untuk analisis SiO_2 , Fe_{total} , Al_2O_3 , CaO , MgO , MnO , Cr_2O_3 dan TiO_2 0,5000 gram percontoh yang telah dikeringkan pada suhu (105-110)°C ditimbang dengan teliti dalam kaca arloji, kemudian percontoh dimasukkan ke dalam cawan nikel yang telah berisi 4 gram Na_2O_2 , dan diaduk dengan pengaduk plastik sampai campuran tercampur sempurna. Campuran dilebur pada pembakar Mekker sambil sekali-sekali digoyang sampai percontoh larut sempurna. Selanjutnya, untuk pekerjaan pelarutan dan penentuan setiap parameter dilakukan sesuai standar (ASTM-2010).

Peleburan percontoh dengan campuran Na_2CO_3 dan $Na_2B_4O_7$

Untuk analisis SiO_2 , Fe_{total} , Al_2O_3 , CaO , MgO , MnO , Cr_2O_3 dan TiO_2 0,5000 gram percontoh yang telah dikeringkan pada suhu 105-110°C ditimbang dengan teliti dalam kaca arloji, kemudian dimasukkan ke dalam cawan platina yang telah berisi 7 gram Na_2CO_3 dan 1 gram $Na_2B_4O_7$, diaduk dengan spatula sampai campuran tercampur sempurna. Campuran dilebur dalam tungku pemanas pada suhu 900°C selama 2-3 jam sambil sekali-sekali digoyang sampai percontoh larut sempurna. Selanjutnya, untuk pekerjaan pelarutan dan penentuan setiap parameter dilakukan sesuai standar (ASTM-2010).

Hasil analisis setiap parameter dengan menggunakan bahan pelebur yang berbeda dibandingkan

dengan uji-t dan uji-F untuk melihat adanya perbedaan.

Uji Student (Uji-t)

Uji-t merupakan uji signifikansi untuk mengetahui apakah perbedaan nilai antara dua hasil dari dua metode cukup signifikan. Dalam uji-t kebenaran sebuah hipotesis diuji yang dikenal dengan hipotesis nol (*null hypotheses*) atau H_0 . Hipotesis ini secara tidak langsung menyatakan bahwa tidak ada perbedaan yang signifikan antara 2 hasil (kumpulan data). Lawan dari hipotesis nol adalah H_1 , yaitu hipotesis yang menyatakan kebalikannya (Susanto, 2006).

1. Cara melakukan Uji-t

Pertama menetapkan hipotesis H_0 dan H_1 dengan asumsi bahwa hipotesis H_0 adalah benar. Uji-t dilakukan untuk menguji kebenaran H_0 yang dilakukan dengan cara menghitung nilai t-hitung dengan rumus yang sesuai, dan membandingkannya dengan nilai kritis. Nilai kritis dapat diperoleh pada tabel (t-tabel) dengan memperhatikan tingkat kepercayaan yang diinginkan dan nilai derajat kebebasan data.

Contoh : Nilai kritis untuk 10 data (derajat bebas = 9) dan tingkat kepercayaan 99% adalah 3.25 ($t_9 = 3.25$). Apabila nilai |t-hitung| lebih besar dari t-tabel maka hipotesis H_0 ditolak, yang berarti ada perbedaan yang nyata antara kedua data yang diuji.

2. Jenis-jenis uji-t

Terdapat beberapa jenis uji-t, penggunaannya tergantung dari jenis data yang akan diolah.

- Uji-t untuk suatu kumpulan data dibandingkan terhadap suatu nilai tunggal (CRM), misal 10 data dari metode AAS dibandingkan terhadap satu nilai CRM.

Rumus untuk menghitung t :

$$t = \frac{(x - \mu)\sqrt{n}}{S}$$

Keterangan : x = nilai rata-rata

μ = nilai acuan

n = jumlah data

S = standar deviasi

Catatan : derajat bebas = n-1 → untuk melihat tabel

- Uji-t untuk membandingkan dua kumpulan data, misal 10 data dari metode SSA dibandingkan dengan 10 data dari metode UV-VIS

Rumus untuk menghitung t :

$$t = \frac{(X_1 - X_2)}{S \sqrt{\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2}}}$$

Keterangan : S = standar deviasi gabungan, dan dihitung menurut rumus,

$$S = \sqrt{\frac{(n_1 - 1)S_1^2 + (n_2 - 1)S_2^2}{n_1 + n_2 - 2}}$$

Catatan : derajat bebas = $n_1 + n_2 - 2$

- Uji-t pasangan (*Paired t-test*), untuk mengetahui apakah hasil kedua metode berbeda secara nyata.
 H_0 : Hasil uji kedua metode sama
 H_1 : Hasil uji kedua metode berbeda secara nyata

Rumus untuk menghitung t :

$$t = \frac{d\sqrt{n}}{S_d}$$

keterangan : d = selisih nilai dari sepasang data
 d = nilai rata-rata dari d
 S_d = standar deviasi dari d

Uji-F

Uji-F pada dasarnya mirip dengan uji-t yang membandingkan 2 buah nilai rata-rata atau nilai rata-rata dengan suatu nilai standar dan jenis kesalahan yang terdeteksi adalah kesalahan sistematis (*systematic error*), kesalahan sampling, penyimpanan/pengawetan percontoh yang tidak benar, gangguan matriks dan lain sebagainya (Yuliana, 2006).

Terdapat 2 jenis uji-F: uji-F satu arah dan uji-F dua arah, nilai kritis F satu arah < F dua arah.

1. Uji-F satu arah
 Uji-F ini untuk mengetahui apakah metode A lebih presisi daripada metode B atau apakah variansi kumpulan data A lebih besar/kecil

dibanding variansi dari kumpulan data B.

H_0 : Presisi metode A tidak berbeda dengan metode B ($s_A^2 = s_B^2$)

H_1 : Presisi metode A kurang baik dibanding metode B ($s_A^2 > s_B^2$)

Kriteria uji : Tolak H_0 jika $F_{hitung} \geq F_{\alpha}$ (db = n_{a-1}, n_{b-1}), pada tingkat kepercayaan 95%

2. Uji-F dua arah
 Untuk mengetahui apakah metode A berbeda presisinya secara signifikan dengan metode B atau apakah variansi dari kumpulan data A berbeda secara signifikan dengan variansi dari kumpulan data B.
 H_0 : Presisi metode A tidak berbeda dengan metode B ($s_A^2 = s_B^2$)
 H_1 : Presisi metode A berbeda secara signifikan dibanding metode B ($s_A^2 \neq s_B^2$)
 Kriteria uji : Tolak H_0 jika $F_{hitung} \geq F_{\frac{1}{2}\alpha}$ (db = n_{a-1}, n_{b-1})
 $\frac{1}{2}\alpha$ = pada tingkat kepercayaan 97.5%

3. Cara menghitung uji-F

$$F = \frac{S_1^2}{S_2^2}$$

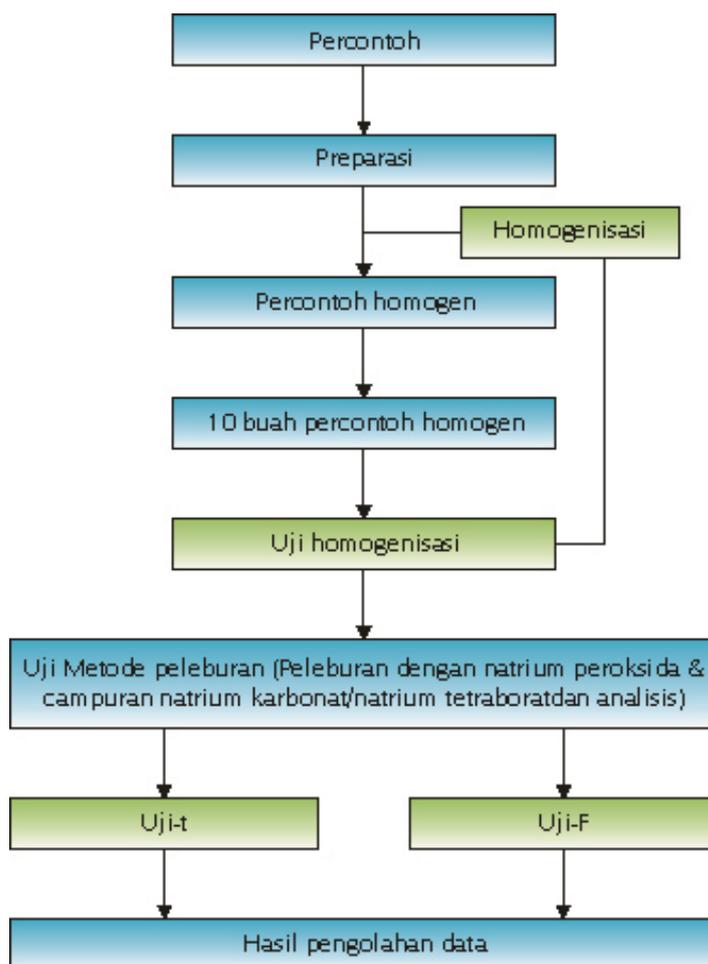
- S = standar deviasi
- S_1 dan S_2 diposisikan sedemikian rupa sehingga F selalu ≥ 1

HASIL DAN PEMBAHASAN

Uji Homogenisasi

Uji homogenisasi percontoh dapat dilakukan pada salah satu parameter uji atau lebih. Pada kegiatan ini uji homogenisasi dilakukan terhadap empat parameter uji yang dominan, yaitu parameter Fe_{total} , TiO_2 , SiO_2 dan Al_2O_3 . Tabel 3 menampilkan hasil uji homogenisasi.

Dalam uji homogenisasi, percontoh dinyatakan homogen adalah dihitung secara statistika. Pada kegiatan ini dilakukan empat parameter homogenisasi, dan dapat dinyatakan homogen apabila data menunjukkan bahwa $F_{hitung} < F_{tabel}$. Tabel 1 menunjukkan bahwa preparasi percontoh menghasilkan percontoh yang homogen dilihat dari F_{hitung} (1,852; 1,644; 2,898; 0,601) lebih kecil dari F_{tabel} (3,025).



Gambar 2. Diagram alir percobaan uji homogenisasi dan uji peleburan

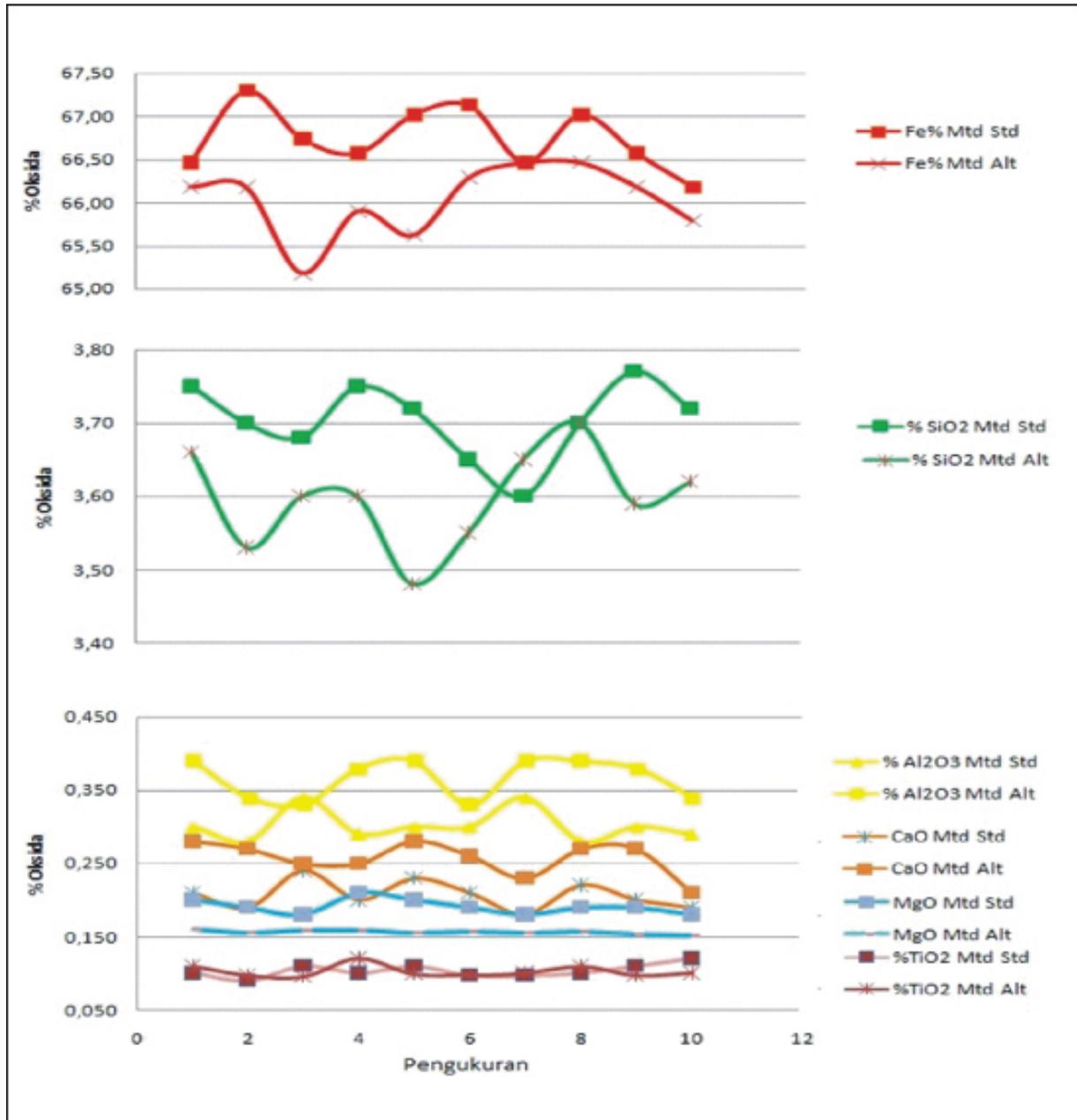
Tabel 3. Uji homogenisasi

Parameter	MSB	MSW	F hitung	F tabel	Ket.
Fe	0,108	0,058	1,852	3,025	homogen
TiO ₂	0,328	0,145	1,644		
SiO ₂	0,027	0,009	2,898		
Al ₂ O ₃	0,014	0,023	0,601		

Uji Peleburan

Peleburan dengan menggunakan campuran natrium karbonat dan natrium tetraborat dilakukan pada percontoh standar (*Certified Reference Material Iron Ore 690*) dan percontoh pasir besi yang telah dihomogenkan, kemudian dibandingkan dengan

peleburan menggunakan natrium peroksida, Na₂O₂. Pada masing-masing metode dilakukan 10x pengulangan dan unsur-unsur atau senyawa yang dapat dianalisis dari hasil peleburan adalah Fe total, TiO₂, SiO₂, Al₂O₃, CaO, MgO dan Cr₂O₃. Data setiap unsur/senyawa dari hasil uji coba ditentukan nilai akurasi dan presisi dengan uji-t dan uji-F.



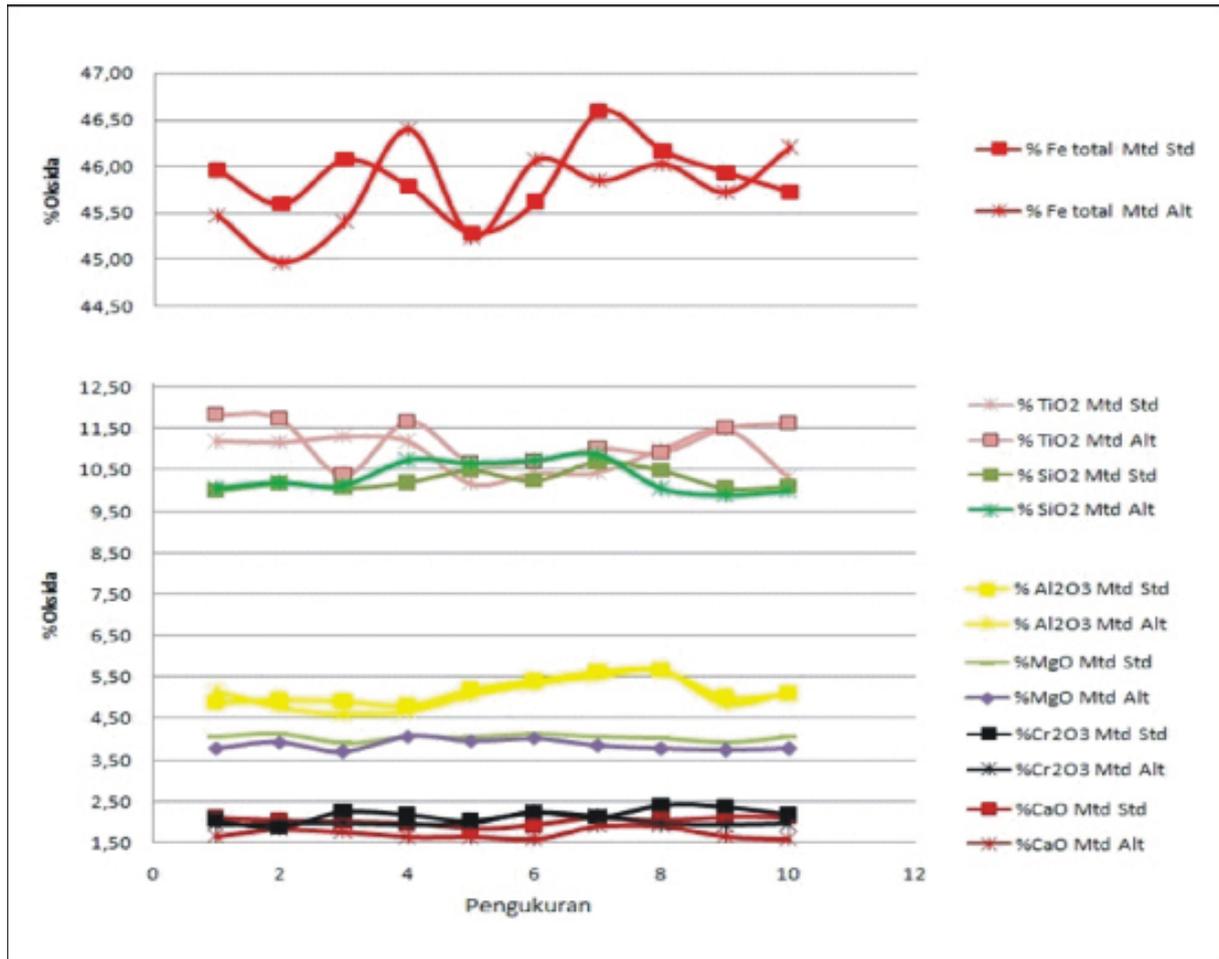
Gambar 3. Sebaran data Fe total, TiO₂, SiO₂, Al₂O₃, CaO, dan MgO dari percontoh standar *Iron Ore 690*

Uji Coba Metode Peleburan terhadap percontoh standar *Iron Ore 690*

Percontoh standar Iron Ore 690 tidak mengandung kromium sehingga unsur kromium tidak dianalisis. Sebaran data analisis percontoh standar Fe_{total}, TiO₂, SiO₂, Al₂O₃, CaO, MgO ditunjukkan pada Gambar 3. Hasil uji-t, dan uji-F dari percontoh standar Iron Ore 690 dicantumkan pada Tabel 4.

Peleburan dengan natrium peroksida

Dengan peleburan dengan natrium peroksida, nilai uji-T_{hitung} < T_{tabel} (Tabel 4) untuk unsur/senyawa Fe total, SiO₂ dan CaO, menunjukkan bahwa nilai akurasi untuk unsur/senyawa tersebut dapat diterima namun tidak diterima untuk senyawa TiO₂, Al₂O₃, dan MgO karena nilai T_{hitung} > T_{tabel} (Tabel 5).



Gambar 4. Sebaran data Fetotal, TiO₂, SiO₂, Al₂O₃, CaO, MgO, dan Cr₂O₃ dari percontoh Pasir besi

Peleburan dengan campuran natrium karbonat/natrium tetraborat

Pada peleburan dengan campuran natrium karbonat /natrium tetraborat semua unsur/senyawa memberikan nilai $T_{hitung} > T_{tabel}$ sehingga $H_0 (T1)$ tidak diterima. Secara teoritis metode ini dinyatakan tidak bisa diterima sebagai metode pengganti karena mempunyai nilai akurasi yang rendah. Masih banyak faktor yang harus diperhatikan untuk memutuskan metode tersebut layak digunakan atau tidak.

Uji-T2 percontoh standar Iron Ore 690

Nilai uji- $T_2 < T_{tabel}$ untuk unsur/senyawa Fe_{total} , TiO_2 , SiO_2 , sedangkan untuk senyawa Al_2O_3 , CaO , MgO mempunyai nilai uji- $T_2 > T_{tabel}$. Dari data tersebut belum bisa ditarik kesimpulan bahwa peleburan dengan campuran natrium karbonat dan natrium tetraborat dapat diterima sebagai metode

pengganti karena masih ada tiga senyawa yang memberikan perbedaan nilai cukup signifikan.

Perolehan (% recovery) percontoh standar Iron Ore 690

Pada peleburan dengan natrium peroksida, empat parameter (Fe_{total} , SiO_2 , CaO , MgO) mempunyai nilai perolehan yang berada di dalam rentang sasaran keberterimaan (90-110%), sedangkan pada peleburan dengan campuran natrium karbonat dan natrium tetraborat hanya tiga parameter (Fe_{total} , SiO_2 , MgO).

Dari semua nilai uji tersebut diatas memberikan gambaran bahwa penyimpangan data terjadi pada kedua metode peleburan dan pada parameter yang sama. Kondisi ini menunjukkan bahwa metode peleburan dapat diterima sedangkan penyimpangan hasil yang didapat lebih dipengaruhi oleh faktor kesalahan pada proses pengukuran/analisis.

Tabel 4. Uji-t dan Uji-F terhadap CRM Iron Ore 690

Jenis Uji	Parameter	CRM Iron Ore 690															
		Fe _{Total}		%TiO ₂		%SiO ₂		%Al ₂ O ₃		%CaO		%MgO		%Cr ₂ O ₃			
		Mtd Std	Mtd Alt	Mtd Std	Mtd Alt	Mtd Std	Mtd Alt	Mtd Std	Mtd Alt	Mtd Std	Mtd Alt	Mtd Std	Mtd Alt	Mtd Std	Mtd Alt		
	n	10															
	s	0,36	0,40	0,01	0,01	0,05	0,07	0,02	0,03	0,02	0,02	0,01	0,03	-	-		
	sgabungan	1,23		0,00		0,03		0,00		0,00		0,00		-	-		
	μ	6,85		0,02		3,71		0,18		0,20		0,18		-	-		
Uji t	T1	-0,93	-6,46	29,42	32,52	-0,37	-5,43	17,94	21,65	1,17	7,96	-2,28	-29,00	-	-		
	T2	0,26		0,43		1,85		6,32		6,45		8,75		-	-		
	H ₀ (T1)	diterima	ditolak	diterima	ditolak	diterima	ditolak	ditolak		diterima	ditolak	ditolak		-	-		
	H ₀ (T2)	diterima		diterima		diterima		ditolak		ditolak		ditolak		-	-		
	F	1,28		1,24		1,64		1,60		1,43		1,41		-	-		
	F _{tabel satu arah}	3,18		3,18		3,18		3,18		3,18		3,18		-	-		
	F _{tabel dua arah}	4,03		4,03		4,03		4,03		4,03		4,03		-	-		
Uji F	H ₀ (F _{tabel satu arah})	diterima		diterima		diterima		diterima		diterima		ditolak		-	-		
	H ₀ (F _{tabel dua arah})	diterima		diterima		diterima		diterima		diterima		ditolak		-	-		

Keterangan:

- N : jumlah data
- S : standar deviasi
- S_{gabungan} : standar deviasi gabungan
- μ : nilai benar CRM
- H₀ : kriteria uji pada tingkat kepercayaan 95%
- T1 : uji-t untuk suatu kumpulan data dibandingkan terhadap nilai CRM
- T2 : uji-t untuk membandingkan dua kumpulan data
- T1_{tabel 95%} : 18,33
- T2_{tabel 95%} : 2,262

Tabel 5. Uji-t dan Uji-F terhadap percontoh pasir besi

Jenis Uji	Parameter	Percontoh Pasir Besi															
		Fe _{Total}		%TiO ₂		%SiO ₂		%Al ₂ O ₃		%CaO		%MgO		%Cr ₂ O ₃			
		Mtd	Std	Mtd	Alt	Mtd	Std	Mtd	Alt	Mtd	Std	Mtd	Alt	Mtd	Std	Mtd	Alt
	n	10															
	s	0,3611	0,4533	0,4805	0,5309	0,2305	0,3754	0,3073	0,3584	0,0970	0,1240	0,0739	0,1304	0,1607	0,1034		
	sgabungan	1,2700		2,2187		0,5487		0,9139		0,0924		0,0890		0,2378			
	T2	0,0480		0,0690		0,0660		0,0410		1,5190		1,4180		0,3080			
Uji t	H ₀ (T2)	diterima		diterima		diterima		diterima		diterima		diterima		diterima			
	F	1,576		1,221		2,652		1,36		1,632		3,11		2,4160			
	H ₀ (F _{tabel satu arah})	diterima		diterima		diterima		diterima		diterima		diterima		diterima			
	H ₀ (F _{tabel dua arah})	diterima		diterima		diterima		diterima		diterima		diterima		diterima			

Keterangan:

n : jumlah data

s : standar deviasi

Sgabungan : standar deviasi gabungan

T1 : uji-t untuk suatu kumpulan data dibandingkan terhadap nilai CRM

T2 : uji-t untuk membandingkan dua kumpulan data

F_{tabel satu arah} : 3,184

F_{tabel dua arah} : 4,033

Uji-F percontoh standar *Iron Ore 690*

Setelah dilakukan uji-F kedua metode memberikan nilai presisi yang tidak jauh berbeda ($F_{hitung} < F_{tabel}$) kecuali pada senyawa MgO, baik uji-F satu arah maupun dua arah tidak memberikan hasil yang diharapkan. Kemungkinan hal ini bisa saja terjadi disebabkan oleh gangguan matriks pada saat pengukuran, kontaminasi pada alat gelas, ataupun optimalisasi alat ukur yang kurang tepat. Kesalahan yang terjadi pada uji-F adalah kesalahan sistematis atau kesalahan yang dapat dihindari, oleh karena itu perlu dilakukan kembali analisis percontoh standar untuk parameter MgO dengan memperhatikan kesalahan-kesalahan tersebut.

Uji coba metode peleburan terhadap percontoh pasir besi

Distribusi hasil analisis percontoh pasir besi Fe_{total} , TiO_2 , SiO_2 , Al_2O_3 , CaO , MgO , dan Cr_2O_3 ditunjukkan pada Gambar 4. Hasil uji-t dan uji-F ditunjukkan pada Tabel 5. Pada percontoh pasir besi ini, kandungan oksida yang terkandung di dalamnya belum diketahui sehingga perhitungan statistika yang dilakukan hanya uji- T_2 (perbandingan dua kumpulan data) dan uji-F.

Uji-t percontoh pasir besi

Untuk percontoh pasir besi semua unsur/senyawa yang dianalisis mempunyai nilai Uji-t pada $T_{hitung} < T_{tabel}$ (Tabel 5). Hal ini menunjukkan bahwa kedua metode tidak mempunyai perbedaan yang nyata. Dari data tersebut besar kemungkinan peleburan dengan campuran natrium karbonat dan natrium tetraborat dapat dijadikan sebagai metode pengganti.

Uji-F percontoh pasir besi

Uji-F untuk semua unsur/senyawa pada percontoh pasir besi dari kedua metode memberikan nilai presisi/variansi yang tidak jauh berbeda ($F_{hitung} < F_{tabel}$) dan kriteria uji (H_0) diterima, jadi kemungkinan besar peleburan dengan campuran natrium karbonat dan natrium tetraborat dapat diterima dan digunakan sebagai metode pengganti.

KESIMPULAN DAN SARAN

Kesimpulan

Dari serangkaian kegiatan kajian metode peleburan ini dan dari semua data yang sudah dihitung secara statistika, menunjukkan beberapa hasil uji sebagai berikut:

- Untuk CRM *iron ore 690* dengan menggunakan pelebur Na_2O_2 : H_0 (T_1) 3 diterima, 3 ditolak; H_0 (T_2) diterima; H_0 (F_1) 5 diterima, 1 ditolak; H_0 (F_2) 5 diterima, 1 ditolak.
- Untuk CRM *iron ore 690* dengan menggunakan pelebur campuran $Na_2CO_3/Na_2B_4O_7$: H_0 (T_1) ditolak; H_0 (T_2) diterima; H_0 (F_1) 5 diterima, 1 ditolak; H_0 (F_2) 5 diterima, 1 ditolak.
- Untuk percontoh pasir besi dengan menggunakan pelebur Na_2O_2 : H_0 (T_2) diterima; H_0 (F_1) diterima; H_0 (F_2) diterima.
- Untuk percontoh pasir besi dengan menggunakan pelebur campuran $Na_2CO_3/Na_2B_4O_7$: H_0 (T_2) diterima; H_0 (F_1) diterima; H_0 (F_2) diterima.

Dari keseluruhan hasil uji, kriteria diterima lebih banyak daripada kriteria ditolak. Kriteria ditolak banyak muncul pada nilai yang berkaitan dengan keakuratan hasil analisis. Penyimpangan yang terjadi konstan yaitu hasil selalu lebih besar dari nilai benar dan terjadi pada parameter yang sama. Penyimpangan seperti ini disebabkan oleh kesalahan sistematis yang pada dasarnya bisa dihindari.

Ditinjau dari hasil nilai uji berbagai jenis pengujian yang telah dilakukan maka peleburan dengan campuran natrium karbonat dan natrium tetraborat, untuk pasir besi dapat dijadikan sebagai metode pengganti pelebur natrium peroksida.

Saran

Dengan adanya kesalahan-kesalahan yang menyebabkan terjadinya penyimpangan hasil terutama pada percontoh CRM *iron ore 690*, pada kegiatan metode peleburan ini perlu dilakukan beberapa percobaan teknis analisis terutama dalam hal penghilangan ion pengganggu.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih disampaikan kepada Sdri Elvi Rahmawati yang telah membantu melakukan uji statistika data analisis, personel Laboratorium Kimia yang membantu dalam analisis sampel CRM iron ore 690 dan analisis percontohan pasir besi. Ucapan terima kasih juga disampaikan kepada Prof. Dr. Siti Rohani, M.Sc., yang telah membantu memberikan kritik dan perbaikan terhadap kegiatan ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Aidah, S., Ngatiji, Farida, dan Yusnitha, E., 2008, Uji homogenitas sampel UO_2 dan U_3O_8 untuk uji profisiensi, *Proceeding Seminar Pengelolaan Perangkat Nuklir*, Serpong, hal. 29-34.
- ASTM E246-2010, *Standard test method for determination of iron in iron ores and related materials by dichromate titrimetry*.
- ASTM E877-2008, *Standard practice for sampling and sample preparation of iron ores and related materials for determination of chemical composition*.
- Balcerzak, M., 2002, Sample digestion methods for determination of traces of precious metals by spectrometric techniques, *Analytical Sciences*, July, vol 18, p.737-750.
- Bhargava, O.P., 2006, *Encyclopedia of analytical chemistry: Iron ore, sample preparation and analysis*, Published online 15 September 2006.
- ISO 13528:2005, *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons*.
- Korsakova, N. V., Toropchenova, E. S., Krigman, L. V., Budarina, N. V., dan Kubrakova I. V., 2010, Analysis of silicate materials using the microwave-assisted sample preparation, *Inorganic Materials*, Volume 46, Number 14, p.1513-1517.
- Susanto, Y., 2006, Uji student (uji-T), materi kursus; pengolahan data hasil validasi metode analisis kimia.
- Yuliana, T., 2006. Seleksi data dan uji Fischer, materi kursus; pengolahan data hasil validasi metode analisis kimia.
- Yusiasih, R. dan Yuliana, T. 2006. Uji homogenitas, materi kursus; pengolahan data hasil validasi metode analisis kimia.
- Yusiasih, R. 2009, Homogenitas target dalam matrik pada analisis residu pestisida karbamat dalam tomat, *Jurnal Kimia Terapan Indonesia*, Vol 11, No. 1, Juni.