

UJI HOMOGENITAS DAN STABILITAS KANDIDAT BAHAN STANDAR ZIRKONIL KLORIDA (ZrOCl_2) HASIL OLAH PASIR ZIRKON KALIMANTAN DENGAN METODE F-AAS

THE HOMOGENEITY, AND STABILITY TEST OF ZIRCONYL CHLORIDE (ZrOCl_2) PRODUCT FROM KALIMANTAN BY FLAME ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY (F-AAS) METHOD

Supriyanto C., Samin

Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan, BATAN
Jl. Babarsari Kotak Pos 6101 ykbb, Yogyakarta 55281
email :supriyantociprianus@gmail.com

Diterima 19 Desember 2013, diterima dalam bentuk perbaikan 22 Januari 2014, disetujui 27 Januari 2014

ABSTRAK

UJI HOMOGENITAS DAN STABILITAS KANDIDAT BAHAN STANDAR ZIRKONIL KLORIDA (ZrOCl_2) HASIL OLAH PASIR ZIRKON KALIMANTAN DENGAN METODE F-AAS. Pembuatan bahan standar zirkonil klorida hasil olah pasir zirkon perlu dilakukan untuk mendukung kegiatan pilot plant pembuatan zirkonia di PTAPB-BATAN. Tujuan pembuatan bahan standar adalah untuk mengontrol kualitas produk zirkonia, validasi metode dan kalibrasi alat. Persyaratan yang harus dipenuhi sebagai kandidat bahan standar antara lain bahan tersebut homogen dan stabil, sehingga diperlukan uji homogenitas dan uji stabilitas. Uji homogenitas dan uji stabilitas dilakukan dengan metode statistik berdasarkan data kadar Zr dan Fe yang diperoleh secara F-AAS. Diperoleh nilai kepekaan dan presisi alat uji yang memenuhi persyaratan, masing-masing dengan kepekaan 0,019 ppm (persyaratan 0,040 ppm), dan presisi 0,762 % (persyaratan 1 %). Berdasarkan perhitungan statistik menggunakan uji F diperoleh harga F hitung pada kadar Zr dan Fe masing-masing 0,389 dan 2,903. Karena harga F hitung < harga F tabel (= 3,779), maka dapat disimpulkan bahwa kandidat bahan standar sudah homogen. Diperoleh nilai selisih antara rerata hasil uji kedua dan rerata hasil uji homogenitas ($X_i - X_{hm}$) masing-masing 0,0349 dan 0,2645. Sedangkan nilai dari $0,3 \times nIQR$ ($0,3$ tetapan APLAC, $nIQR$ adalah selisih kuartil 3 dan 1 yang ternormalisasi) masing-masing 0,0551 dan 0,2774. Harga ($X_i - X_{hm}$) < $0,3 (nIQR)$, maka dapat disimpulkan bahwa kandidat bahan standar sudah stabil. Kadar Zr yang diperoleh dengan metode F-AAS bila dibandingkan dengan kadar Zr yang diperoleh dengan metode XRF pada signifikansi 1 % menunjukkan harga $t_0 < t_{\text{tabel}}$ ($2,37 < 3,169$), sehingga dapat disimpulkan tidak ada perbedaan rerata hasil antara kedua metode uji.

Kata kunci : Kandidat bahan pembanding ZrOCl_2 , uji homogenitas, uji stabilitas, SSA.

ABSTRACT

THE HOMOGENEITY, AND STABILITY TEST OF ZIRCONYL CHLORIDE (ZrOCl_2) PRODUCT FROM KALIMANTAN BY FLAME ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY (F-AAS) METHOD. In order to support the pilot plant of zirconia production at PTAPB-BATAN, standard materials of zirconyl chloride is absolutely needed. The aim of preparation of standard materials to be used to control the quality product of zirconia, validation the method, and for calibration instruments. Homogeneity and stability of sample play an important role in the fulfillment of candidate standard materials zirconyl chloride production requirements. To test the homogeneity, and stability using statistically data processing based on the content of Zr and Fe element were obtained by flame atomic absorption spectrophotometry (AAS) method. In the calibration of AAS test equipment, the values of sensitivity and precision test equipment obtained meets the requirements, such as a sensitivity of 0.019 ppm (0.040 ppm requirement), and the precision of 0.762% (1% requirement). Based on the calculation using F test statistically data processing were obtained that the values of calculated F were Zr 0.3890, and Fe 2,9036 respectively. The obtained value of calculated F were smaller than F table, so that the sample of candidate standard material zirconyl chloride were homogeneous. At the stability test based on the content of Zr and Fe element, the values of the differences between the mean values of the second test and the mean of the homogeneity ($X_i - X_{hm}$) were 0.0349 and 0.2645 respectively. Whereas the value of $0,3 \times nIQR$ ($0,3$ constanta from APLAC, $nIQR$ were the difference in quartile 3 and quartile 1 were normalized) were obtained that 0.0551 and 0.2774 respectively. The value of ($X_i - X_{hm}$) were obtained smaller than the value of $0,3 \times nIQR$, so that the sample of candidate standard material zirconyl chloride were stable. The content of Zr element in sample of candidate standard material zirconyl chloride was obtained by F-AAS method to compaired with XRF method

showed that at level of significant 5 % was obtained $t_0=2,37 > t_{table}=2.28$, show that the difference of average concentration, but lower than at level of significant 1 % ($t_{table}= 3.169$). Based on calculation of statistically data processing were concluded that the candidate of standard materials zirconyl chloride were homogeneous and stable. The results of comparative tests of Zr content with XRF method showed no difference in sigifikance 1 %.

Keywords : Candidate of standard material $ZrOCl_2$, homogeneity, stability, AAS method.

PENDAHULUAN

Uji kualitas adalah salah satu cara untuk mengetahui kebenaran dari data yang dihasilkan setelah dibandingkan dengan bahan standar pembanding (*Standard Reference Material*, SRM atau *Certified Reference Material*, CRM) yang dapat dipercaya, serta menolaknya apabila hasil pengujian tidak sesuai dengan bahan standar pembanding yang digunakan⁽¹⁾.

SRM didefinisikan sebagai bahan yang sifatnya cukup stabil dan homogen, yang ditetapkan dengan baik untuk digunakan dalam pengukuran atau untuk penetapan nilai suatu bahan. CRM didefinisikan sebagai SRM yang disertai sertifikat yang dikeluarkan oleh lembaga berwenang, dengan satu atau lebih nilai sifat dengan ketidakpastian dan ketertelusuran menggunakan prosedur yang valid⁽²⁾.

Bahan acuan standar pertama kali digunakan oleh Flanagan pada tahun 1986 yang bertujuan untuk mengontrol kualitas dari data analisis pada contoh uji mineral⁽³⁾. 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 limit deteksi, presisi dan akurasi dari pengukuran-pengukuran atau analisis sampel, perkembangan dalam pembuatan bahan acuan standar masih terus dilakukan hingga sekarang.

Laboratorium PTAPB BATAN Yogyakarta, merupakan laboratorium pengujian yang telah terakreditasi oleh Komite Akreditasi Nasional (KAN). Masalah yang selalu muncul sebagai laboratorium pengujian adalah belum dimilikinya teknologi pembuatan bahan acuan standar (CRM/SRM). Bahan acuan standar (CRM/SRM) diperlukan sebagai kontrol kualitas produk, validasi metode, sertifikasi produk, kalibrasi alat uji, dan pelayanan pada customer. Selama ini untuk memenuhi kebutuhan bahan acuan standar dilakukan dengan cara membeli/memesan dari luar negeri dengan harga yang sangat mahal dan matriksnya tidak selalu sama dengan yang dibutuhkan. Untuk menyelesaikan permasalahan tersebut di atas, perlu dilakukan penelitian tentang pembuatan bahan acuan standar. Terkait dengan kegiatan *pilot plant* pembuatan zirkonia di PTAPB-BATAN, maka sangat diperlukan adanya bahan acuan standar (CRM/SRM) baik CRM/SRM bahan baku, produk antara, maupun produk akhir.

Zirkonil klorida merupakan produk antara dari pengolahan pasir zirkon menjadi zirkon oksida. Pada proses basah, zirkonil klorida dihasilkan dengan cara peleburan pasir zirkon menggunakan natrium hidroksida sesuai reaksi⁽⁴⁾ :



Tahap selanjutnya adalah dilakukan proses pelindihan menggunakan air dilanjutkan proses pelarutan menggunakan HCl sehingga diperoleh $ZrOCl_2 \cdot 8 H_2O$ sesuai reaksi sebagai berikut :



Hasil yang diperoleh ($ZrOCl_2 \cdot 8 H_2O$) kemudian dilakukan kalsinasi pada suhu 1100 °C sehingga diperoleh ZrO_2 sesuai reaksi berikut :



Dalam pembuatan CRM zirkonil klorida sebagai produk antara, salah satu persyaratan yang harus dipenuhi adalah kandidat CRM zirkonil klorida harus homogen dan stabil^(1,5). Untuk memenuhi persyaratan

tersebut, diperlukan uji homogenitas dan uji stabilitas kandidat CRM zirkonil klorida. Samin dkk⁽⁶⁾ telah melakukan uji homogenitas terhadap kandidat bahan acuan standar pasir zirkon menggunakan metode uji XRF. Hasil penelitian menunjukkan kandidat bahan acuan standar pasir zirkon berdasarkan parameter Zr sebagai unsur mayor dan Hf sebagai unsur minor adalah homogen dan stabil. Pada penelitian ini uji homogenitas dan uji stabilitas terhadap kandidat CRM zirkonil klorida dilakukan dengan metode uji nyala spektrometri serapan atom dengan beberapa kelebihan antara lain mudah, sederhana dan mempunyai sensitivitas yang tinggi.

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kadar unsur Zr dan Fe dalam kandidat CRM zirkonil klorida dengan metode uji nyala spektrometri serapan atom. Dari data yang diperoleh kemudian dilakukan perhitungan secara statistik, sehingga dapat memberikan informasi tentang homogenitas dan stabilitas kandidat CRM zirkonil klorida. Hipotesis dari penelitian ini adalah contoh uji kandidat CRM zirkonil klorida berdasarkan kadar Zr, dan Fe yang diperoleh sudah homogen dan stabil.

METODOLOGI

Bahan

Bahan-bahan yang digunakan meliputi contoh uji kandidat bahan standar zirkonil klorida hasil olah pasir zirkon Kalimantan, lolos 200 mesh, larutan standar Zr konsentrasi 1000 ppm buatan Merck, larutan standar spektrosol Cd, Cr, Cu, Fe, Mn, Pb dan Si masing-masing konsentrasi 1000 ppm buatan BDH, bahan pelarut asam nitrat pekat, asam klorida pekat dan asam fluorida pekat, larutan *modifier* (larutan campuran NH_4Cl 0,3 N, HCl 0,1 N, Fe 400 ppm dan Al 300 ppm) masing-masing buatan Merck, CRM Soil 7 digunakan untuk validasi metode uji, bahan bakar asetilen dan nitrous oksid dari Sentra Multi Gas Utama Yogyakarta.

Alat

Pada penelitian ini digunakan satu perangkat alat spektrometer serapan atom (SSA) tipe 50 AA buatan Varian Techtron, Australia, teflon bom digester, peralatan dari gelas (gelas beker, labu ukur), vial polietilen, mikro pipet effendorf, tungku pemanas, kompor listrik dan neraca analitik.

Tata Kerja

Pelarutan contoh uji kandidat bahan standar zirkonil klorida.

Contoh uji ditimbang 0,1 g, dimasukkan ke dalam tabung teflon (Gambar 1), ditambah 1 ml asam fluorida pekat, dan 1 ml asam nitrat pekat, dimasukkan ke dalam tabung, ditutup rapat dan dipanaskan pada suhu 150 °C selama 4 jam dalam tungku pemanas. Setelah dingin dituang ke dalam gelas beker teflon, dan dipanaskan di atas pemanas pasir. Hasil pemanasan setelah dingin dituang ke dalam labu takar 10 ml dan ditepatkan dengan penambahan akuades sampai batas tanda.



Gambar 1. Bejana digesti asam⁽⁷⁾.

Verifikasi alat uji SSA

Verifikasi alat uji SSA dilakukan dengan menentukan kepekaan dan presisi alat uji yaitu dengan membuat 1 buah larutan campuran yang terdiri atas larutan standar Cu 1000 ppm, HNO_3 1 N, dan akuades. Konsentrasi akhir Cu dalam larutan 2 ppm, dan konsentrasi akhir HNO_3 dalam larutan 0,1 N. Kepekaan alat uji ditentukan dengan mengukur serapan larutan tersebut dengan 3 kali pengukuran, sedangkan presisi alat uji

ditentukan dengan menghitung simpangan baku dari pengukuran 6 kali serapan larutan tersebut. Kepekaan dan presisi alat uji dihitung secara aproksimasi menggunakan formula⁽⁸⁾:

$$\text{Kepekaan (S)} = 0,0044 (C_1 / A_1) \quad (6)$$

0,0044 adalah nilai serapan setara dengan 1 % *T* (transmitansi)

C_1 = konsentrasi Cu 2 ppm

A_1 = rata-rata serapan Cu 2 ppm.

$$\text{Presisi (s)} = (A-B) \times 0,40 \times 100 \% \quad (7)$$

A = nilai serapan tertinggi, B = nilai serapan terendah

0,40 adalah serapan maksimum dari rentang serapan linier (0,2-0,4).

Uji Homogenitas ZrOCl_2 .

Contoh uji ZrOCl_2 yang sudah lolos 200 mesh dan telah dihomogenkan, dimasukkan ke dalam beberapa wadah. Selanjutnya dipilih sejumlah ($n \geq 10$) kemasan secara acak. Dari setiap wadah dihomogenkan kembali dan diambil dua bagian untuk dianalisis secara duplo. Untuk mengetahui homogenitas kandidat bahan standar ZrOCl_2 digunakan metode statistik uji- F , dengan formula^(9, 12):

Kriteria I jika $F_{\text{hitung}} < F_{\text{tabel}}$,

$$\text{MSB} = \frac{\sum [(a_i + b_i) - \bar{x}_{(a_i + b_i)}]^2}{2(n-1)} \quad (8)$$

$$\text{MSW} = \frac{\sum [(a_i - b_i) + \bar{x}_{(a_i - b_i)}]^2}{2n} \quad (9)$$

$$F_{\text{hitung}} = \frac{\text{MSB}}{\text{MSW}} \quad (10)$$

Kriteria II jika $\text{SD}_{\text{sampling}} / \delta < 0,3$

$$\text{SD}_{\text{sampling}} = \sqrt{(\text{MSB} - \text{MSW}) / 2} \quad (11)$$

$\delta = 1,1$ (nilai target untuk SD acuan)

Uji stabilitas ZrOCl_2 .

Uji stabilitas dilakukan dengan analisis kembali contoh uji berdasarkan perbedaan waktu. Sebagai data pertama digunakan dari hasil uji homogenitas, data kedua dan seterusnya diperoleh dengan melakukan analisis pada saat yang diinginkan. Contoh uji dikatakan stabil jika antara data pertama dan kedua atau data pertama dan ketiga, tidak menunjukkan perbedaan signifikan yang ditentukan dengan formula^(9, 12):

$$\text{Jika } |\bar{x}_i - \bar{x}_{hm}| < 0,3 \times n\text{IQR} \quad (12)$$

$\bar{x}_i$ = rata-rata hasil uji contoh kedua

$\bar{x}_{hm}$ = rata-rata hasil uji homogenitas

0,3 = konstanta yang ditetapkan oleh APLAC

$n\text{IQR}$ = selisih antara kuartil 3 dan kuartil 1 yang ternormalisasi

HASIL DAN PEMBAHASAN

Untuk memperoleh sajian data yang valid, pada pengujian menggunakan metode uji nyala spektrofotometri serapan atom (SSA), diperlukan 3 (tiga) parameter yang harus diperhatikan, masing-masing adalah pelarutan contoh uji, alat uji yang digunakan, dan validasi metode uji. Pelarutan contoh uji merupakan parameter yang berpengaruh terhadap keberhasilan suatu pengujian. Pengujian dengan SSA contoh uji dalam bentuk larutan, oleh karena itu diperlukan metode pelarutan terutama pada contoh uji yang sukar larut menggunakan pemanasan secara terbuka di atas kompor pemanas (konvensional) seperti contoh uji tanah, sedimen, pasir. Pelarutan contoh uji ZrOCl_2 dilakukan dengan menggunakan teknik pelarutan digesti bom asam (Gambar 1) dengan beberapa kelebihan proses pelarutan lebih cepat, kontaminasi dari luar rendah, tanpa kehilangan elemen penting, dan aman.

Verifikasi terhadap alat uji SSA yang akan digunakan diperoleh dengan menentukan harga kepekaan dan presisi alat uji. Berdasarkan perhitungan menggunakan formula (6) dan (7), diperoleh kepekaan dan presisi alat uji SSA seperti disajikan dalam Tabel 1, sebagai berikut :

Tabel 1. Kalibrasi eksternal dan internal alat uji SSA metode nyala

No.	Parameter	Cu 2 ppm	ASTM ⁽⁸⁾
1.	Kepekaan (ppm)	0,021	0,040
2.	Presisi (%)	0,610	1,0

Berdasarkan Tabel 1, dapat dikatakan bahwa alat uji SSA adalah memenuhi persyaratan sebagai alat uji dengan perolehan kepekaan dan presisi masing-masing memenuhi persyaratan ASTM.

Tabel 2. Perhitungan nilai MSB

Kode contoh	Zr (1)		a_i+b_i	$(a_i+b_i)-X(a_i+b_i)$	$\{(a_i+b_i)-X(a_i+b_i)\}^2$
1	27,33	26,54	53,87	0,3802	0,14455204
2	26,19	27,12	53,31	-0,1798	0,03232804
3	26,26	27,168	53,428	-0,0618	0,00381924
4	26,33	26,68	53,01	-0,4798	0,23020804
5	27,21	26,52	53,73	0,2402	0,05769604
6	26,78	26,76	53,54	0,0502	0,00252004
7	27,44	26,66	54,1	0,6102	0,37234404
8	26,54	26,42	52,96	-0,5298	0,28068804
9	26,45	26,71	53,16	-0,3298	0,10876804
10	27,11	26,68	53,79	0,3002	0,09012004
jumlah	267,64	267,258	534,898	-2,13163E-14	1,3230436
rerata	26,764	26,7258	53,4898	-2,13163E-15	0,13230436
MSB	0,073502422				

Tabel 3. Perhitungan nilai MSW :

Kode contoh	Zr (1)	Zr (2)	a_i+b_i	$(a_i+b_i)-X(a_i+b_i)$	$\{(a_i+b_i)-X(a_i+b_i)\}^2$
1	27,33	26,54	0,79	0,7518	0,56520324
2	26,19	27,12	-0,93	-0,9682	0,93741124
3	26,26	27,168	-0,908	-0,9462	0,89529444
4	26,33	26,68	-0,35	-0,3882	0,15069924
5	27,21	26,52	0,69	0,6518	0,42484324
6	26,78	26,76	0,02	-0,0182	0,00033124
7	27,44	26,66	0,78	0,7418	0,55026724
8	26,54	26,42	0,12	0,0818	0,00669124
9	26,45	26,71	-0,26	-0,2982	0,08892324
10	27,11	26,68	0,43	0,3918	0,15350724
jumlah	267,64	267,258	0,382	0	3,7731716
rerata	26,764	26,7258	0,0382	0	0,37731716
MSW	0,18865858				
$F_{Hitung} = MSB/MSW = 0,389$			$F_{Tabel} = 3,779$		
$F_{Hitung} < F_{Tabel}$ (homogen)					

Uji homogenitas terhadap zirkonil klorida dilakukan dengan cara menentukan harga *mean square between* (MSB), menentukan harga *mean square within* (MSW), menentukan harga $F_{hitung} = (MSB/MSW)$, kemudian sampel dinyatakan homogen jika $F_{hitung} < F_{tabel}$.

Perhitungan harga MSB, MSW dan F_{hitung} berdasarkan kadar unsur Zr dalam kandidat bahan standar zirkonil klorida menggunakan formula (8), (9), dan (10) seperti disajikan pada Tabel 2, dan Tabel 3. Berdasarkan perhitungan pada Tabel 2 dan 3, diperoleh harga $F_{hitung} < F_{tabel}$ ($0,389 < 3,779$), maka dapat dikatakan bahwa contoh uji sudah homogen. Perhitungan harga MSB, MSW dan F_{hitung} berdasarkan kadar unsur Fe disajikan dalam lampiran 1.

Tabel 4. Perhitungan uji stabilitas berdasarkan kadar Zr

Kode contoh	Zr (1)	Zr (2)	Zr rerata
	27,33	26,54	26,935
	26,19	27,12	26,655
	26,26	27,168	26,714
	26,33	26,68	26,505
	27,21	26,52	26,865
	26,78	26,76	26,77
	27,44	26,66	27,05
	26,54	26,42	26,48
	26,45	26,71	26,58
	27,11	26,68	26,895
X_i (1)	26,54	27,02	26,78
X_i (2)	26,69	26,59	26,64
	X_{hm}		26,7449
	X_i		26,71
n (tetapan)	0,7413		
median			26,742
3q			26,8725
1q			26,625
IQR			0,2475
nIQR			0,183472
$0,3 \times nIQR$			0,055042
$ X_i - X_{hm} $			0,0349
Karena $ X_i - X_{hm} < 0,3 \times nIQR$ maka contoh stabil			

Uji stabilitas terhadap kandidat bahan standar zirkonil klorida dilakukan dengan analisis ulang contoh uji pada waktu yang diinginkan, misalnya 1, 2, atau 3 bulan penyimpanan contoh uji dengan data pertama yang digunakan adalah data dari hasil uji homogenitas, seperti disajikan pada Tabel 4.

Berdasarkan kadar Zr yang diperoleh dan perhitungan secara statistik menggunakan formula (12), diperoleh nilai $(X_i - X_{hm})$ lebih kecil dari nilai $(0,3 \times nIQR)$, yaitu $0,2645 < 0,2774$, sehingga dapat dikatakan bahwa contoh uji kandidat bahan standar zirkonil klorida adalah stabil. Perhitungan uji stabilitas berdasarkan kadar unsur Fe disajikan pada lampiran 2.

Susanna dkk⁽¹⁰⁾, telah melakukan uji homogenitas dan stabilitas terhadap kandidat CRM zirkonil klorida menggunakan metode XRF dengan hasil kandidat CRM sudah homogen dan stabil berdasarkan parameter Zr. Untuk memperoleh keabsahan data hasil uji yang diperoleh dengan metode F-AAS, dilakukan komparasi kadar Zr yang diperoleh antara kedua metode tersebut. Komparasi dilakukan dengan perhitungan secara statistik uji t, dengan menggunakan rumus sebagai berikut⁽¹¹⁾:

$$t_0 = \frac{|X_1 - X_2|}{\sqrt{\frac{S_1^2}{n_1} + \frac{S_2^2}{n_2}}} \quad (13)$$

$$S = \sqrt{\frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{(n-1)}} \quad (14)$$

dengan :

X_1 dan X_2 = rerata hasil uji dengan metode 1 dan metode 2

S_1 dan S_2 = simpangan baku yang diperoleh dengan metode 1 dan metode 2

n_1 dan n_2 = jumlah pengulangan

Berdasarkan data perhitungan nilai t_0 seperti disajikan pada Tabel 5, pada taraf signifikansi 5 % diperoleh nilai $t_0 = 2,37 >$ dari nilai t_t ($t_{\text{tabel}} = 2,28$). Hal ini berarti ada perbedaan rerata hasil uji antara metode AAS maupun XRF, tetapi nilai t_0 yang diperoleh masih lebih kecil dengan nilai t_t pada tingkat signifikansi 1 % ($t_t = 3,169$).

Tabel 5. Data perhitungan uji t metode F-AAS dan XRF untuk kadar Zr

Unsur	Hasil uji (%)	
	Metode F-AAS	Metode XRF ⁽¹²⁾
Zr	27,33	27,404
	26,19	27,169
	26,26	27,346
	26,33	27,862
	27,21	27,283
	26,78	27,729
	27,44	27,085
	26,54	27,474
	26,45	27,638
	27,11	27,458
Rerata = 26,764		Rerata = 27,445
S = 0,473		S = 0,244
S ² = 0,224		S ² = 0,059
n = 10		n = 10
$t_0 = 2,37$		
t_t (5 %) = 2,28		
t_t (1 %) = 3,169		

KESIMPULAN

Metode uji F-AAS masih layak digunakan untuk analisis unsur, dengan perolehan kepekaan dan presisi yang memenuhi persyaratan. Diperoleh kadar unsur Zr dan Fe dalam kandidat bahan standar zirkonil klorida masing-masing Zr : $26,764 \pm 0,473$ %, dan Fe : $50,378 \pm 1,507$ ppm. Perhitungan statistik menggunakan uji F berdasarkan kadar Zr dan Fe masing-masing memberikan harga $F_{\text{hitung}} < F_{\text{tabel}}$ sehingga kandidat bahan standar zirkonil klorida sudah homogen. Demikian juga pada uji stabilitas, berdasarkan kadar unsur Zr dan Fe masing-masing diperoleh harga $|X_i - X_{\text{nm}}| < 0,3 \times n\text{IQR}$ sehingga kandidat bahan standar zirkonil klorida stabil. Rerata kadar Zr yang diperoleh dengan metode F-AAS apabila dibandingkan dengan rerata kadar Zr yang diperoleh dengan metode XRF menunjukkan tidak ada perbedaan yang nyata pada signifikansi 1 % dengan perolehan $t_0 < t_t$.

DAFTAR PUSTAKA

1. SUMARDI, Pengembangan Reference Material, Puslit Kimia LIPI Bandung, (2007).
2. ANONIM, *ISO Guide 35*, (2006)
3. ANONIM, *ISO/IEC Guide 99*, (2007)

4. DWI RETNANI S., "Pembuatan Zirkonia Kstabilan Parsial Dengan Cara Pengendapan", PPI-PDIPTN-BATAN Yogyakarta, (2008), 65-69.
5. RETNO YULIASIH, "Homogenitas Target Dalam Matrik Pada Analisis Residu Pestisida Karbamat Dalam Tomat", Jurnal Kimia Terapan Indonesia, Pusat Penelitian Kimia LIPI, ISSN 0853 – 2788, Vol. 11, No. 1, (2009).
6. SAMIN, SUSANNA TS., SUPRIYANTO C. "Pembuatan dan Sertifikasi Bahan Acuan Standar (SRM) Natrium Zirkonat", PPI-PDIPTN-BATAN Yogyakarta, (2011), 189-196.
7. ANONIM, *General Purpose Acid Digestion Bombs*, Illinois : Parr Instrument Company, (2008).
8. ASTM E 663-86 (Reapproved 1991), *Standard Practice for Flame Atomic Absorption Analysis*, American Nasional Standard, Philadelphia, (1991)
9. ANONIM, *Pedoman Statistik Uji Profisiensi*, DPLP 23 Rev.0 KAN, (2005).
10. SUSANNA TUNING S., SAMIN, "Homogenitas dan stabilitas kandidat bahan standar zirkonil klorida dengan metode XRF", Prosiding Semnas XXI Kimia dalam industri dan lingkungan, Yogyakarta, (2012), 33-40.
11. SUKARJO, *Analisis Varians Dalam Bidang Kimia Analisis*, Yogyakarta, (1989).
12. ANONIM, ISO Guide 13528, (2005)

Lampiran 1. Perhitungan MSB dan MSW untuk Uji Homogenitas berdasarkan kadar Fe

Tabel 6. Perhitungan MSB

Kode contoh	Fe (1)	Fe (2)	a_i+b_i	$(a_i+b_i)-X(a_i+b_i)$	$\{(a_i+b_i)-X(a_i+b_i)\}^2$
1	50,11	50,32	100,43	-0,211	0,044521
2	49,50	49,27	98,77	-1,871	3,500641
3	50,93	49,16	100,09	-0,551	0,303601
4	50,55	51,56	102,11	1,469	2,157961
5	49,18	50,96	100,14	-0,501	0,251001
6	48,31	48,59	96,90	-3,741	13,995081
7	49,10	48,97	98,07	-2,571	6,610041
8	51,93	51,49	103,42	2,779	7,722841
9	53,44	50,35	103,79	3,149	9,916201
10	50,73	51,96	102,69	2,049	4,198401
jumlah	503,78	502,63	1006,41	9,9476E-14	48,70029
rerata	50,378	50,263	100,641	1,80865E-14	4,870029
MSB	2,705571667				

Tabel 7. Perhitungan MSW

Kode contoh	Fe (1)	Fe (2)	a_i+b_i	$(a_i+b_i)-X(a_i+b_i)$	$\{(a_i+b_i)-X(a_i+b_i)\}^2$
1	50,11	50,32	-0,21	-0,325	0,105625
2	49,50	49,27	0,23	0,115	0,013225
3	50,93	49,16	1,77	1,655	2,739025
4	50,55	51,56	-1,01	-1,125	1,265625
5	49,18	50,96	-1,78	-1,895	3,591025
6	48,31	48,59	-0,28	-0,395	0,156025
7	49,10	48,97	0,13	0,015	0,000225
8	51,93	51,49	0,44	0,325	0,105625

Kode contoh	Fe (1)	Fe (2)	a_i+b_i	$(a_i+b_i)-X(a_i+b_i)$	$\{(a_i+b_i)-X(a_i+b_i)\}^2$
9	53,44	50,35	3,09	2,975	8,850625
10	50,73	51,96	-1,23	-1,345	1,809025
jumlah	503,78	502,63	1,15	0	18,63605
rerata	50,378	50,263	0,115	0	1,863605
MSW	0,9318025				
$F_{Hitung} = 2,903589$			$F_{Tabel} = 3,779$		$F_{Hitung} < F_{Tabel}$ (homogen)

Lampiran 2. Perhitungan Uji stabilitas berdasarkan kadar Zr.

Tabel 8. Perhitungan uji stabilitas berdasarkan kadar Fe.

Kode contoh	Fe (1)	Fe (2)	Fe (rerata)
1	50,11	50,32	50,215
2	49,50	49,27	49,385
3	50,93	49,16	50,045
4	50,55	51,56	51,055
5	49,18	50,96	50,070
6	48,31	48,59	48,45
7	49,10	48,97	49,035
8	51,93	51,49	51,710
9	53,44	50,35	51,895
10	50,73	51,96	51,345
X_i (1)	51,83	48,77	50,300
X_i (2)	47,89	51,86	50,870
X_{hm}	50,378	50,263	50,3205
X_i	49,86	50,315	50,585
n (tetapan)	0,7413		
median	50,33	50,335	50,2575
3q	51,155	51,5075	51,1275
1q	49,16	49,1125	49,88
IQR	1,995	2,395	1,2475
nIQR	1,47889	1,77541	0,92477
0,3 x nIQR	0,27743		
$X_i - X_{hm}$	0,2645		