

**PEMBUATAN BAHAN ACUAN BAKU PASIR BESI  
MENGUNAKAN INTER-LABORATORY STUDY**

**ESTABLISHMENT OF IRON SAND MATERIAL STANDARD  
USING INTER-LABORATORY STUDY**

Oleh:

**Khoirun Nahar dan Dedeh Dinarsih**

Pusat Sumber Daya Geologi  
Jl. Soekarno Hatta No. 444 Bandung

**SARI**

Pasir besi yang dijadikan sebagai bahan acuan baku (*standard reference material*) diperoleh dari pesisir pantai selatan Kabupaten Kulon Progo, Yogyakarta dan pesisir pantai selatan Kabupaten Ende, Nusa Tenggara Timur. Metode pembuatan bahan acuan baku meliputi metode pengambilan dan penanganan conto di lapangan, preparasi conto di laboratorium, pelabelan, analisis kimia di delapan laboratorium terhadap conto pasir besi, serta metoda pengolahan dan analisis data secara statistik. Analisis kimia di delapan laboratorium terhadap empat jenis conto pasir besi menghasilkan bahan acuan baku pasir besi dengan konsentrasi (% berat) berkisar antara 23,81% - 50,46% Fe total, 19,63% - 43,16%  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , 19,90% - 25,22% FeO, dan 3,74% - 7,60%  $\text{TiO}_2$ .

Kata kunci : pasir besi, laboratorium, bahan acuan baku.

**ABSTRACT**

*The standard reference material was made by using iron sand samples taken from southern coast of Kabupaten Kulon Progo, Yogyakarta, and southern coast of Kabupaten Ende, Nusa Tenggara Timur. The methods applied in this works included sampling technique and samples processing in the field, samples preparation in the laboratory, samples labelling/tagging, chemical analysis of iron sands, and some statistical works for the chemical analysis data. Four samples which analyzed at 8 laboratories produced iron sand standard reference material with characteristics as follow 23.81 – 50.46 (%w) Fe total, 19.63 – 43.16 (%w)  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , 19.90 – 25.22 (%w) FeO, and 3.74 – 7.60 (%w)  $\text{TiO}_2$ .*

*Keywords : iron sand, laboratory, standard reference material.*

**PENDAHULUAN**

Standard atau acuan dalam istilah kimia diartikan sebagai material atau bahan yang mengandung analit dengan konsentrasi yang telah diketahui. Bahan acuan tersebut memiliki peran penting di dalam proses analisa kimia karena fungsinya sebagai acuan untuk menentukan konsentrasi analit yang tidak diketahui atau untuk mengkalibrasi alat-alat ukur kimia. Dengan bahan acuan baku tersebut diharapkan hasil analisis kimia menjadi lebih akurat atau mendekati nilai sebenarnya (*true value*).

Penentuan keakuratan suatu proses analisis kimia biasanya memerlukan validasi metode yang dilakukan dengan bahan acuan baku (*standard*) yang telah diketahui konsentrasinya.

Bahan acuan baku (*standard reference material*) sebagai pengendali jaminan mutu hasil analisa kimia bisa didapatkan dengan cara membeli dari lembaga tertentu, misalnya *NIST* dari Amerika, dan disebut sebagai *CRM (certified reference material)*. *CRM* tersebut dilengkapi dengan sertifikat

yang berisi informasi tentang nama bahan dan konsentrasi kimia penyusun bahan. Namun biasanya CRM tersebut harganya sangat mahal dan ketersediaannya juga terbatas. Alternatif lain untuk penyediaan bahan acuan baku tersebut adalah dengan membuat sendiri, yang produknya biasa dikenal sebagai *in house standard*. Salah satu cara yang sudah dikenal untuk membuat bahan acuan baku adalah dengan cara pengujian antar laboratorium terhadap bahan yang akan dijadikan sebagai acuan.

Pasir besi yang dijadikan sebagai bahan acuan baku diperoleh dari pesisir pantai selatan Kabupaten Kulon Progo, Yogyakarta dan pesisir pantai selatan Kabupaten Ende, Nusa Tenggara Timur.

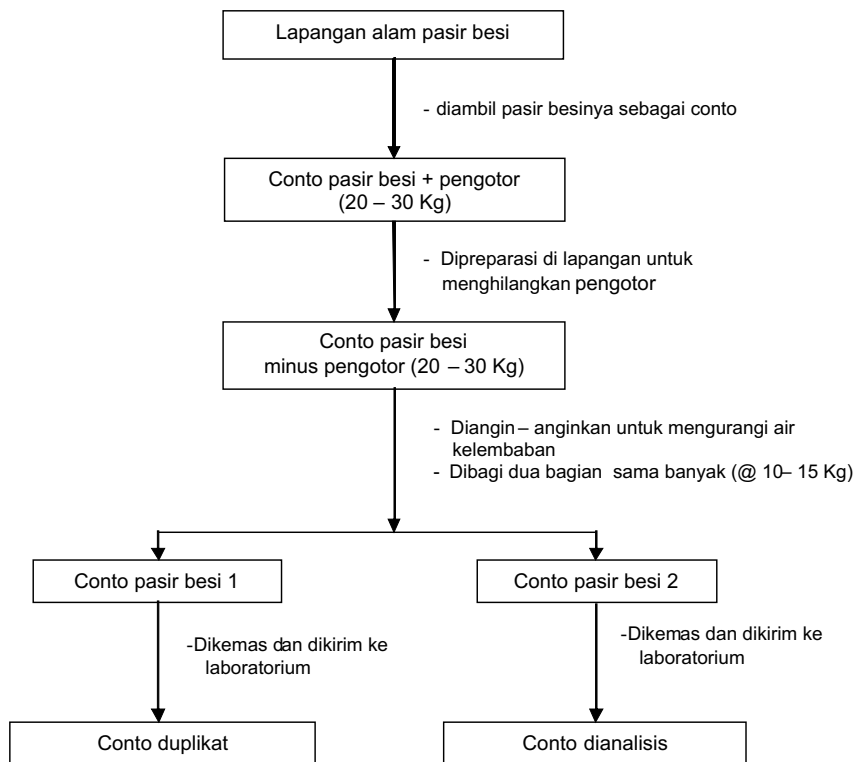
Tujuan penulisan makalah ini adalah untuk mengetahui akurasi dan presisi hasil analisis delapan laboratorium terhadap empat conto pasir besi yang dijadikan bahan acuan baku.

**Metodologi**

Metode pembuatan bahan acuan baku meliputi metode pengambilan dan penanganan conto di lapangan, preparasi conto di laboratorium, pelabelan, analisis

kimia di delapan laboratorium terhadap conto pasir besi, serta metode pengolahan dan analisis data secara statistik.

Pada pasir besi yang dari pesisir pantai selatan Kabupaten Kulon Progo, Yogyakarta dan pesisir pantai selatan Kabupaten Ende, Nusa Tenggara Timur, dilakukan preparasi di lapangan untuk menghilangkan pengotornya, conto diambil seberat 20-30 Kg. Dari kegiatan ini diperoleh empat jenis conto dengan perkiraan kandungan Fe total yang bervariasi. Empat jenis conto ini masing-masing diberi kode IA, IIA, VA (didapat dari pesisir pantai selatan Kabupaten Kulon Progo), dan ENDE-5 yang didapatkan dari pesisir pantai selatan Kabupaten Ende. Pasir besi yang didapatkan selanjutnya dibagi menjadi dua bagian, satu bagian untuk dianalisis di laboratorium Pusat Sumber Daya Geologi (PSDG) dan conto yang sama di bagian lain untuk dianalisis di tujuh laboratorium lain, yaitu di laboratorium Pusat Survei Geologi (PSG) Bandung, Intertek Jakarta, Balai Bahan Besar dan Barang Teknik (B4T) Bandung, Balai Keramik Bandung, Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Mineral dan Batubara (Tekmira) Bandung,



Gambar 1. Bagan alir pengambilan conto dan preparasi pasir besi.<sup>[4]</sup>

PT. Geoservices Bandung, dan Badan Tenaga Nuklir Nasional (Batn) Jakarta. Secara detail preparasi dan pembagian conto pasir besi dapat di lihat pada Gambar 1.

Pasir besi di laboratorium dilakukan preparasi digerus menggunakan alat *pulverizer* atau tema mill sampai lolos saringan 150 mesh dan dipastikan homogenitasnya dengan menggunakan alat *blending machine* sampai homogen (sekitar 8 jam). Selanjutnya conto pasir besi

dianalisis untuk ditentukan konsentrasi (%) Fe total, FeO, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CaO, MgO, Na<sub>2</sub>O, K<sub>2</sub>O, MnO, TiO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O (air kelembaban), Loss on Ignition (L<sub>o</sub>I), S total di delapan laboratorium yang berbeda. Data hasil analisis dari delapan laboratorium diolah secara statistik dan dianalisis dengan metoda *in lier* dan *out lier*.

**Hasil Analisis dan Pembahasan**

Masing-masing laboratorium yang dilibatkan dalam analisis kimia pasir besi ini menggunakan metoda yang biasa digunakan oleh laboratorium tersebut. Hasil

Tabel 1. Hasil analisis kimia conto pasir besi IA (*dry base*), Kulon Progo

LAB PENGUJI	HASIL ANALISIS (%)														
	Fe total	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	FeO	TiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	MnO	CaO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	P total	S total	SiO <sub>2</sub>	H <sub>2</sub> O	LOI
PSG	42,68	38,67	20,27	7,38	7,95	0,06	0,60	6,16	0,31	0,82	0,01	0,10	16,24	0,05	-
Intertek	41,83	59,82	53,82	6,18	5,85	4,60	0,58	5,01	0,34	0,58	0,46	0,00	17,62	0,20	0,10
B4T	-	60,48	-	9,75	0,09	1,50	1,93	1,87	0,03	0,04	0,01	0,01	24,28	-	0,00
Balai Keramik	46,73	44,36	20,16	9,64	2,03	1,18	0,26	2,02	0,68	3,13	0,01	0,35	15,00	0,44	0,02
Tekmira	42,70	41,00	18,00	7,90	5,05	4,83	0,52	4,75	0,31	0,89	-	-	16,65	0,20	-
Geoservices	41,43	59,25	-	6,33	5,84	4,97	0,57	5,16	0,36	0,84	0,21	0,06	18,04	0,11	-1,92
Batan	39,26	-	-	3,47	3,68	2,80	0,38	15,60	0,18	0,36	-	-	0,65	-	-
PSDG	41,59	36,03	21,16	6,68	6,22	4,90	0,59	5,25	0,32	0,70	0,21	0,02	16,52	0,22	0,52

Tabel 2. Hasil analisis kimia conto pasir besi IIA (*dry base*), Kulon Progo

LAB PENGUJI	HASIL ANALISIS (%)														
	Fe total	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	FeO	TiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	MnO	CaO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	P total	S total	SiO <sub>2</sub>	H <sub>2</sub> O	LOI
PSG	22,78	19,05	12,26	3,93	12,87	0,06	0,51	11,01	0,66	2,20	0,01	0,20	33,87	0,08	-
Intertek	23,79	34,03	30,61	3,42	9,21	6,39	0,46	9,00	0,73	1,39	0,39	0,01	35,17	0,10	0,10
B4T	-	40,09	-	7,38	0,12	2,46	0,77	1,86	0,05	0,02	0,01	0,01	47,23	-	-
Balai Keramik	34,45	32,82	14,76	7,27	2,04	0,40	0,05	0,93	0,79	2,94	0,01	0,18	35,82	0,77	0,02
Tekmira	27,00	26,30	11,10	4,16	8,09	6,78	0,39	8,08	0,70	1,49	-	-	32,80	0,21	-
Geoservices	24,77	35,42	-	3,55	9,21	6,76	0,45	9,13	0,76	1,61	0,18	0,03	35,70	0,01	-0,84
Batan	20,17	-	-	1,90	5,51	2,84	0,31	23,54	0,36	1,29	-	-	0,96	-	-
PSDG	24,37	20,21	13,18	3,64	9,48	6,38	0,47	9,21	0,67	1,56	0,15	0,03	20,33	0,15	0,69

Tabel 3. Hasil analisis kimia conto pasir besi VA (*dry base*), Kulon Progo

LAB PENGUJI	HASIL ANALISIS (%)														
	Fe total	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	FeO	TiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	MnO	CaO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	P total	S total	SiO <sub>2</sub>	H <sub>2</sub> O	LOI
PSG	47,59	40,95	24,58	9,10	7,56	0,03	0,43	3,00	0,19	0,66	0,01	0,10	5,11	0,04	-
Intertek	51,05	73,01	65,68	7,61	4,54	3,36	0,62	2,66	0,18	0,38	0,42	0,01	8,88	0,10	0,10
B4T	-	74,27	-	9,98	0,17	1,25	2,52	0,94	0,04	0,05	0,01	0,01	10,75	-	-
Balai Keramik	46,25	44,47	19,44	11,33	2,04	1,64	0,05	1,12	0,71	1,89	0,01	0,36	15,00	0,54	0,02
Tekmira	52,60	57,60	15,81	9,28	4,13	3,52	0,55	2,43	0,16	0,61	0,15	-	5,58	0,14	-
Geoservices	49,99	71,48	-	7,87	4,56	3,74	0,62	2,73	0,22	0,62	0,20	0,08	9,30	0,10	-2,46
Batan	50,57	-	-	4,36	2,60	2,14	0,43	7,46	0,11	0,25	-	-	0,99	-	-
PSDG	50,97	44,06	25,86	7,69	4,92	3,53	0,63	2,47	0,20	0,48	0,17	0,05	9,36	0,19	0,51

Tabel 4. Hasil analisis kimia conto pasir besi ENDE-5 (dry base), Ende

LAB PENGUJI	HASIL ANALISIS (%)														
	Fe total	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	FeO	TiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	MnO	CaO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	P total	S total	SiO <sub>2</sub>	H <sub>2</sub> O	LOI
PSG	42,68	38,67	20,27	7,38	7,95	0,06	0,60	6,16	0,31	0,82	0,01	0,10	16,24	0,05	-
Intertek	41,83	59,82	53,82	6,18	5,85	4,60	0,58	5,01	0,34	0,58	0,46	0,00	17,62	0,20	0,10
B4T	-	61,12	-	9,37	0,13	2,02	1,03	2,42	0,06	0,04	0,01	0,01	23,78	-	0,00
Balai Keramik	47,95	45,70	20,52	10,92	0,41	0,78	0,05	1,91	0,90	3,22	0,01	0,39	14,21	0,38	0,02
Tekmira	47,50	39,00	25,50	7,91	3,09	9,15	0,36	1,24	0,10	0,39	-	-	12,45	0,15	-
Geoservices	45,22	64,66	-	7,16	3,35	8,84	0,44	1,41	0,02	0,26	0,02	0,07	16,58	0,05	-2,66
Batan	43,70	-	-	3,95	1,88	5,07	0,31	5,33	0,02	0,07	-	-	1,47	-	-
PSDG	46,71	35,72	27,85	7,58	3,72	8,42	0,46	1,38	0,05	0,12	0,02	0,06	13,17	0,06	0,56

Tabel 5. Hasil uji pencilan data secara visual dari hasil analisis kimia conto pasir besi IA yang dilakukan oleh delapan laboratorium

LAB PENGUJI	HASIL ANALISIS (%)														
	Fe total	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	FeO	TiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	MnO	CaO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	P total	S total	SiO <sub>2</sub>	H <sub>2</sub> O	LOI
PSG	42,68	38,67	20,27	7,38	7,95*	0,06*	0,60	6,16	0,31	0,82	0,01*	0,10*	16,24	0,05*	-
Intertek	41,83	59,82*	53,82*	6,18	5,85	4,60	0,58	5,01	0,34	0,58	0,46*	0,00*	17,62	0,20	0,10*
B4T	-	60,48*	-	9,75*	0,09*	1,50*	1,93*	1,87*	0,03*	0,04*	0,01*	0,01*	24,28*	-	0,00*
Balai Keramik	46,73*	44,36*	20,16	9,64*	2,03*	1,18*	0,26*	2,02*	0,68*	3,13*	0,01*	0,35*	15,00	0,44*	0,02*
Tekmira	42,70	41,00	18,00	7,90	5,05	4,83	0,52	4,75	0,31	0,89	-	-	16,65	0,20	-
Geoservices	41,43	59,25*	-	6,33	5,84	4,97	0,57	5,16	0,36	0,84	0,21*	0,06*	18,04	0,11	-1,92*
Batan	39,26	-	-	3,47*	3,68	2,80	0,38	15,60*	0,18*	0,36*	-	-	0,65*	-	-
PSDG	41,59	36,03	21,16	6,68	6,22	4,90	0,59	5,25	0,32	0,70	0,21*	0,02*	16,52	0,22	0,52*

Keterangan : - penambahan tanda (\*) pada data menunjukkan bahwa data tersebut tidak terpakai  
 - tanda (-) pada kolom menunjukkan tidak ada data dari laboratorium pengujian terkait

Tabel 6. Hasil uji secara Dikson dari data hasil analisis conto pasir besi IA

LAB PENGUJI	HASIL ANALISIS (%)														
	Fe total	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	FeO	TiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	MnO	CaO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	P total	S total	SiO <sub>2</sub>	H <sub>2</sub> O	LOI
PSG	42,68	38,67	20,27	7,38	*	*	0,60	6,16	0,31	0,82	0,01	0,10	16,24	*	
Intertek	41,83	*	*	6,18	5,85	4,60	0,58	5,01	0,34	0,58	0,46	0,00	17,62	0,20	0,10
B4T		*		*	*	*	*	*	*	*	0,01	0,01	*		0,00
Balai Keramik	*	*	20,16	*	*	*	*	*	*	*	0,01	0,35	15,00	*	0,02
Tekmira	42,70	41,00	18,00	7,90	5,05	4,83	0,52	4,75	0,31	0,89			16,65	0,20	
Geoservices	41,43	*		6,33	5,84	4,97	0,57	5,16	0,36	0,84	0,21	0,06	18,04	0,11	-1,92
Batan	39,26*			*	*	2,80*	0,38*	*	*	*			*		
PSDG	41,59	36,03	21,16	6,68	6,22	4,90	0,59	5,25	0,32	0,70	0,21	0,02	16,52	0,22	0,52

analisis kimia dari empat jenis pasir besi ini disajikan dalam Tabel 1 sampai Tabel 3 hasil analisis conto pasir besi dari Daerah Kulon Progo, Yogyakarta dan Tabel 4 hasil analisis pasir besi dari Daerah Ende, Nusa Tenggara Timur.

Hasil analisis kimia yang cukup bervariasi selanjutnya diolah secara statistik dengan tujuan untuk mendapatkan hasil angka konsentrasi analit yang mendekati nilai sesungguhnya. Uji statistik yang dilakukan terhadap data hasil analisa kimia sebagaimana tersebut di atas meliputi

uji rataan, simpangan baku, presisi internal/eksternal, pencilan data (visual dan Dikson), *out-lier/in-lier*, dengan alat bantu perangkat lunak *Microsoft Office Excel*.

Data yang didapatkan selanjutnya diseleksi untuk menghilangkan hasil pengukuran yang secara ekstrim berbeda. Hal ini dilakukan dengan cara pencilan visual dan uji Dikson. Hasil uji pencilan data hasil analisa kimia conto pasir besi IA secara visual ditunjukkan dalam Tabel 5.

Hasil uji pencilan data secara visual dari hasil analisa kimia conto pasir besi IA

menunjukkan bahwa data yang bagus terdapat pada hasil pengukuran Fe total, TiO<sub>2</sub>, MgO, MnO, dan SiO<sub>2</sub>. Hasil pengukuran P total, S total, dan L<sub>o</sub>I tidak bisa diolah karena variansinya terlalu besar.

Selanjutnya data hasil uji pencilan secara visual dari contoh pasir besi IA dipilah-pilah lagi menggunakan uji Dikson. Uji ini dilakukan dengan cara terlebih dahulu

mengurutkan data dari data terkecil sampai terbesar.

Hasil uji pencilan data secara visual dari hasil analisis kimia contoh pasir besi IIA menunjukkan bahwa data yang bagus terdapat pada hasil pengukuran Fe total, K<sub>2</sub>O, dan Na<sub>2</sub>O. Hasil pengukuran P total, S total, H<sub>2</sub>O, dan LOI tidak bisa diolah karena variansinya terlalu besar.

Selanjutnya data hasil uji pencilan

Tabel 7. Hasil uji pencilan data secara visual dari hasil analisis kimia contoh pasir besi IIA yang dilakukan oleh delapan laboratorium

LAB PENGUJI	HASIL ANALISIS (%)														
	Fe total	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	FeO	TiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	MnO	CaO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	P total	S total	SiO <sub>2</sub>	H <sub>2</sub> O	LOI
PSG	22,78	19,05	12,26	3,93	12,87*	0,06*	0,51	11,01	0,66	2,20	0,01*	0,20*	33,87	0,08*	-
Intertek	23,79	34,03*	30,61*	3,42	9,21	6,39	0,46	9,00	0,73	1,39	0,39*	0,01*	35,17	0,10*	0,10
B4T	-	40,09*	-	7,38*	0,12*	2,46*	0,77*	1,86*	0,05*	0,02*	0,01*	0,01*	47,23*	-	-
Balai Keramik	34,45*	32,82*	14,76	7,27*	2,04*	0,40*	0,05*	0,93*	0,79	2,94*	0,01*	0,18*	35,82	0,77*	0,02
Tekmira	27,00	26,30*	11,10	4,16	8,09	6,78	0,39	8,08	0,70	1,49	-	-	32,80	0,21*	-
Geoservices	24,77	35,42*	-	3,55	9,21	6,76	0,45	9,13	0,76	1,61	0,18*	0,03*	35,70	0,01*	-0,84
Batan	20,17	-	-	1,90*	5,51	2,84*	0,31*	23,54*	0,36*	1,29	-	-	0,96*	-	-
PSDG	24,37	20,21	13,18	3,64	9,48	6,38	0,47	9,21	0,67	1,56	0,15*	0,03*	34,28	0,15*	0,69

Keterangan :- penambahan tanda (\*) pada data menunjukkan bahwa data tersebut tidak terpakai  
- tanda (-) pada kolom menunjukkan tidak ada data dari laboratorium pengujian terkait

Tabel 8. Hasil uji secara Dikson dari data hasil analisis kimia contoh pasir besi IIA

LAB PENGUJI	HASIL ANALISIS														
	Fe total	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	FeO	TiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	MnO	CaO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	P total	S total	SiO <sub>2</sub>	H <sub>2</sub> O	LOI
PSG	22,78	19,05	12,26	3,93	*	*	0,51	11,01	0,66	2,20*	0,01	0,20	33,87	0,08	
Intertek	23,79	*	*	3,42	9,21	6,39	0,46	9,00	0,73	1,39	0,39	0,01	35,17	0,10	0,10
B4T		*		*	*	*	*	*	*	*	0,01	0,01	*		
Balai Keramik	*	*	14,76	*	*	*	*	*	0,79	*	0,01	0,18	35,82	0,77	0,02
Tekmira	27,00	26,3*	11,10	4,16	8,09	6,78	0,39	8,08	0,70	1,49			32,80	0,21	
Geoservices	24,77	*		3,55	9,21	6,76	0,45	9,13	0,76	1,61	0,18	0,03	35,70	0,01	-0,84
Batan	20,17			*	5,51	2,84*	0,31	*	*	1,29			*		
PSDG	24,37	20,21	13,18	3,64	9,48	6,38	0,47	9,21	0,67	1,56	0,15	0,03	34,28	0,15	0,69

Tabel 9. Hasil uji pencilan data secara visual dari hasil analisis kimia contoh pasir besi VA yang dilakukan oleh delapan laboratorium

LAB PENGUJI	HASIL ANALISIS (%)														
	Fe total	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	FeO	TiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	MnO	CaO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	P total	S total	SiO <sub>2</sub>	H <sub>2</sub> O	LOI
PSG	47,59	40,95	24,58	9,10	7,56*	0,03*	0,43	3,00	0,19	0,66	0,01*	0,10*	5,11*	0,04*	-
Intertek	51,05	73,01*	65,68*	7,61	4,54	3,36	0,62	2,66	0,18	0,38*	0,42*	0,01*	8,88	0,10*	0,10
B4T	-	74,27*	-	9,98	0,17*	1,25*	2,52*	0,94*	0,04*	0,05*	0,01*	0,01*	10,75	-	-
Balai Keramik	46,25*	44,47	19,44*	11,33*	2,04*	1,64*	0,05*	1,12	0,71*	1,89*	0,01*	0,36*	15,00*	0,54*	0,02
Tekmira	52,60	57,60*	15,81*	9,28	4,13	3,52	0,55	2,43	0,16	0,61	0,15*	-	5,58*	0,14*	-
Geoservices	49,99	71,48*	-	7,87	4,56	3,74	0,62	2,73	0,22	0,62	0,20*	0,08*	9,30	0,10*	-2,46
Batan	50,57	-	-	4,36*	2,60*	2,14	0,43	7,46*	0,11	0,25*	-	-	0,99*	-	-
PSDG	50,97	44,06	25,86	7,69	4,92	3,53	0,63	2,47	0,20	0,48	0,17*	0,05*	9,36	0,19*	0,51

Keterangan :- penambahan tanda (\*) pada data menunjukkan bahwa data tersebut tidak terpakai  
- tanda (-) pada kolom menunjukkan tidak ada data dari laboratorium pengujian terkait

Hasil uji pencilan data secara visual dari hasil analisa kimia conto pasir besi VA menunjukkan bahwa data yang bagus terdapat pada hasil pengukuran Fe total, TiO<sub>2</sub>, MnO, CaO, dan K<sub>2</sub>O. Hasil pengukuran P total, S total, H<sub>2</sub>O<sup>-</sup>, dan L<sub>o</sub>I tidak bisa diolah karena variansinya terlalu besar. Selanjutnya data hasil uji pencilan secara visual dari conto pasir besi VA dipilah-pilah lagi menggunakan uji Dikson.

Hasil uji pencilan data secara visual dari hasil analisa kimia conto pasir besi ENDE-5 menunjukkan bahwa data yang bagus terdapat pada hasil pengukuran TiO<sub>2</sub> dan SiO<sub>2</sub> saja. Hasil pengukuran K<sub>2</sub>O, Na<sub>2</sub>O, S total, H<sub>2</sub>O<sup>-</sup>, dan L<sub>o</sub>I tidak bisa diolah karena variansinya terlalu besar.

Data yang didapatkan dari pencilan secara visual selanjutnya dipilah-pilah lagi menggunakan uji secara Dikson. Uji ini dilakukan dengan cara mengurutkan terlebih dulu dari data terkecil sampai terbesar.

Uji rataan, uji simpangan baku, uji presisi eksternal, dan penentuan *in-lier/out-lier*.

*lier*.

Uji–uji ini dilakukan terhadap data hasil analisa kimia yang lolos seleksi dari uji pencilan data secara visual dan uji Dikson. Uji ini dilakukan dengan cara menghitung nilai rata–rata, simpangan baku, serta presisi dari data yang lolos seleksi dari dua uji tersebut di atas. Dari data nilai rata-rata dan presisi, selanjutnya dapat ditentukan data yang *in-lier/out-lier*.

**Contopasir besi IA**

Data hasil uji presisi eksternal hasil analisa kimia conto pasir besi IA ditunjukkan dalam Tabel 13, sedangkan kurva yang memperlihatkan *in-lier/out-lier* data hasil pengukuran Fe total pada conto pasir besi 1A ditunjukkan dalam Gambar 2. Kurva yang memperlihatkan *in-lier/out-lier* data hasil pengukuran TiO<sub>2</sub> pada conto pasir besi 1A ditunjukkan dalam Gambar 3. Kurva yang memperlihatkan *in-lier/out-lier* data hasil pengukuran SiO<sub>2</sub> pada conto pasir besi 1A ditunjukkan dalam Gambar 4. Kurva yang

Tabel 10. Hasil uji secara Dikson dari data hasil analisis conto pasir besi VA

LAB PENGUJI	HASIL ANALISIS (%)														
	Fe total	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	FeO	TiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	MnO	CaO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	P total	S total	SiO <sub>2</sub>	H <sub>2</sub> O <sup>-</sup>	LOI
PSG	47,59	40,95	24,58	9,10	*	*	0,43	3,00	0,19	0,66	0,01	0,10	*	0,04	
Intertek	51,05	*	*	7,61	4,54	3,36	0,62	2,66	0,18	*	0,42	0,01	8,88	0,10	0,10
B4T		*		9,98	*	*	*	*	*	*	0,01	0,01	10,75		
Balai Keramik	*	44,47	*	*	*	*	*	*	*	*	0,01	0,36	*	0,54	0,02
Tekmira	52,60	*	*	9,28	4,13	3,52	0,55	2,43	0,16	0,61	0,15		*	0,14	
Geoservices	49,99	*		7,87	4,56	3,74	0,62	2,73	0,22	0,62	0,20	0,08	9,30	0,10	-2,46
Batan	50,57			*	2,60	2,14*	0,43	*	0,11	*			*		
PSDG	50,97	44,06	25,86	7,69	4,92	3,53	0,63	2,47	0,20	0,48	0,17	0,05	9,36	0,19	0,51

Hasil uji pencilan data hasil analisa kimia conto pasir besi ENDE-5 secara visual ditunjukkan dalam Tabel 11.

Tabel 11. Hasil uji pencilan data secara visual dari hasil analisis kimia conto pasir besi ENDE-5 yang dilakukan oleh delapan laboratorium

LAB PENGUJI	HASIL ANALISIS (%)														
	Fe total	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	FeO	TiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	MnO	CaO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	P total	S total	SiO <sub>2</sub>	H <sub>2</sub> O <sup>-</sup>	LOI
PSG	42,68*	38,67	20,27	7,38	7,95*	0,06*	0,60	6,16*	0,31*	0,82*	0,01	0,10*	16,24	0,05*	-
Intertek	41,83*	59,82*	53,82*	6,18	5,85	4,60*	0,58	5,01*	0,34*	0,58*	0,46*	0,00*	17,62	0,20*	0,10
B4T	-	61,12*	-	9,37	0,13*	2,02*	1,03*	2,42	0,06*	0,04*	0,01	0,01*	23,78*	-	0,00
Balai Keramik	47,95	45,70*	20,52	10,92*	0,41*	0,78*	0,05*	1,91	0,90*	3,22*	0,01	0,39*	14,21	0,38*	0,02
Tekmira	47,50	39,00	25,50	7,91	3,09	9,15	0,36	1,24	0,10*	0,39*	-	-	12,45	0,15*	-
Geoservices	45,22	64,66*	-	7,16	3,35	8,84	0,44	1,41	0,02*	0,26*	0,02	0,07*	16,58	0,05*	-2,66
Batan	43,70*	-	-	3,95*	1,88	5,07	0,31*	5,33*	0,02*	0,07*		-	1,47*	-	-
PSDG	46,71	35,72	27,85	7,58	3,72	8,42	0,46	1,38	0,05*	0,12*	0,02	0,06*	13,17	0,06*	0,56

Keterangan : - penambahan tanda (\*) pada data menunjukkan bahwa data tersebut tidak terpakai  
 - tanda (-) pada kolom menunjukkan tidak ada data dari laboratorium pengujian terkait

memperlihatkan *in-lier/out-lier* data hasil pengukuran MgO pada conto pasir besi 1A ditunjukkan dalam Gambar 5. Dan kurva yang memperlihatkan *in-lier/out-lier* data hasil pengukuran MnO pada conto pasir besi

1A ditunjukkan dalam Gambar 6.

Hasil uji secara Dikson dari data hasil analisa conto pasir besi ENDE-5 selanjutnya dirangkum dalam Tabel 12.

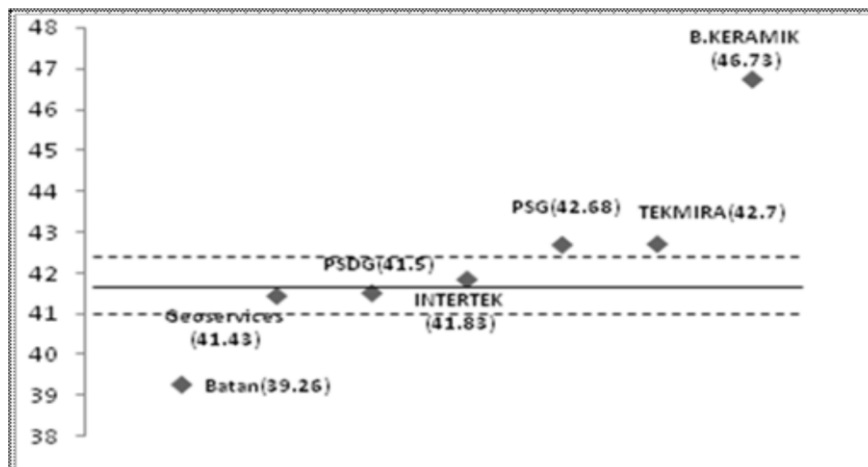
Tabel 12. Hasil uji secara Dikson dari data hasil analisis conto pasir besi ENDE-5.

LAB PENGUJI	HASIL ANALISIS														
	Fe total	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	FeO	TiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	MnO	CaO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	P total	S total	SiO <sub>2</sub>	H <sub>2</sub> O'	LOI
PSG	*	38,67	20,27	7,38	*	*	0,60	*	0,31	0,82	0,01	0,10	16,24	0,05	
Intertek	*	*	*	6,18	5,85	*	0,58	*	0,34	0,58	*	0,00	17,62	0,20	0,10
B4T		*		9,37	*	*	*	2,42	0,06	0,04	0,01	0,01	*		0,00
Balai Keramik	47,95	*	20,52	*	*	*	*	1,91	0,90	3,22	0,01	0,39	14,21	0,38	0,02
Tekmira	47,50	39,00	25,50	7,91	3,09	9,15	0,36	1,24	0,10	0,39			12,45	0,15	
Geoservices	45,22	*		7,16	3,35	8,84	0,44	1,41	0,02	0,26	0,02	0,07	16,58	0,05	-2,66
Batan	*			*	1,88	5,07	*	*	0,02	0,07			*		
PSDG	46,71	35,72	27,85	7,58	3,72	8,42	0,46	1,38	0,05	0,12	0,02	0,06	13,17	0,06	0,56

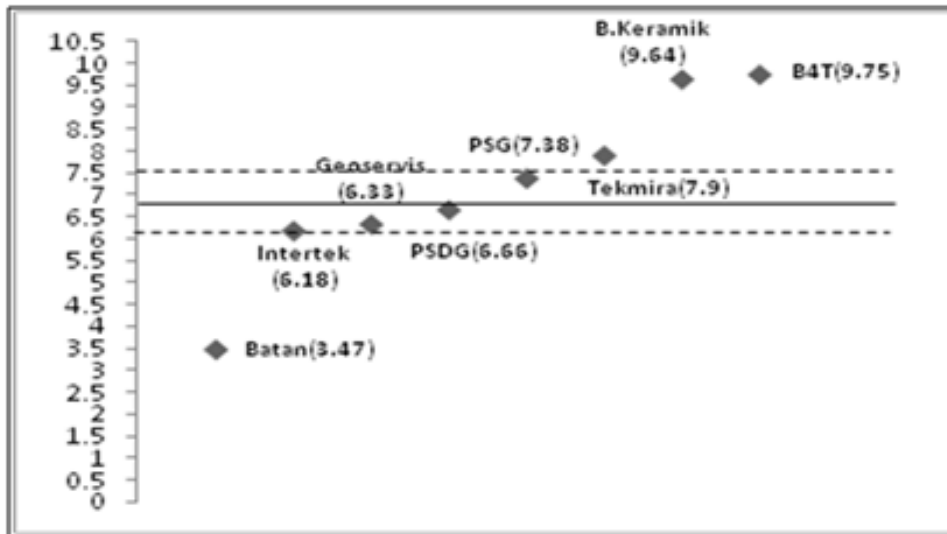
Tabel 13. presisi eksternal hasil analisis kimia conto pasir besi IA

LAB PENGUJI	HASIL ANALISIS (%)														
	Fe total	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	FeO	TiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	MnO	CaO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	P total	S total	SiO <sub>2</sub>	H <sub>2</sub> O'	LOI
PSG	42,68	38,67	20,27	7,38	*	*	0,60	6,16	0,31	0,82	0,01	0,10	16,24	*	-
Intertek	41,83	*	*	6,18	5,85	4,60	0,58	5,01	0,34	0,58	0,46	0,00	17,62	0,20	0,10
B4T	-	*	-	*	*	*	*	*	*	*	0,01	0,01	*	-	0,00
Balai Keramik	*	*	20,16	*	*	*	*	*	*	*	0,01	0,35	15,00	*	0,02
Tekmira	42,70	41,00	18,00	7,90	5,05	4,83	0,52	4,75	0,31	0,89	-	-	16,65	0,20	-
Geoservices	41,43	*	-	6,33	5,84	4,97	0,57	5,16	0,36	0,84	0,21	0,06	18,04	0,11	-1,92
Batan	39,26*	-	-	*	*	2,80*	0,38*	*	*	*	-	-	*	-	-
PSDG	41,59	36,03	21,16	6,68	6,22	4,90	0,59	5,25	0,32	0,70	0,21	0,02	16,52	0,22	0,52
Rataan =	42,05	38,57	19,90	6,89	5,74	4,83	0,57	5,27	0,33	0,77	0,21	0,02	16,68	0,18	0,52
SD =	0,605	-	1,342	0,728	0,493	0,161	0,031	0,534	0,022	0,125	-	-	1,075	-	-
Presisi =	0,695	-	1,865	0,652	0,633	0,223	0,036	0,614	0,025	0,144	-	-	1,075	-	-
$t_{n-1; 0,025}$	2,57	-	2,78	2,37	2,57	2,78	2,57	2,57	2,57	2,57	-	-	2,45	-	-
n	5	-	4	7	4	4	5	5	5	5	-	-	6	-	-
<b>TOTAL</b>															<b>100,28</b>

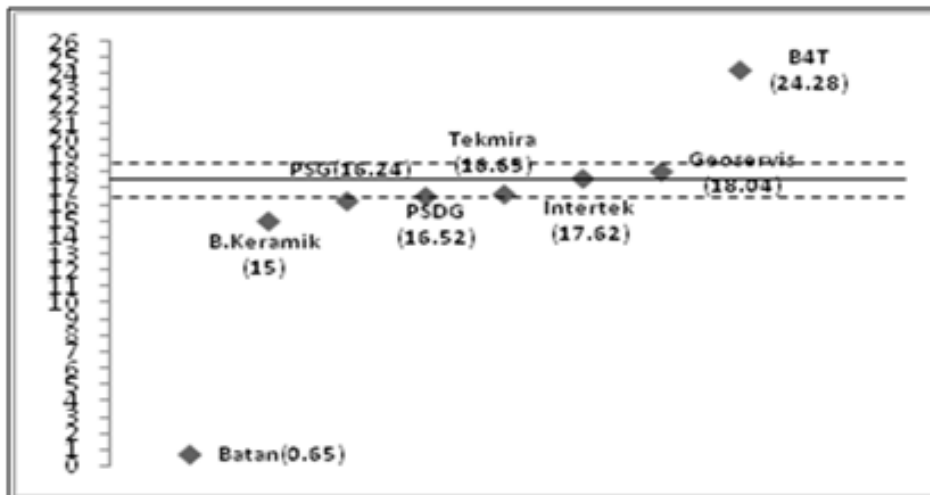
Dari data di atas kemudian ditentukan data yang *in-lier/out-lier*.



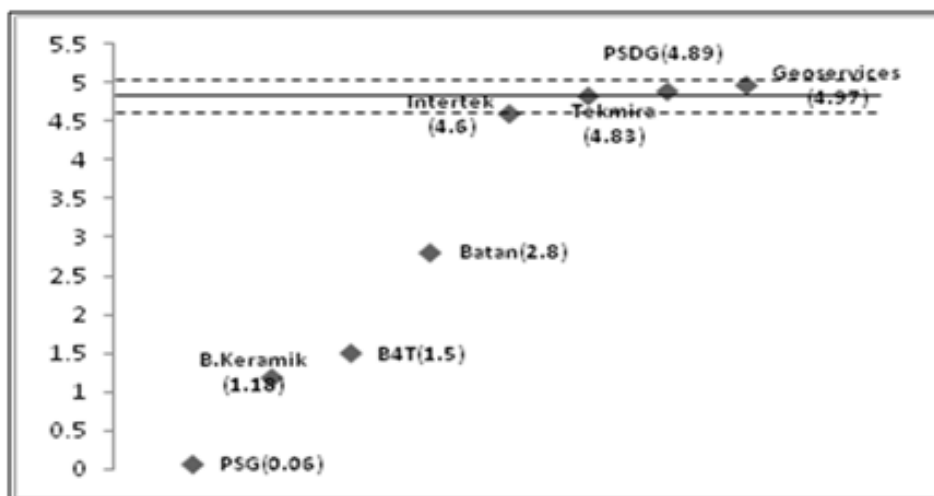
Gambar 2. Kurva *in-lier/out-lier* data hasil pengukuran Fe total conto pasir besi IA



Gambar 3. Kurva *in-lier/out-lier* data hasil pengukuran TiO<sub>2</sub> conto pasir besi IA

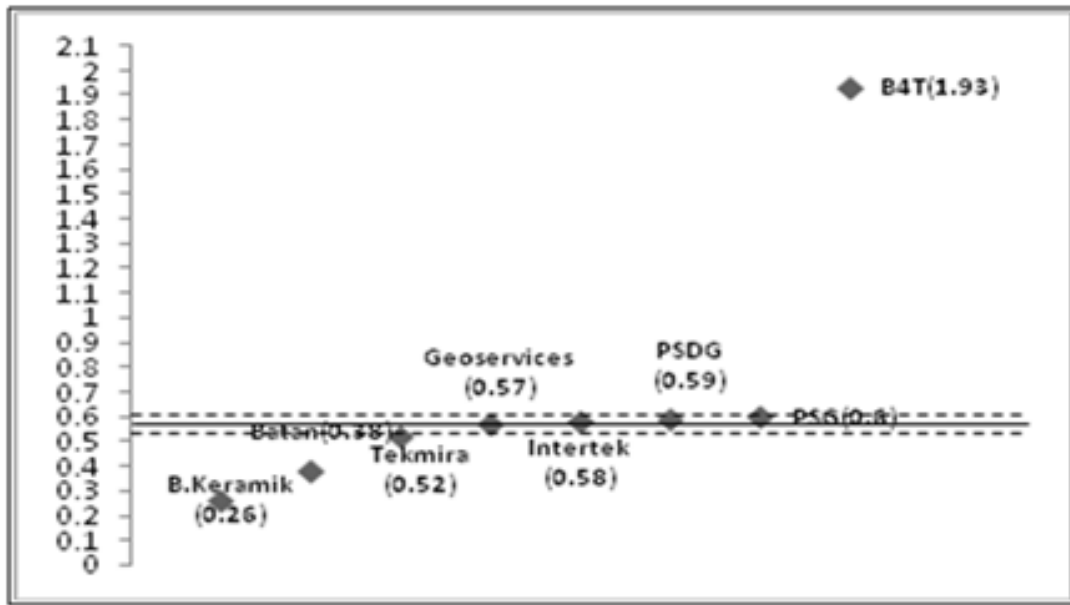


Gambar 4. Kurva *in-lier/out-lier* data hasil pengukuran SiO<sub>2</sub> conto pasir besi IA



Gambar 5. Kurva *in-lier/out-lier* data hasil pengukuran MgO conto pasir besi IA





Gambar 6. Kurva *in-lier/out-lier* data hasil pengukuran TiO<sub>2</sub> conto pasir besi IA

Tabel 14. Presisi eksternal hasil analisis kimia conto pasir besi IIA

LAB PENGUJI	HASIL ANALISIS (%)														TOTAL
	Fe total	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	FeO	TiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	MnO	CaO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	P total	S total	SiO <sub>2</sub>	H <sub>2</sub> O	
PSG	22,78	19,05	12,26	3,93	*	*	0,51	11,01	0,66	2,20*	0,01	0,20	33,87	0,08	-
Intertek	23,79	*	*	3,42	9,21	6,39	0,46	9,00	0,73	1,39	0,39	0,01	35,17	0,10	0,10
B4T	-	*	-	*	*	*	*	*	*	*	0,01	0,01	*	-	-
Balai Keramik	*	*	14,76	*	*	*	*	*	0,79	*	0,01	0,18	35,82	0,77	0,02
Tekmira	27,00	26,3*	11,10	4,16	8,09	6,78	0,39	8,08	0,70	1,49	-	-	32,80	0,21	-
Geoservices	24,77	*	-	3,55	9,21	6,76	0,45	9,13	0,76	1,61	0,18	0,03	35,70	0,01	-0,84
Batan	20,17	-	-	*	5,51	2,84*	0,31	*	*	1,29	-	-	*	-	-
PSDG	24,37	20,21	13,18	3,64	9,48	6,38	0,47	9,21	0,67	1,56	0,15	0,03	34,28	0,15	0,69
Rataan =	23,81	19,63	12,83	3,74	8,30	6,58	0,43	9,29	0,72	1,47	0,16	0,03	34,61	0,13	0,69
SD =	2,268	-	-	0,300	1,649	0,222	0,071	1,065	0,051	0,129	-	-	1,175	-	-
Presisi =	2,269	-	-	0,345	1,895	0,309	0,071	1,224	0,051	0,149	-	-	1,350	-	-
(sd*t <sub>n,0.025/n</sub> )															
t <sub>n,0.025</sub>	2,45	-	-	2,57	2,57	2,78	2,45	2,57	2,45	2,57	-	-	2,45	-	-
n	6	-	-	5	5	4	6	5	6	5	-	-	6	-	-

Gambar-gambar kurva *in-lier/out-lier* di atas menggambarkan ketepatan hasil analisa dari masing-masing laboratorium yang ditunjuk untuk menganalisis conto pasir besi IA. Semakin jauh data dari nilai rata-rata (digambarkan dengan garis penuh pada kurva) maka semakin tidak tepat hasil pengukurannya. Pada semua gambar kurva di atas, Laboratorium PSDG ditunjukkan masuk dalam kategori *in-lier*. Beberapa parameter seperti Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, FeO, P<sub>total</sub>, S<sub>total</sub>, H<sub>2</sub>O, dan L<sub>o</sub>I, hasil pengukurannya tidak

disajikan dalam kurva *out-lier/in-lier* karena data yang didapatkan tidak lolos dalam uji pencilaan data.

Pada masing-masing gambar kurva, data yang terletak antara dua garis putus-putus dikatakan *in-lier*, sedangkan data yang terletak di luar antara dua garis putus-putus dikatakan *out-lier*.

**Contoh pasir besi IIA**

Data hasil uji presisi eksternal hasil analisis kimia conto pasir besi IIA ditunjukkan dalam Tabel 14.

Tabel 15. Presisi eksternal hasil analisa kimia conto pasir besi VA

LAB PENGUJI	HASIL ANALISIS (%)															
	Fe total	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	FeO	TiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	MnO	CaO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	P total	S total	SiO <sub>2</sub>	H <sub>2</sub> O	LOI	
PSG	47,59	40,95	24,58	9,10	*	*	0,43	3,00	0,19	0,66	0,01	0,10	*	0,04	-	
Intertek	51,05	*	*	7,61	4,54	3,36	0,62	2,66	0,18	*	0,42	0,01	8,88	0,10	0,10	
B4T	-	*	-	9,98	*	*	*	*	*	*	0,01	0,01	10,75	-	-	
Balai Keramik	*	44,47	*	*	*	*	*	*	*	*	0,01	0,36	*	0,54	0,02	
Tekmira	52,60	*	*	9,28	4,13	3,52	0,55	2,43	0,16	0,61	0,15	-	*	0,14	-	
Geoservices	49,99	*	-	7,87	4,56	3,74	0,62	2,73	0,22	0,62	0,20	0,08	9,30	0,10	-2,46	
Batan	50,57	-	-	*	2,60	2,14*	0,43	*	0,11	*	-	-	*	-	-	
PSDG	50,97	44,06	25,86	7,69	4,92	3,53	0,63	2,47	0,20	0,48	0,17	0,05	9,36	0,19	0,51	
<b>TOTAL</b>																<b>98,95</b>
Rataan =	50,46	43,16	25,22	8,59	4,15	3,54	0,55	2,66	0,18	0,59	0,17	0,07	9,57	0,19	0,51	
SD =	1,653	-	-	0,996	0,910	0,156	0,095	0,229	0,038	0,078	-	-	0,814	-	-	
Presisi =	1,653	-	-	0,996	1,046	0,217	0,095	0,263	0,038	0,108	-	-	1,131	-	-	
( $sd \cdot t_{n,0.025} / \sqrt{n}$ )																
t <sub>n,0.025</sub>	2,45	-	-	2,45	2,57	2,78	2,45	2,57	2,45	2,78	-	-	2,78	-	-	
n	6	-	-	6	5	4	6	5	6	4	-	-	4	-	-	

Tabel 15. Presisi eksternal hasil analisis kimia conto pasir besi VA

LAB PENGUJI	HASIL ANALISIS															
	Fe total	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	FeO	TiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	MnO	CaO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	P total	S total	SiO <sub>2</sub>	H <sub>2</sub> O	LOI	
PSG	*	38,67	20,27	7,38	*	*	0,60	*	0,31	0,82	0,01	0,10	16,24	0,05	-	
Intertek	*	*	*	6,18	5,85	*	0,58	*	0,34	0,58	*	0,00	17,62	0,20	0,10	
B4T	-	*	-	9,37	*	*	*	2,42	0,06	0,04	0,01	0,01	*	-	0,00	
Balai Keramik	47,95	*	20,52	*	*	*	*	1,91	0,90	3,22	0,01	0,39	14,21	0,38	0,02	
Tekmira	47,50	39,00	25,50	7,91	3,09	9,15	0,36	1,24	0,10	0,39	-	-	12,45	0,15	-	
Geoservices	45,22	*	-	7,16	3,35	8,84	0,44	1,41	0,02	0,26	0,02	0,07	16,58	0,05	-2,66	
Batan	*	-	-	*	1,88	5,07	*	*	0,02	0,07	-	-	*	-	-	
PSDG	46,71	35,72	27,85	7,58	3,72	8,42	0,46	1,38	0,05	0,12	0,02	0,06	13,17	0,06	0,56	
<b>TOTAL</b>																<b>98,37</b>
Rataan =	46,85	37,80	23,54	7,60	3,58	7,87	0,49	1,67	0,03	0,12	0,01	0,06	15,05	0,05	0,56	
SD =	1,198	-	-	1,048	1,445	1,890	0,101	0,489	-	-	0,005	-	2,067	-	-	
Presisi =	1,666	-	-	1,048	1,661	2,350	0,116	0,562	-	-	0,006	-	2,067	-	-	
( $sd \cdot t_{n,0.025} / \sqrt{n}$ )																
t <sub>n,0.025</sub>	2,78	-	-	2,45	2,57	2,78	2,57	2,57	-	-	2,57	-	2,45	-	-	
n	4	-	-	6	5	4	5	5	-	-	5	-	6	-	-	

**Contoh pasir besi VA**

Data hasil uji presisi eksternal dari hasil analisis kimia conto pasir besi VA ditunjukkan dalam Tabel 15.

**Contoh pasir besi ENDE-5**

Data hasil uji presisi eksternal dari hasil analisis kimia conto pasir besi ENDE-5 ditunjukkan dalam Tabel 16.

**Penutup**

Analisis kimia di delapan laboratorium terhadap empat jenis conto pasir besi menghasilkan bahan acuan baku pasir besi dengan konsentrasi (% berat) berkisar antara 23,81% - 50,46% Fe<sub>total</sub>, berkisar

antara 19,63% - 43,16% Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, berkisar antara 19,90% - 25,22% FeO, berkisar antara 3,74% - 7,60% TiO<sub>2</sub>. Secara detail bahan acuan baku pasir besi yang dihasilkan mempunyai kandungan unsur Fe<sub>total</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, FeO, TiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MgO, MnO, CaO, K<sub>2</sub>O, MnO dan SiO<sub>2</sub>, seperti terlihat pada Tabel 17.

Hasil analisis dari delapan laboratorium pada umumnya mempunyai presisi < 2, kecuali untuk unsur MgO pada conto ENDE-5 mempunyai presisi 2,35, hal ini dikarenakan hanya empat hasil analisis yang datanya dapat diuji statistik dari delapan laboratorium yang melaksanakan pengujian unsur tersebut.

Tabel 17. Komposisi unsur pada bahan acuan baku pasir besi yang dihasilkan

Unsur	IA		IIA		VA		ENDE-5	
	C (%)	presisi	C (%)	presisi	C (%)	presisi	C (%)	presisi
Fe total	42,05	0,695	23,81	-	50,46	-	46,85	-
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	38,57	-	19,63	-	43,16	-	37,80	-
FeO	19,90	-	12,83	-	25,22	-	23,54	-
TiO <sub>2</sub>	6,89	0,652	3,74	0,345	8,59	0,996	7,60	-
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5,74	0,633	8,30	-	4,15	-	3,58	-
MgO	4,83	0,223	6,58	0,309	3,54	0,217	7,87	2,350
MnO	0,57	0,036	0,43	0,071	0,55	0,095	0,49	0,116
CaO	5,27	0,614	9,29	-	2,66	0,263	1,67	0,562
K <sub>2</sub> O	0,33	0,025	0,72	0,051	0,18	0,038	-	-
Na <sub>2</sub> O	0,77	0,144	1,47	0,149	0,59	0,108	-	-
P total	-	-	-	-	-	-	0,01	0,006
S total	-	-	-	-	-	-	-	-
SiO <sub>2</sub>	16,68	1,075	34,61	1,350	9,57	1,131	15,05	2,067
H <sub>2</sub> O <sup>-</sup>	-	-	-	-	-	-	0,05	-
LOI	-	-	-	-	-	-	-	-

Angka-angka konsentrasi major element dalam conto pasir besi tersebut didapatkan dari hasil kolaborasi 8 laboratorium kimia.

### Ucapan Terima Kasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu baik dalam tahap pelaksanaan pembuatan bahan acuan baku maupun pada saat proses penerbitan makalah ini. Terutama

kami sampaikan ucapan terima kasih kepada Ir. Kasbani, M.Sc. yang telah memberikan arahan dan koreksinya juga kepada Ir. Herry Rodiana Eddy, M.Si. yang telah memberikan masukan serta koreksinya, sehingga makalah ini dapat diterbitkan.

### DAFTAR PUSTAKA

- Anonim, 2006, Penyusunan Prosedur Analisis Laboratorium Fisika dan Kimia Terpadu Conto Pasir Besi, Pusat Sumber Daya Geologi, Bandung.
- Anonim, 2004, Pedoman Perhitungan Statistika Untuk Uji Profisiensi, Penerbit Komite Akreditasi Nasional, DP.01.34, Jakarta.
- Edelgard Hund, D. Luc Massart, Johanna Smeyers-Verbeke, 2000, Inter-laboratory studies in analytical chemistry, *Analytica Chimica Acta* 423 (2000) 145-165.
- Soedigdo, S. Dan Soedigdo, P., 1977, Pengantar Cara Statistika Kimia, Penerbit ITB, Bandung.

Diterima tanggal 10 Maret 2012  
Revisi tanggal 28 April 2012