

## PEMBUATAN BAHAN ACUAN BAKU UNTUK ANALISIS CONTO MANGAN

### *THE ESTABLISHMENT OF ANALYSIS STANDARD REFERENCE MATERIAL FOR MANGANESE SAMPLE*

**Nining Widaningsih dan Herry Rodiana Eddy**  
Pusat Sumber Daya Mineral, Batubara dan Panas Bumi  
nwidaningsih@yahoo.com

#### **ABSTRAK**

Pembuatan bahan acuan baku untuk analisis conto mangan dilakukan guna mencari alternatif lain dari penggunaan *Certified Reference Material* produksi lembaga asing yang harganya relatif mahal serta jumlahnya yang terbatas. Conto mangan yang digunakan untuk bahan acuan baku diperoleh dari wilayah konsesi PT Arumbai Mangabekti, di Desa Satar Punda, Kecamatan Lamba Leda, Kabupaten Manggarai Timur, Provinsi Nusa Tenggara Timur dan di Desa Pace, Kecamatan Silo, Kabupaten Jember, Provinsi Jawa Timur. Berdasarkan International Manganese Institute, conto mangan yang memiliki kandungan Mn total berkisar antara 35% s.d. 48% dikategorikan sedang, dan yang lebih besar dari 50%, tinggi. Kegiatan pemercontaan di Kabupaten Manggarai Timur dengan kode conto BWN, SATARNANI dan STN-2, sedangkan di Kabupaten Jember dengan kode conto SDG-1. Preparasi conto mangan dilakukan di Laboratorium Pusat Sumber Daya Mineral, Batubara dan Panas Bumi, untuk mendapatkan conto yang homogen dengan ukuran 150 *mesh*. Analisis kimia dilakukan untuk menentukan *major* dan *minor elements* yang terkandung di dalam conto mangan. Data hasil analisis kimia yang dilakukan di delapan laboratorium termasuk Laboratorium Pusat Sumber Daya Mineral, Batubara dan Panas Bumi, kemudian dilakukan pengolahan data dengan beberapa metoda statistik. Hasil pengolahan data menunjukkan bahwa ke empat conto tersebut memenuhi kriteria kandungan Mn total kadar sedang dan tinggi. Conto bahan acuan baku dengan kriteria kandungan Mn total kadar sedang terdapat pada kode conto BWN (Mn total 35,01%), kode conto SATARNANI (Mn total 44,24%) dan SDG-1 (Mn total 48,90%), sedangkan kandungan Mn total kadar tinggi terdapat pada kode conto STN-2 (Mn total 55,85%).

**Kata kunci:** bahan acuan baku, mangan, analisis laboratorium, Desa Satar Punda, Desa Pace

#### **ABSTRACT**

*Standard reference material for manganese is established to provide an alternative to the use of Certified Reference Material/CRM from foreign institutions that are relatively more expensive and limited. The manganese sample used for reference material was obtained from the concession area of PT Arumbai Mangabekti, in Satar Punda Village, Lamba Leda District, East Manggarai Regency, East Nusa Tenggara Province and in Pace Village, Silo District, Jember Regency, East Java Province. Base on classifies manganese International Manganese Institute, the manganese sample was the one which has a total Mn content of about 35% - 48% (moderate), and > 50% (high). Sampling activiti in East Manggarai District was coded with BWN, SATARNANI and STN-2, while sampling activitiy in Jember District was coded with SDG-1. The manganese sample preparation was done in the laboratory of the Center for Mineral, Coal and Geothermal Resources to obtain a homogenous sample of 150 mesh. Chemical analysis was performed to determine the major and minor elements contained in the manganese sample. After obtaining the data of chemical analysis conducted in 8 laboratories included laboratory of Center for Mineral, Coal and Geothermal Resources then data processing was performed with several statistical method. The results of data*

processing showed that the four in-house standard samples meet the criteria of medium and high total Mn content. Standard contents with the criteria of medium total Mn content was found in the BWN (total Mn of 35.01%), SATARNANI (total Mn of 44.24%) and SDG-1 (total Mn of 48.90%), whereas the high total Mn content was found in the STN-2 (total Mn of 55.85%).

**Keywords:** standard reference material, manganese, laboratory analysis, Satar Punda Village, Pace Village.

## PENDAHULUAN

Bahan acuan baku (*standard reference material*) berfungsi sebagai pengendali jaminan mutu hasil analisis kimia bisa didapatkan dari lembaga tertentu, misalnya NIST dari Amerika yang disebut *Certified Reference Material (CRM)*. Bahan acuan tersebut memiliki peran penting di dalam proses analisis kimia karena fungsinya sebagai acuan untuk menentukan konsentrasi analit yang tidak diketahui atau untuk kalibrasi peralatan 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 memerlukan proses kalibrasi alat dengan bahan acuan yang telah diketahui konsentrasinya. *CRM* tersebut dilengkapi dengan sertifikat yang berisi informasi tentang nama bahan dan konsentrasi kimia penyusun bahan acuan. Oleh karena harganya sangat mahal dan ketersediaannya terbatas maka alternatif lain dengan membuat sendiri.

Bahan acuan baku tersebut dapat digunakan dalam analisis kimia, apabila memenuhi beberapa persyaratan, diantaranya stabil dalam periode waktu penggunaannya, homogen pada kuantitas conto yang ditimbang untuk analisis, memiliki matriks yang mirip dengan matriks conto-conto yang dianalisis secara rutin, berkadar analit yang mendekati kadar conto yang dianalisis dan tersedia dalam kuantitas yang mencukupi.

Conto yang secara rutin dianalisis yaitu mangan, yang dikenal dari ciri-ciri fisiknya, yaitu warna cenderung kehitaman, dan berat jenis tinggi. Analisis mangan di

laboratorium meliputi penentuan *major elements* dan *minor elements*. Dalam pelaksanaannya analisis kimia tersebut juga membutuhkan bahan acuan baku yang telah diketahui konsentrasi *major elements* dan *minor elements*-nya.

Tujuan pembuatan bahan acuan baku untuk analisis conto mangan yaitu mendapatkan conto standar mangan yang selalu siap digunakan untuk kegiatan analisis sehingga diperoleh hasil analisis yang terjamin/terkendali mutunya dan lebih ekonomis. Bahan acuan baku tersebut diharapkan dapat menggantikan bahan acuan baku produk luar negeri.

## METODOLOGI

Tahapan pembuatan bahan acuan baku meliputi studi literatur, pemercontaan mangan, menganalisis conto, dan mengolah data baik di laboratorium internal maupun eksternal. Analisis eksternal dilakukan di tujuh laboratorium dan analisis internal di Laboratorium Pusat Sumber Daya Mineral, Batubara dan Panas Bumi. Pengolahan data hasil analisis tersebut menggunakan metode statistik seperti; uji Histogram, uji *Dixon* dan uji *Z-Score* (Anonim, 2004; Kartika, 2006; Elishian, 2014).

### Permercontaan Mangan

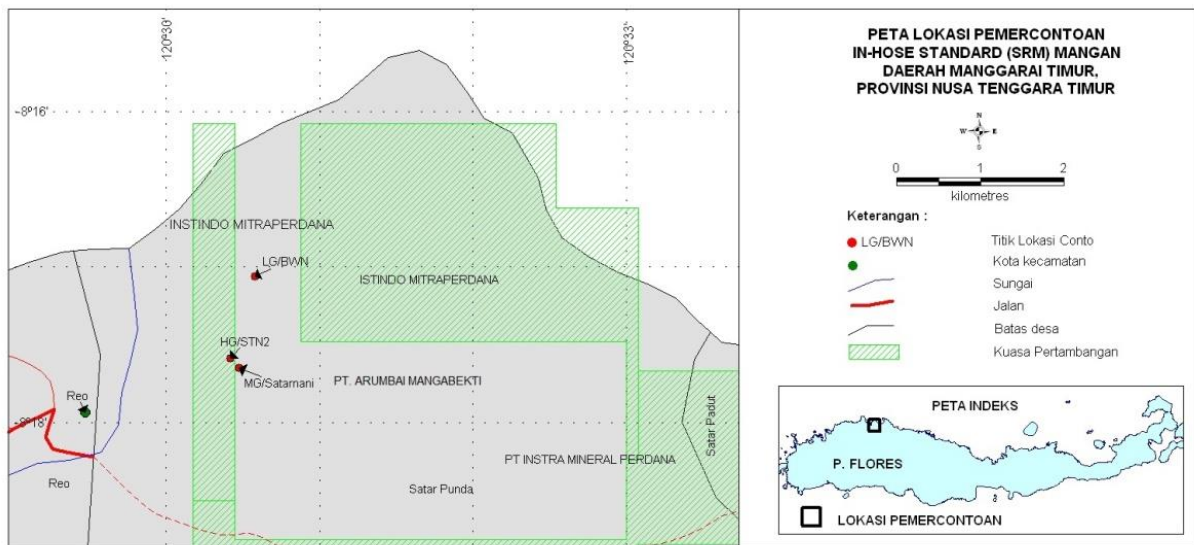
Kegiatan pemercontaan mangan di lapangan dapat dibagi menjadi beberapa tahapan yaitu:

#### **Pengambilan Conto**

Pengambilan conto mangan dilakukan di dua daerah yaitu di Kabupaten Manggarai Timur dan Kabupaten Jember.

Di Kabupaten Manggarai Timur, pengambilan conto mangan di Wilayah IUP PT Arumbai Mangabekti, Desa Satar Punda, Kecamatan Lamba Leda, diambil sebanyak tiga conto dengan cara *grab sampling* sejumlah kurang lebih 40 kg sampai dengan 60 kg (Davis, and Hartati, 1991). Endapan mangan mengelompok menempati rongga dalam zona batugamping yang massif, pada Formasi

Kiro (Sukmana, 2006). Satu conto berkadar Mn tinggi diambil dari *stock pile*, diberi kode conto STN-2, sedangkan dua conto lainnya diperkirakan berkadar Mn sedang yang diambil pada titik koordinat  $120^{\circ}30'37,3''\text{BT} - 8^{\circ}17'55,2''\text{LS}$  dan pada titik koordinat  $120^{\circ}30'43,9''\text{BT} - 8^{\circ}17'06,0''\text{LS}$  dengan kode conto BWN dan SATARNANI (Gambar 1 dan Gambar 2).



**Gambar 1.** Peta Lokasi Pengambilan Conto di Wilayah IUP PT Arumbai Mangabekti, Desa Satar Punda, Kecamatan Lamba Leda

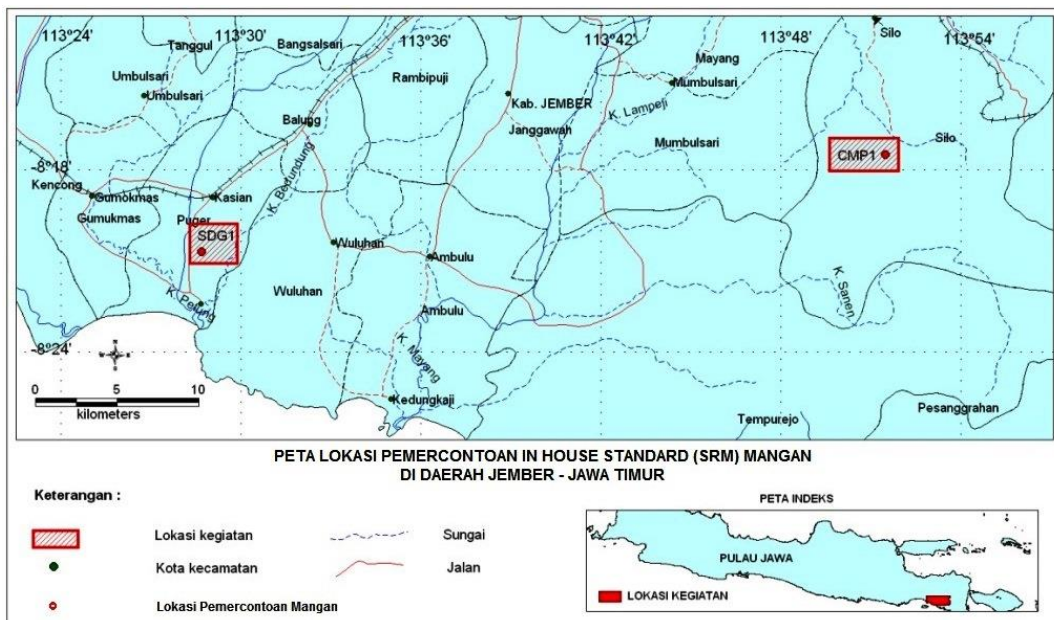


**Gambar 2.** Pengambilan conto mangan berkadar Mn tinggi, lokasi di *stock pile* PT Arumbai Mangabekti

Di Kabupaten Jember, Provinsi Jawa Timur, pengambilan conto mangan di Desa Pace, Kecamatan Silo, yang berkadar Mn tinggi dengan cara *grab sampling* sejumlah 50 kg pada titik koordinat  $113^{\circ} 51' 29,4''$  BT  $-8^{\circ} 17' 29,5''$  LS dengan kode conto CMP-1 dan satu conto lagi yang berkadar Mn sedang yang diambil di Desa Grendeng, Kecamatan Puger pada titik koordinat  $113^{\circ} 28' 41,3''$  BT  $-8^{\circ} 28' 41,3''$  LS dengan kode conto SDG-1. (Gambar 3 dan Gambar 4). Mangan terdapat berupa lensa-lensa pada kontak antara batugamping dengan tuf (Anonim, 2016).

Kedua conto tersebut (CMP-1, dan SDG-1) dihancurkan, dikeringkan, dan *diquartering* sampai diperoleh berat lebih kurang 40 kg, kemudian dimasukkan ke dalam karung plastik yang telah diberi label (nomor conto, kode conto dan kode lokasi).

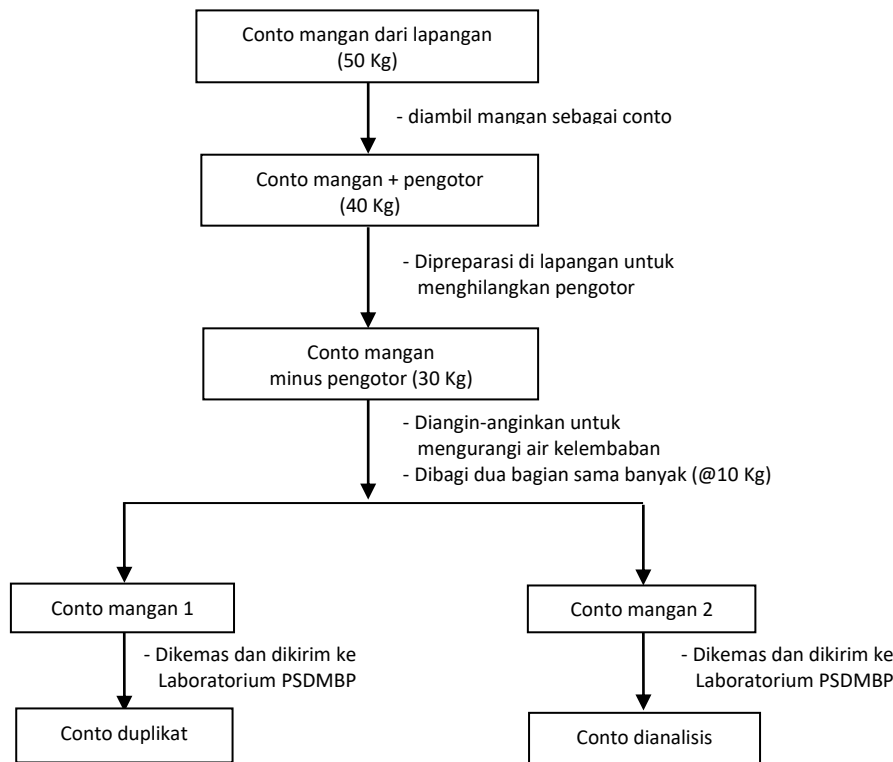
Hasil pengambilan conto dari Kabupaten Manggarai Timur dan Kabupaten Jember selanjutnya dikemas dan dikirim ke Laboratorium Pusat Sumber Daya Mineral, Batubara dan Panas Bumi, Jalan Soekarno Hatta Nomor 444 Bandung.



**Gambar 3.** Peta lokasi pengambilan conto di Kabupaten Jember, Provinsi Jawa Timur



**Gambar 4.** Keterdapatn bijih mangan sebagai *boulder* di Desa Pace, Kecamatan Silo, Kabupaten Jember, Provinsi Jawa Timur



**Gambar 5.** Bagan alir pengambilan conto mangan dan penanganannya di lapangan

Metoda pengambilan conto di lapangan dilakukan secara acak dengan metoda *grab sampling* untuk pengambilan conto dari *stock pile* dan metoda *channel sampling* untuk pengambilan conto di daerah mineralisasi, sebanyak lebih kurang 40 kg sampai dengan 60 kg, kemudian dimasukkan dan diikat dalam karung plastik (Gambar 6).

#### **Metoda Preparasi Conto di Laboratorium**

Preparasi conto di laboratorium dengan cara menghaluskan, menjadikan conto homogen dan membagi conto sampai diperoleh sejumlah conto yang diinginkan (Gambar 6, Gambar 7, Gambar 8 dan Gambar 9).

Conto yang sudah homogen dibagi dengan cara *coning and quartering*

menjadi dua bagian yang sama, menyimpan satu bagian (10 kg) sebagai duplikat conto halus (150 mesh), kemudian disimpan di tempat kedap udara, dan yang satu bagian lagi (10 kg) dibagi dengan jumlah yang sama (100 gram) menggunakan *rotary divider*. (Gambar 10 dan Gambar 11) Setelah itu conto dimasukkan ke dalam botol conto (ukuran 150 ml), selanjutnya mengirimkan minimal delapan botol conto ke Laboratorium Pusat Sumber Daya Mineral, Batubara dan Panas Bumi serta ke masing-masing laboratorium terakreditasi Komite Akreditasi Nasional di luar untuk uji banding atau uji profisiensi (Dubai Accreditation Center, 2008).

Secara garis besar langkah preparasi conto di laboratorium dapat dilihat pada bagan alir Gambar 12.





**Gambar 6.** Contoh mangan dari lapangan



**Gambar 7.** Contoh mangan kasar setelah digerus



**Gambar 8.** Alat Gerus *Jaw Crusher*



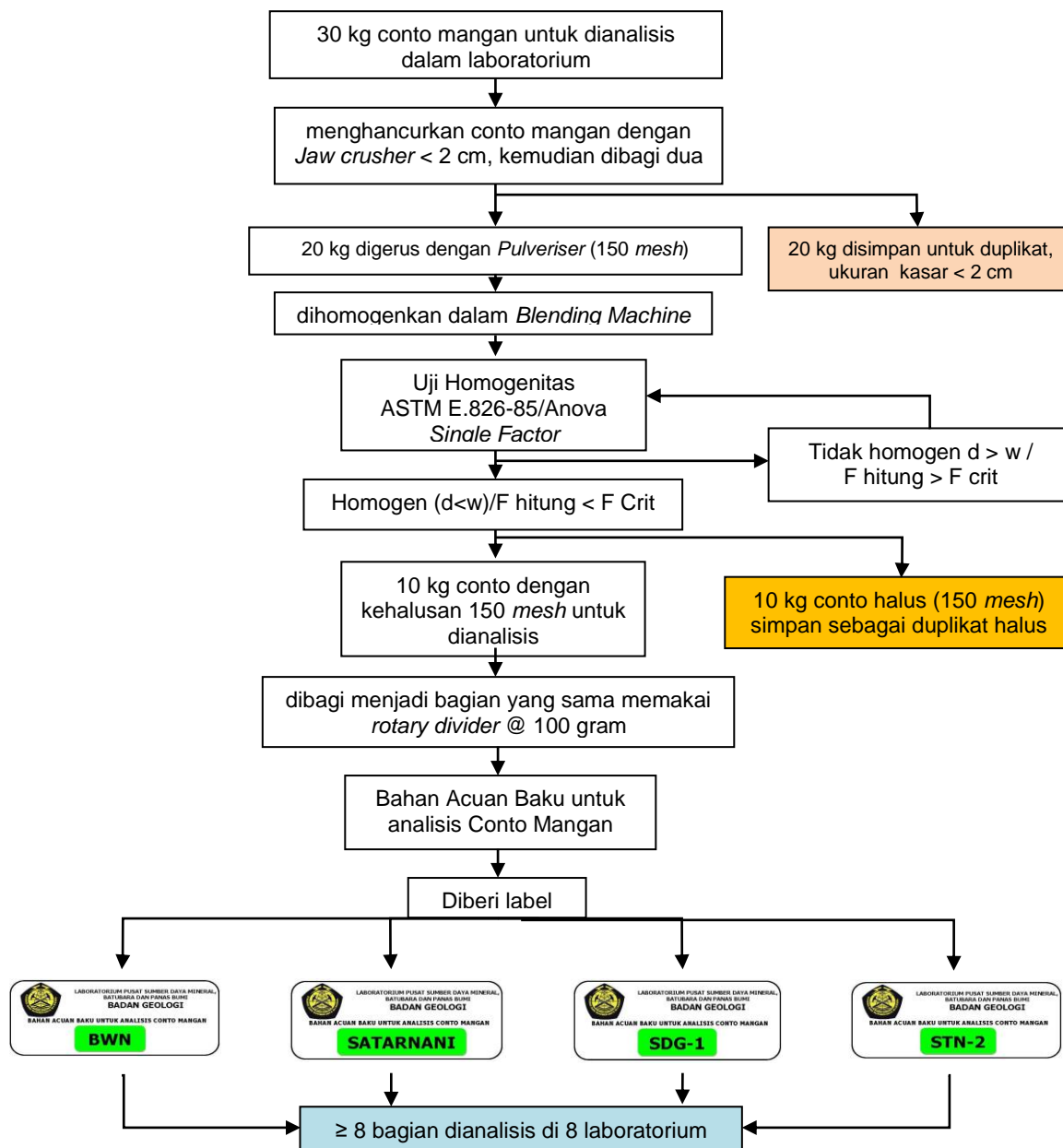
**Gambar 9.** Alat Gerus *Pulverizeer*



**Gambar 10.** *Blending Machine* untuk menghomogenkan conto



**Gambar 11.** *Rotary Devider*



Gambar 12. Bagan Alir Preparasi Conto Mangan di Laboratorium

### Metoda Analisis Conto Mangan

Analisis conto mangan meliputi metoda basah atau konvensional (Gambar 13), *Spectrophotometer* (Gambar 14), *Atomic Absorption Spectrophotometer/AAS* (Gambar 15), *X-Ray Fluorescence/X-RF* (Gambar 16) dengan parameter *major* dan *minor elements* ( $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MnO}_2$ , Mn total, MnO,  $\text{P}_2\text{O}_5$ , S total,  $\text{H}_2\text{O}^-$ , dan HD), dapat juga analisis dilakukan hanya terhadap parameter yang dominan atau

mayor, analisis ini disebut analisis partial, analisis mineral dilakukan dengan metoda *X-Ray Diffraction/X-RD* (Gambar 17).

Analisis mangan di Laboratorium Pusat Sumber Daya Mineral, Batubara dan Panas Bumi terdiri dari 10 parameter yaitu  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MnO}_2$ , Mn total, MnO,  $\text{P}_2\text{O}_5$ , S total,  $\text{H}_2\text{O}^-$ , dan HD (Leonard Shapiro, 1978), seperti terlihat Tabel 1.

**Tabel 1. Metoda Analisis Kimia Conto Mangan**

No.	Parameter	Metoda yang digunakan
1	SiO <sub>2</sub>	Gravimetri
2	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	AAS/X-RF
3	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	AAS/X-RF
4	MnO	Perhitungan
5	MnO <sub>2</sub>	Permanganometri
6	Mn total	Permanganometri
7	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Spectrophotometri
8	S total	Gravimetri
9	H <sub>2</sub> O	Gravimetri
10	HD/LOI	Gravimetri
11	Mineral	X-RD



**Gambar 13.** Peralatan titrasi metoda basah (konvensional)



**Gambar 14.** Spectrophotometer UVI-VIS



**Gambar 15.** AAS Hitachi Zeeman



**Gambar 16.** X-Ray Fluorescence (X-RF)



**Gambar 17.** X-Ray Diffraction (X-RD)



## Hasil Pelabelan

SATARNANI, BWN, STN-2, dan SDG-1, seperti terlihat pada Tabel 2 berikut ini.

Daftar label pembuatan bahan acuan baku conto mangan dengan kode conto

**Tabel 2.** Daftar Label Pembuatan Bahan Acuan Baku Conto Mangan

No.	Kode conto dari lapangan	Label bahan acuan baku
1	SATARNANI	 <p>LABORATORIUM PUSAT SUMBER DAYA MINERAL, BATUBARA DAN PANAS BUMI BADAN GEOLOGI BAHAN ACUAN BAKU UNTUK ANALISIS CONTO MANGAN <b>SATARNANI</b></p>
2	BWN	 <p>LABORATORIUM PUSAT SUMBER DAYA MINERAL, BATUBARA DAN PANAS BUMI BADAN GEOLOGI BAHAN ACUAN BAKU UNTUK ANALISIS CONTO MANGAN <b>BWN</b></p>
3	STN-2	 <p>LABORATORIUM PUSAT SUMBER DAYA MINERAL, BATUBARA DAN PANAS BUMI BADAN GEOLOGI BAHAN ACUAN BAKU UNTUK ANALISIS CONTO MANGAN <b>STN-2</b></p>
4	SDG-1	 <p>LABORATORIUM PUSAT SUMBER DAYA MINERAL, BATUBARA DAN PANAS BUMI BADAN GEOLOGI BAHAN ACUAN BAKU UNTUK ANALISIS CONTO MANGAN <b>SDG-1</b></p>



**Gambar 18.** Bahan acuan baku conto mangan dalam kemasan botol 100 gram



**Gambar 19.** Duplikat bahan acuan baku conto mangan

## HASIL DAN ANALISIS

Berdasarkan hasil pengolahan data dari hasil analisis conto mangan pada lima conto yang dilakukan di internal Laboratorium Pusat Sumber Daya Mineral, Batubara dan Panas Bumi, kadar Mn total pada kode conto STN-2 52,92%; BWN 35,28%; SATARNANI 44,23%; SDG-1 48,93%; dan CMP-1 51,37%. Hasil analisis secara terperinci berikut kandungan mineralnya seperti tertera Tabel 3.

Analisis conto mangan di luar Laboratorium Pusat Sumber Daya Mineral, Batubara dan Panas Bumi (Laboratorium A) dilakukan di tujuh laboratorium, yaitu di Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Mineral dan Batubara (Laboratorium B), Balai Besar Keramik (Laboratorium C), Balai Besar Barang dan Bahan Teknik (Laboratorium D), Badan Tenaga Atom Nasional (Laboratorium E), Geo Services (Laboratorium F), Intertek Utama Services (Laboratorium G), dan Pusat Survei Geologi (Laboratorium H), dan dengan parameter  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,

$\text{MnO}_2$ , Mn total, MnO,  $\text{P}_2\text{O}_5$ , S total,  $\text{H}_2\text{O}^-$ , dan HD.

Hasil analisis empat conto yaitu kode conto STN-2, BWN, SATARNANI dan SDG-1 dipilih sesuai dengan kriteria untuk katagori kadar Mn sedang dan tinggi, sedangkan untuk kode conto CMP-1 tidak dilakukan analisis kimia di tujuh laboratorium lainnya, karena termasuk kriteria Mn kadar tinggi yang sudah terwakili oleh kode conto STN-2. Hasil analisis conto mangan dari delapan laboratorium seperti terlihat pada Tabel 4 untuk kode conto STN-2, Tabel 5 untuk kode conto BWN. Tabel 6 untuk kode conto Satarnani, dan Tabel 7 untuk kode conto SDG-1. Laboratorium A, B, C, D dan E, menggunakan metoda AAS, *Spectrophotometer*, Volumetri dan Gravimetri. Sedangkan Laboratorium F, G dan H metoda XRF. Semua hasil laboratorium dihitung pada conto kering pada suhu  $105^\circ\text{C}$ . Tanda (\*) pada keempat tabel di atas menandakan data *out-layer*, sedangkan tanda (\*\*) menandakan data tak terpakai.

**Tabel 3.** Hasil analisis major elements dan kandungan mineralnya

Unsur	STN-2		BWN		SATARNANI		SDG-1		CMP-1	
	Kadar (%)	Presisi internal	Kadar (%)	Presisi internal	Kadar (%)	Presisi internal	Kadar (%)	Presisi internal	Kadar (%)	Presisi internal
SiO <sub>2</sub>	3,55	0,23	0,31	0,08	1,79	0,20	0,43	0,03	8,76	0,38
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,07	0,02	0,23	0,02	0,39	0,02	0,20	0,01	1,06	0,01
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,64	0,02	0,13	0,01	0,60	0,01	0,23	0,01	0,36	0,01
Mn total	52,92	0,11	35,28	0,20	44,23	0,07	48,93	0,16	51,37	0,22
MnO <sub>2</sub>	78,07	0,12	48,43	0,26	61,79	0,17	70,60	0,08	67,29	0,19
MnO	4,64	0,14	6,04	0,43	6,70	0,09	5,73	0,16	11,43	0,34
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,00	0,00	0,03	0,01	0,14	0,01	0,04	0,01	0,03	0,01
S.tot	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,02	0,00	0,00	0,00
H <sub>2</sub> O	1,48	0,02	1,30	0,06	1,03	0,02	2,67	0,05	1,35	0,04
HD	14,08	0,02	25,66	0,07	20,77	0,04	18,86	0,18	10,25	0,09
<b>Total</b>	<b>101,04</b>		<b>80,83</b>		<b>92,19</b>		<b>96,11</b>		<b>99,19</b>	
Kandungan mineral	Pirolusit (MnO <sub>2</sub> )		Kalsit (CaCO <sub>3</sub> )		Kalsit (CaCO <sub>3</sub> )		Kalsit (CaCO <sub>3</sub> )		-	
	Muskovit (Clay)		Pirolusit (MnO <sub>2</sub> )		Pirolusit (MnO <sub>2</sub> )		Pirolusit (MnO <sub>2</sub> )		-	
			Muskovit (Clay)		Muskovit (Clay)		Muskovit (Clay)		-	

**Tabel 4.** Hasil analisis kode contoh STN-2 dari delapan laboratorium

Lab.	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Mn	MnO <sub>2</sub>	MnO	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	S	HD
	(%)	(%)	(%)	total (%)	(%)	(%)	(%)	total (%)	(%)
A	3,60**	0,06	0,64	53,71	79,24**	4,70**	0,00**	0,00	12,79
B	0,00**	0,16*	0,57	53,20	83,40**	0,57**	0,45	0,00	12,35
C	0,57**	2,05**	0,41*	61,97*	84,04**	1,02**	0,44	0,07**	11,65
D	1,03**	0,66**	1,30*	51,98*	-	-	-	-	13,23
E	0,34**	0,04	0,68	55,84	-	-	-	-	-
F	5,32**	0,14	0,65	55,14	-	-	0,41	0,00	13,52*
G	5,38**	0,09	1,04*	55,31	-	-	0,37	0,02*	12,90
H	4,10**	0,00*	0,62	59,65*	-	-	0,34*	0,00	13,55*
Rata-rata		0,08	0,74	55,85			0,40	0,00	12,85
SD		0,06	0,29	3,37			0,05	0,01	0,68
Presisi		0,06	0,23	3,17			0,05	0,01	0,61

Kandungan mineral : pirolusit (MnO<sub>2</sub>); muskovit (clay)**Tabel 5.** Hasil analisis kode contoh BWN dari delapan laboratorium

Lab.	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Mn	MnO <sub>2</sub>	MnO	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	S	HD
	(%)	(%)	(%)	total (%)	(%)	(%)	(%)	total (%)	(%)
A	0,31**	0,23	0,14	35,74	49,19**	6,01**	0,03*	0,00	24,68
B	0,95	0,06*	0,14	34,20	53,50**	0,51**	0,51**	0,00	24,40
C	1,26*	2,06**	0,13	55,28**	75,61**	2,79**	0,12	0,07**	18,02**
D	0,99	0,67**	0,61**	32,84*	-	-	-	-	24,68
E	0,32**	0,20	0,13	33,94	-	-	-	-	-
F	0,74	0,25	0,03*	35,98	-	-	0,26	0,00	24,56
G	0,80	0,16	0,27**	34,45	-	-	0,22	0,00	23,70*
H	0,78	0,25	0,09	37,92*	-	-	0,20	0,00	23,97
Rata2	0,92	0,19	0,11	35,01			0,17	0,00	24,33
SD	0,19	0,07	0,04	1,67			0,09	0,00	0,45
Presisi	0,19	0,07	0,04	1,49			0,10	0,00	0,45

Kandungan mineral : kalsit (CaCO<sub>3</sub>); pirolusit (MnO<sub>2</sub>); muskovit (clay)

**Tabel 6.** Hasil analisis kode conto Satarnani dari delapan laboratorium

Lab.	SiO <sub>2</sub> (%)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	Mn		P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (%)	S		HD (%)
				total (%)	MnO <sub>2</sub> (%)		MnO (%)	total (%)	
A	1,93	0,40	0,61	44,69	62,43**	6,77**	0,14**	0,00	19,95
B	0,67**	0,08*	0,57	41,60*	65,50**	0,27**	0,52	0,00	19,55
C	0,59**	1,54**	0,29*	57,92**	64,54**	17,66**	0,46	0,08**	15,10**
D	2,47*	0,84**	2,09**	42,32*	-	-	-	-	20,11*
E	0,15**	0,25	0,43	44,74	-	-	-	-	-
F	2,12	0,42	0,50	46,18*	-	-	0,52	0,00	20,03
G	2,30	0,35	0,83*	43,45	-	-	0,47	0,00	19,50*
H	1,73*	0,45	0,61	46,67*	-	-	0,44	0,00	19,89
Rata2	2,11	0,33	0,55	44,24			0,48	0,00	19,78
SD	0,29	0,14	0,17	1,85			0,04	0,00	0,24
Presisi	0,34	0,14	0,15	1,65			0,04	0,00	0,24

Kandungan mineral : kalsit (CaCO<sub>3</sub>); pirolusit (MnO<sub>2</sub>); muskovit (clay)

**Tabel 7.** Hasil analisis kode conto SDG-1 dari delapan laboratorium

Lab.	SiO <sub>2</sub> (%)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	Mn		P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (%)	S total (%)	HD (%)
				total (%)	MnO <sub>2</sub> (%)			
A	0,45	0,20	0,24	50,27	72,54 **	5,73 **	0,04 **	0,02 16,63 *
B	0,50	0,05 *	0,21	46,10	72,80 **	0,13 **	0,33 *	0,00 17,17
C	0,71	10,38 **	0,20	45,71	55,05 **	19,35 **	0,71 **	0,04 13,96 **
D	0,71	0,51 *	1,14 **	45,34	-	-	-	- 18,11 *
E	0,22 *	0,15	0,09	50,09	-	-	-	- -
F	0,53	0,24	0,08	50,30	-	-	0,25	0,00 17,20
G	0,80	0,19	0,47 **	50,30	-	-	0,22	0,03 16,80
H	0,94	0,44 *	0,20	53,07	-	-	0,22	0,00 18,37 *
Rata-rata	0,61	0,26	0,18	48,90			0,26	0,02 17,38
SD	0,23	0,16	0,07	2,81			0,05	0,02 0,71
Presisi	0,18	0,15	0,07	2,29			0,06	0,02 0,70

Kandungan mineral : kalsit (CaCO<sub>3</sub>); pirolusit (MnO<sub>2</sub>); muskovit (clay)

Data rekapitulasi hasil analisis dari delapan laboratorium yang melaksanakan proses analisis terhadap empat conto mangan, setelah dilakukan pengujian melalui metode statistik, maka conto mangan dengan kode conto STN-2 mempunyai kadar Mn total 55,85%, kode conto BMW 35,01%, kode conto Satarnani 44,24% dan kode conto SDG-1 48,90%. Secara lengkap hasil analisis kimia terhadap empat conto yang dianalisis oleh delapan laboratorium dapat dilihat pada

Tabel 8. Hasil analisis laboratorium dihitung dalam conto kering 105° C dan MnO<sub>2</sub> dihitung dari Mn total.

Berdasarkan hasil rekapitulasi analisis delapan laboratorium conto mangan dengan kriteria kadar Mn total sedang (kode conto BWN 35,01%) dan kadar Mn tinggi (kode conto SATARNANI 44,24%; SDG-1 48,90%; dan STN-2 55,85%), hasil analisis secara terperinci tertera pada Tabel 8.



**Tabel 8.** Data rekapitulasi rata-rata hasil analisis conto mangan dari delapan laboratorium

Unsur	STN-2		BWN		SATARNANI		SDG-1	
	Kadar (%)	Presisi eksternal	Kadar (%)	Presisi eksternal	Kadar (%)	Presisi eksternal	Kadar (%)	Presisi eksternal
SiO <sub>2</sub>	-	-	0,92	0,19	2,11	0,34	0,61	0,18
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,08	0,06	0,19	0,07	0,33	0,14	0,26	0,15
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,74	0,23	0,11	0,04	0,55	0,15	0,18	0,07
Mn total	55,85	3,17	35,01	1,49	44,24	1,65	49,08	2,41
MnO <sub>2</sub>	88,39	-	55,41	-	70,01	-	77,67	-
MnO	-	-	-	-	-	-	-	-
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,40	0,05	0,17	0,10	0,48	0,04	-	-
S total	0,00	0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	0,02	0,02
HD	12,85	0,61	24,33	0,45	19,78	0,24	17,38	0,70
<b>Total</b>	<b>102,47</b>		<b>81,13</b>		<b>93,26</b>		<b>96,11</b>	
Kandungan mineral	- Pirolusit (MnO <sub>2</sub> )		- Kalsit (CaCO <sub>3</sub> )		- Kalsit (CaCO <sub>3</sub> )		- Kalsit (CaCO <sub>3</sub> )	
	- Muskovit (Clay)		- Pirolusit (MnO <sub>2</sub> )		- Pirolusit (MnO <sub>2</sub> )		- Pirolusit (MnO <sub>2</sub> )	
			- Muskovit (Clay)		- Muskovit (Clay)		- Muskovit (Clay)	

## PEMBAHASAN

Pengambilan conto mangan di lapangan dengan kriteria kandungan Mn sedang dan tinggi cukup mudah dilaksanakan karena jenis ini mudah diidentifikasi secara visual dan cukup lengkapnya informasi di lapangan mengingat lokasi pengambilan conto berada di lokasi penambangan mangan.

Hal ini terlihat dari hasil analisis kimia yang menunjukkan bahwa kadar Mn bervariasi dari kadar sedang (kadar Mn 30% s.d. 44%) hingga kadar tinggi (kadar Mn > 44%) (International Manganese Institute dalam Anonim, 2010).

Proses homogenisasi conto agak sulit prosesnya, meskipun komposisi mineral penyusun dari hasil analisis X-RD tidak terlalu heterogen (dua sampai tiga mineral), tetapi mineral tersebut berupa *muscovite (clay)*, *calcite (CaCO<sub>3</sub>)*, dan *pyrolusit (MnO<sub>2</sub>)*.

Hasil analisis yang dilakukan di Laboratorium Pusat Sumber Daya Mineral, Batubara dan Panas Bumi pada umumnya memberikan hasil cukup baik, terlihat dari hasil analisis data delapan kali pengulangan analisis memberikan presisi yang diperoleh harus lebih rendah dari *Coefficient Variance Horwitz* (Riyanto, 2014). Hasil analisis data dari delapan

laboratorium lain termasuk Laboratorium Pusat Sumber Daya Mineral, Batubara dan Panas Bumi masuk dalam *in-layer*, kecuali unsur fosfor (P) semua *out-layer* bahkan merupakan data pencilan, hal ini kemungkinan disebabkan karena penggunaan metoda yang belum teruji. Unsur SiO<sub>2</sub> conto BWN *out-layer*, HD conto SDG-1 sedikit *out-layer*, hal ini kemungkinan disebabkan kurang ketelitian dalam analisisnya (Maxwell, 1981).

Hasil analisis kimia dari tujuh laboratorium lain datanya sangat bervariasi (*range/kisaran* data cukup tinggi). Hal ini kemungkinan beberapa dari laboratorium tersebut menggunakan metoda analisis yang belum teruji atau belum terstandarisasi (Scott, 1939).

Hasil analisis data dari tujuh laboratorium lain dan Laboratorium Pusat Sumber Daya Mineral, Batubara dan Panas Bumi datanya menunjukkan simpangan atau presisi yang diperoleh harus lebih rendah dari *Coefficient Variance Horwitz* (Riyanto, 2014). Hal ini disebabkan data cukup bervariasi (*range/kisaran*), data agak besar, sebagian besar uji statistik *out-layer* beberapa data sangat minim hanya lima sampai dengan enam, kecuali Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan Mn cukup memadai tujuh sampai dengan delapan data. Hal ini kemungkinan disebabkan adanya beberapa laboratorium masih belum menggunakan

metoda yang tepat untuk analisis jenis conto mangan ini dan belum menggunakan standar conto (*CRM*) yang sesuai, sehingga hasilnya kurang akurat (Sumadi, 2007).

Data  $MnO_2$  yang sangat diharapkan karena merupakan mineral utama atau unsur utama dalam conto mangan, datanya tidak dapat diolah dan dianalisis, karena data dari tujuh laboratorium lain umumnya  $MnO_2$  hanya dihitung dari kadar unsur Mn. Hal ini kemungkinan beberapa laboratorium tersebut tidak mempunyai prosedur analisis kimia untuk itu. Dari sejumlah laboratorium pengujian yang telah terakreditasi, hanya beberapa laboratorium saja yang dapat menganalisis mineral khususnya untuk conto mangan.

## KESIMPULAN DAN SARAN

### Kesimpulan

Laboratorium Pusat Sumber Daya Mineral, Batubara dan Panas Bumi memiliki bahan acuan baku analisis untuk conto mangan dengan katagori kadar sedang (30% s.d. 44%) dan tinggi (> 44%). Conto bahan acuan baku tersebut dikemas dalam botol plastik, dengan berat masing-masing 100 gram, tersedianya bahan acuan baku conto mangan ini diharapkan dapat menjamin mutu dan akurasi hasil analisis pengujian conto mangan.

Data hasil analisis bahan acuan baku yang dibuat Laboratorium Pusat Sumber Daya Mineral, Batubara dan Panas Bumi, memberikan hasil dan presisi yang baik, dengan metode yang valid.

### Saran

Kegiatan eksplorasi mangan dapat ditingkatkan di lingkungan Pusat Sumber Daya Mineral, Batubara dan Panas Bumi, mengingat laboratorium telah mempunyai bahan acuan baku analisis untuk conto mangan.

Pembuatan bahan acuan baku komoditi lainnya perlu dilakukan agar dapat

meningkatkan kinerja laboratorium dan menghindarkan ketergantungan pada negara lain.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada rekan-rekan di Laboratorium Pusat Sumber Daya Mineral, Batubara dan Panas Bumi khususnya Laboratorium Mineral Bukan Logam dan Panas bumi yang telah membantu, sehingga pembuatan bahan acuan baku analisis untuk conto mangan ini dapat diselesaikan dengan lancar. Ucapan terima kasih kami sampaikan juga kepada Dewan Redaksi yang telah membantu dalam penulisan makalah ini.

## DAFTAR PUSTAKA

- Anonim, 2004, *Pedoman Perhitungan Statistik untuk Uji Profisiensi*, Komite Akreditasi Nasional, Jakarta.
- , 2008, *Guidance for Statistical Evaluation of Interlaboratory Proficiency Testing Program*, DAC-G3-03, Dubai Accreditation Center, Dubai.
- , 2010, *Manganese, page 12, Ideas 1<sup>st</sup> Research, Sector, Metal and Mining Industry*, Ferrous Metals, Mumbai-India.
- , 2016, *Mineral Strategis di Kabupaten/Kota*, Pusat Sumber Daya Mineral, Batubara dan Panas Bumi, Badan Geologi, KESDM, Bandung.
- Davis, A. E. and Hartati, R. D., 1991, *The Preparation of Quality Control Sample for The Analysis of Sample from Southern Sumatra Geological and Mineral Exploration Project*, Laporan Kerja, Direktorat Sumber Daya Mineral, Bandung.
- Elishian, C., 2014, *Metode-Metode Statistik dalam Evaluasi Data Hasil Uji Profisiensi*, Pusat Penelitian LIPI, Banten.
- Kartika, S. H., 2006, *Buku Materi Pokok 6 Analisis Data Statistik STA 211/III/06*.

- Maxwell, J., 1981, *Rock and Mineral Analysis, Chemical Analysis, Second edition vol. 27*, John Wiley and Sons, Canada.
- Riyanto, 2014, *Validasi dan Verifikasi Metode Uji sesuai dengan ISO/IEC 17025 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi*, Penerbit Deepublish Yogyakarta, ISBN 978.
- Scott, W. W., 1939, *Standard Methods of Chemical Analysis*, New York.
- Shapiro, L., 1978, *Rapid Analysis of Silicate, Carbonate and Phosphate Rock Revised Edition Geological Survey Buletin 1401*.
- Sukmana, 2006, *Inventarisasi Mangan di Kabupaten Manggarai dan Kabupaten Manggarai Barat, Provinsi Nusa Tenggara Timur*, Pusat Sumber Daya Geologi, Bandung.
- Sumadi, K., 2007, *Bahan Acuan untuk Uji Kompetensi, Homogenitas Bahan Acuan, Uji Stabilitas Conto Acuan, Kompetensi Kemampuan Pengujian Antar Analis*, Puslitbang Teknologi Mineral dan Batubara, Bandung.

Diterima	: 14 Januari 2018
Direvisi	: 26 Februari 2018
Disetujui	: 27 April 2018