PENENTUAN KADAR LOGAM OKSIDA PADA BENTONIT MENGUNAKAN *ENERGY DISPERSIVE X-RAY SPECTROSCOPY* (*EDX*) DENGAN TIGA JENIS PREPARASI SAMPEL

*Determination of Oxide Metal Content in Bentonite using Energy
Dispersive X-Ray Spectroscopy (EDX) with three types of sample
preparation*

Synta Mutiara B.W.^{1*)}, Nurhidayati^{2*)} dan Kristanto Wahyudi^{2*)}

*)kontributor utama

¹Departemen Kimia, FMIPA, Universitas Diponegoro
Jl. Prof. H. Soedarto SH, Semarang, Indonesia

²Balai Besar Keramik
Jl. Jend. A. Yani 392, Bandung, Indonesia
Email : syntamuti@gmail.com

Naskah masuk: 9 Desember 2019, Revisi: 5 Februari 2019, Diterima: 10 Februari 2020

ABSTRAK

Bentonit merupakan salah satu jenis lempung yang banyak terdapat di Indonesia dan memiliki komposisi kimia yang sangat bervariasi. Salah satu cara untuk mengetahui kadar logam oksida pada bentonit seperti SiO_2 , Al_2O_3 , CaO , Fe_2O_3 , K_2O dan TiO_2 secara kualitatif dan kuantitatif adalah dengan menggunakan *energy dispersive x-ray spectroscopy (EDX)*. Sampel bentonit dipreparasi dengan cara serbuk, press dan vakum. Analisis statistik *MANOVA* dilakukan untuk mengetahui pengaruh jenis preparasi sampel uji terhadap kadar SiO_2 , Al_2O_3 , CaO , Fe_2O_3 , K_2O dan TiO_2 . Uji normalitas dengan *Saphiro-Wilk* dan *Q-Q Plot* menunjukkan bahwa data terdistribusi normal multivariat. Secara keseluruhan, terdapat pengaruh dari jenis preparasi sampel bentonit terhadap kadar SiO_2 , Al_2O_3 , CaO , Fe_2O_3 , K_2O dan TiO_2 . Setelah itu dilakukan simulasi statistika Bayesian untuk mengetahui probabilitas kadar bentonit yang tidak muncul dalam pengukuran *EDX* apabila dilakukan pengukuran kembali.

Kata Kunci: bentonit, *EDX*, preparasi sampel, kadar logam oksida, *MANOVA*

ABSTRACT

Bentonite is a type of clay that is widely available in Indonesia and has a very varied chemical composition. One way to determine the levels of metal oxides in bentonite such as SiO_2 , Al_2O_3 , CaO , Fe_2O_3 , K_2O and TiO_2 qualitatively and quantitatively is to use *energy dispersive x-ray spectroscopy (EDX)*. Bentonite

samples were prepared by means of powder, press and vacuum. Statistical analysis of MANOVA was carried out to determine the effect of the type of test sample preparation on levels of SiO_2 , Al_2O_3 , CaO , Fe_2O_3 , K_2O and TiO_2 . Normality test with Saphiro-Wilk and Q-Q plot shows that the data is normally distributed multivariate. Overall, there is an influence of the type of bentonite sample preparation on the levels of SiO_2 , Al_2O_3 , CaO , Fe_2O_3 , K_2O and TiO_2 . After that, Bayesian statistical simulation was performed to determine the probability of bentonite levels that do not appear in the EDX measurement if the measurements are taken again.

Keywords: bentonite, EDX, sample preparation, levels of metal oxides, MANOVA

I. PENDAHULUAN

Bentonit merupakan salah satu jenis lempung yang tersebar luas di Indonesia. Di Jawa Barat, bentonit dapat ditemui di Kabupaten Bogor, Sukabumi, Cianjur, Garut, Tasikmalaya, Sumedang dan Kuningan [1]. Jenis lempung dan kemanfaatannya dapat ditentukan oleh bentuk struktur dan kandungan mineral yang terdapat di dalamnya, seperti Na-bentonit atau Montmorillonit yang dapat mengembang dengan mengadisi air. Berdasarkan kemampuan mengembang dan kapasitas tukar kation, lempung jenis bentonit memiliki kemampuan mengembang dan kapasitas tukar kation yang tinggi, sehingga memiliki kemampuan untuk mengakomodasi berbagai macam kation. Kemampuan bentonit tersebut telah dimanfaatkan

untuk berbagai kepentingan, seperti media fotokatalitis, saringan molekuler (*molecular shieves*) [2].

Bentonit merupakan suatu aluminosilikat dengan perbandingan komposisi kimia antara Al_2O_3 dengan SiO_2 sebesar 1:3, yang menandakan adanya monmorillonit, komponen utama dalam bentonit [3][1]. Bentonit termasuk mineral smektit dengan rumus kimia $(\text{OH})_4\text{Si}_8\text{Al}_4\text{O}_{20} \cdot x\text{H}_2\text{O}$ [1][4]. Mineral smektit memiliki struktur berlapis yang terdiri dari 3 lapisan, yaitu dua lapisan silika yang tersusun tetrahedral dan satu lapisan yang tersusun oktahedral. Lapisan oktahedral ini berada di tengah sebagai pusatnya dan diapit oleh lapisan tetrahedral [5]. Bentonit memiliki komposisi kimia yang bervariasi yang diantaranya terdiri dari

SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , CaO , Na_2O , MgO , K_2O , TiO_2 dan P_2O_5 [5][6].

Bentonit yang berasal dari alam perlu melalui proses pengambilan contoh atau *sampling*. Pemilihan teknik *sampling* menjadi penting karena sampel yang diambil harus dapat mewakili dari sampel yang akan dianalisis. Untuk mendapatkan hasil yang homogen dari sampel bentonit terambil maka dilakukan *sampling* dengan teknik *quartering* yaitu salah satu teknik *sampling* untuk sampel padat, terutama serbuk. Teknik *quartering* ini dimulai dengan menuangkan sampel dengan bentuk kerucut, kemudian diratakan bagian atasnya. Kemudian dibagi menjadi empat bagian, dimana dua bagian yang berlawanan (diagonal) dibuang. Dua bagian sisanya diratakan kembali dan di-*quartering* kembali hingga mencapai jumlah bahan atau sampel yang diperlukan untuk analisis [7].

Kadar logam oksida dalam lempung dapat diketahui dengan menggunakan *Energi Dispersive X-ray Spectroscopy* (EDX). EDX merupakan salah satu alat yang digunakan untuk menentukan elemen berdasarkan karakteristik X-ray pada setiap atom yang terkandung dalam sampel dari elektron *incident beam*. Karakteristik sinar-X yang diterima setiap atom

berbeda, dan berisi tentang elemen-elemen yang terkandung dalam sampel [8]. Sampel yang dianalisa dengan EDX dapat berbentuk serbuk dan keping hasil *press*. Selain itu pengukuran EDX dapat dilakukan dalam mode vakum.

Pengukuran kadar logam oksida pada bentonit dengan EDX dapat menunjukkan perbedaan hasil yang dipengaruhi oleh jenis preparasi sampel. Jika preparasi sampel dianggap sebagai variabel terikat dan kadar logam oksida pada bentonit dianggap sebagai variabel bebas, maka memungkinkan untuk memisahkan setiap variabel dalam suatu sistem dan mempelajarinya secara terpisah. Meskipun biasanya variabel tidak hanya berkorelasi dengan variabel lainnya, tetapi masing-masing variabel dipengaruhi oleh variabel lainnya sehingga mempengaruhi statistik uji [9]. Variabel bebas atau disebut juga variabel pengaruh adalah suatu variabel yang jika dalam suatu waktu berada bersamaan dengan variabel lain maka variabel tersebut diduga akan dapat berubah dalam keragamannya. Variabel terikat adalah variabel yang berubah dalam keragamannya [10]. Dengan menggunakan analisis multivariat, variabel-variabel tersebut

dapat diperiksa secara bersamaan untuk memahami dampak dari proses yang dihasilkannya. Pendekatan multivariat memungkinkan untuk mengeksplorasi kinerja variabel secara bersama dan mengetahui pengaruh masing-masing variabel terhadap variabel lainnya [9]. Salah satu teknik yang bisa digunakan untuk menganalisis multivariat adalah *Multivariate Analysis of Variance* (MANOVA) atau Analisis Variansi Multivariat. MANOVA merupakan suatu teknik statistik yang digunakan untuk menghitung pengujian signifikansi perbedaan rata-rata secara bersamaan antara kelompok untuk dua atau lebih variabel terikat, dimana terdapat beberapa variabel independen yang berjenis kategorikal (data nominal atau ordinal) dengan beberapa variabel dependen yang berjenis metrik (data interval atau rasio). MANOVA adalah generalisasi dari ANOVA pada saat terdapat beberapa variabel terikat [11][12]. Keunggulan MANOVA adalah kemampuannya menganalisis semua variabel terikat secara simultan, sehingga dapat memperkecil kesalahan tipe I (α) dalam pengambilan keputusan uji statistik [13].

Untuk mengetahui nilai sebenarnya dari bentonit maka dapat digunakan pendekatan simulasi stastistika dengan metode Naïve Bayesian. Simulasi Statistika adalah suatu metode yang digunakan untuk menganalisa dan memprediksi kemungkinan kedepannya dengan cara menghitung probabilitasnya. Definisi lain mengatakan, Naïve Bayesian adalah sebuah pengklasifikasian probabilistik sederhana dengan cara menghitung sekumpulan probabilitas menggunakan frekuensi dan kombinasi nilai dari data yang ada. Metode Naïve Bayesian ini cukup mudah digunakan karena hanya memerlukan sejumlah data yang kecil untuk menentukan estimasi parameter yang diperlukan dalam proses pengklasifikasian. Pada pengaplikasiannya, metode ini dapat digunakan untuk perankingan kegiatan di suatu fakultas [16], untuk memprediksi penggunaan listrik rumah tangga dan memprediksi penyakit dermatologi untuk mengenal pola data untuk mengungkap kemungkinan penyakit dermatologi [17]. Persamaan metode Naïve Bayesian :

$$P(H|X) = \frac{P(X|H).P(H)}{P(X)} \quad (1)$$

Keterangan :

X : Data dengan kelas yang belum diketahui

H : Hipotesis data merupakan suatu kelas spesifik

$P(H|X)$: Probabilitas hipotesis H berdasarkan kondisi X

$P(H)$: Probabilitas hipotesis H

$P(X|H)$: Probabilitas X berdasarkan kondisi pada hipotesis H

$P(X)$: Probabilitas X

Untuk klasifikasi data kontinyu digunakan rumus Densitas Gauss[17] :

$$P = (X_i = x_i | Y_i = y_i) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}\sigma} e^{-\frac{(x_i - \mu)^2}{2\sigma^2}} \quad (2)$$

Keberadaan bentonit yang melimpah dan aplikasi yang sangat beragam membuat penelitian mengenai bentonit dari berbagai daerah di Indonesia menjadi penting dan menarik. Oleh karena komposisi kimia bentonit bervariasi, penelitian ini hanya akan fokus pada beberapa logam oksida yang dianggap mewakili komponen utama dalam bentonit yaitu SiO_2 , Al_2O_3 , CaO , Fe_2O_3 , K_2O dan TiO_2 . Pada penelitian ini dilakukan penentuan kadar logam oksida bentonit menggunakan alat EDX dengan tiga jenis preparasi sampel, kemudian dilakukan analisa kimia basah sebagai pembanding dan analisa statistik MANOVA untuk

mengetahui pengaruh preparasi sampel terhadap kadar logam oksida. Setelah itu dilakukan simulasi stastistika metode Naïve Bayesian untuk memprediksi nilai sebenarnya dari hasil pengukuran Bentonit.

II. METODOLOGI PENELITIAN

Bahan baku yang digunakan adalah bentonit yang berasal dari Sukabumi, Jawa Barat; nitrogen cair dan minyak zaitun. Pengambilan sampel dilakukan dengan teknik *quartering* sebanyak 3 kali dari 5 kg bentonit. Hasil *quartering* kemudian diuji kadar logam oksidanya menggunakan instrumen EDX-720 Shimadzu di Balai Besar Keramik. Sampel dipreparasi dengan tiga cara yaitu (1) serbuk, (2) *press* kering dan (3) *press* untuk pengujian vakum atau disebut juga vakum. Masing-masing jenis preparasi terdiri dari 8 sampel yang berasal dari ± 6 gram serbuk bentonit. Preparasi sampel *press* kering dilakukan pada tekanan 50 bar sedangkan vakum dilakukan pada tekanan 100 bar. Sebagai pembanding, 15 gram serbuk bentonit dianalisa sesuai SNI 0449:2010 Lempung dan feldspar, Cara uji kimia metode basah di Laboratorium Kimia, Balai Besar Keramik.

Hasil pengukuran kadar SiO_2 , Al_2O_3 , CaO , Fe_2O_3 , K_2O dan TiO_2 dari

EDX lalu dianalisis menggunakan (1) analisis deskriptif meliputi rata-rata, standar deviasi, nilai minimum dan nilai maksimum untuk kadar logam oksida[14] dan (2) uji MANOVA menggunakan uji Pillai's Trace, Wilks Lamda, Hotelling's Trace dan Roy's Largest Root. Model MANOVA yang diterapkan adalah [14] :

$$X_{ij} = \mu + \tau_i + \varepsilon_{ij} \quad (3)$$

keterangan :

X = variabel dependen

μ = rata-rata

τ = efek faktor

ε = nilai eror

i = derajat efek, $i = 1, 2, \dots, I$

j = derajat replikasi, $j = 1, 2, \dots, J$

Asumsi MANOVA adalah data terdistribusi normal multivariat dan matriks varians homogen [15]. Uji prasyarat yang digunakan adalah uji normalitas dengan *Shapiro Wilk* dan QQ-plot serta uji homogenitas dengan *Box's M*. Pada uji statistik MANOVA, jenis preparasi sampel berlaku sebagai variabel independen dan kadar logam oksida berlaku sebagai variabel dependen. Uji signifikan menggunakan nilai F dan P dari hasil tabel MANOVA. Tolak H_0 jika $F > F_{(df1, df2, \alpha)}$ atau nilai $P < \alpha$. Analisis statistik dilakukan untuk mengetahui apakah terdapat pengaruh yang signifikan dari preparasi sampel yang

berbeda terhadap hasil uji EDX kadar logam oksida. Uji prasyarat dan MANOVA dilakukan dengan IBM SPSS versi 23. Uji Bayesian dilakukan dengan Microsoft Excel.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Pengujian penentuan kadar SiO_2 , Al_2O_3 , CaO , Fe_2O_3 , K_2O dan TiO_2 dari EDX dilakukan dengan tiga jenis preparasi yaitu serbuk, *press* dengan tekanan 50 bar untuk *mode easy-air-oxide*, vakum dengan tekanan 100 bar untuk *mode easy-vac-oxide*. Perbedaan tekanan ini dilakukan karena dibutuhkan sampel yang lebih padat untuk mode vakum sehingga proses *press* harus dilakukan dengan tekanan yang lebih tinggi. Hasil uji dapat dilihat pada Tabel 1.

Komposisi kimia bentonit sangat bervariasi. Namun, semua bentonit terdiri dari komponen utama yaitu SiO_2 dan Al_2O_3 dengan kadar yang tinggi, lalu kadar CaO lebih dari 1% apabila Ca-bentonit atau kadar Na_2O lebih dari 1% apabila Na-bentonit, serta beberapa unsur minor seperti Fe_2O_3 , K_2O , SO_3 , TiO_2 , P_2O_5 , MnO , dan MgO seperti bentonit Cubati, Brazil [6]. Berdasarkan hasil analisis EDX, bentonit Sukabumi memiliki

kandungan yang serupa dengan bentonit Cubati, Brazil.

Tabel 1. Kadar logam oksida hasil uji EDX

Jenis Preparasi	%SiO ₂	%Al ₂ O ₃	%CaO	%Fe ₂ O ₃	%K ₂ O	%TiO ₂
serbuk	54,876	9,943	23,153	6,797	2,783	0,725
serbuk	53,063	9,791	24,722	6,961	2,845	0,819
serbuk	56,282	5,92	24,909	7,368	2,934	0,777
serbuk	54,626	10,052	23,514	6,483	2,785	0,743
serbuk	54,359	10,112	23,546	6,809	2,791	0,696
serbuk	55,276	10,733	22,527	6,403	2,668	0,668
serbuk	54,064	10,351	23,718	6,508	2,792	0,739
serbuk	55,271	9,168	23,389	6,877	2,805	0,741
press	68,974	9,05	13,341	2,713	1,851	0,358
press	61,218	20,955	10,84	2,048	1,525	0,245
press	60,711	8,008	18,385	5,173	2,331	0,561
press	63,904	16,577	11,674	2,426	1,621	0,281
press	56,965	15,384	16,39	4,456	2,073	0,489
press	62,165	21,053	10,161	1,982	1,488	0,239
press	64,321	17,036	11,247	2,199	1,619	0,265
press	64,066	16,669	11,316	2,225	1,686	0,259
vakum	62,215	15,904	11,623	2,45	1,597	0
vakum	61,923	15,934	11,535	2,44	1,61	0,285
vakum	62,002	15,918	11,652	2,308	1,585	0,287
vakum	62,385	16,005	11,572	2,311	1,58	0
vakum	62,162	15,956	11,476	2,312	1,592	0,279
vakum	62,278	15,935	11,525	2,513	1,627	0
vakum	62,014	15,924	11,535	2,465	1,572	0,278
vakum	62,186	15,943	11,54	2,477	1,581	0

Tabel 2. Kadar logam oksida bentonit berdasarkan SNI 0449:2010 dan uji EDX

Kadar	SNI 0449:2010		Uji EDX	
	Rata-Rata (%)	Serbuk (%)	Press (%)	Vakum (%)
SiO ₂	54,7472	54,72713	62,79050	62,14562
Al ₂ O ₃	10,6721	9,50875	15,59150	15,93987
CaO	8,8037	23,68475	12,91925	11,55725
Fe ₂ O ₃	1,1687	6,77575	2,90275	2,40950
K ₂ O	1,2121	2,80038	1,77425	1,59300
TiO ₂	0,0495	0,73850	0,33713	0,14112
Keterangan	Mengingat kelengkapan data, hanya SiO ₂ , Al ₂ O ₃ , CaO, Fe ₂ O ₃ , K ₂ O, TiO ₂ yang dibandingkan.			

Hasil pengukuran EDX pada Tabel 1 menunjukkan bahwa komposisi kimia utama dalam bentonit adalah SiO_2 namun terdapat perbedaan nilai kadar antara masing-masing jenis preparasi sampel. Kadar SiO_2 pada sampel serbuk berada dalam rentang (53-56) % sedangkan kadar SiO_2 pada sampel *press* berada dalam rentang (60-68)%. Untuk sampel vakum, kadar SiO_2 berada dalam rentang (61-62) %. Perbedaan hasil tersebut juga terlihat pada kadar Al_2O_3 , CaO , Fe_2O_3 , K_2O dan TiO_2 . Sebagai pembanding dilakukan analisa sesuai SNI 0449:2010 Lempung dan feldspar, Cara uji kimia metode basah yang mencakup beberapa metode seperti metode gravimetri untuk penentuan SiO_2 dan hilang pijar, metode titrimetri untuk penentuan Al_2O_3 , CaO dan MgO , metode *flame photometry* untuk penentuan Na_2O dan K_2O dan yang terakhir adalah metode spektrofotometri UV-Vis untuk penentuan Fe_2O_3 dan TiO_2 . Melalui analisis kimia sesuai SNI 0449:2010 dapat diketahui kandungan dan kadar Na_2O dan MgO yang tidak terdeteksi pada instrumen EDX. Hal ini disebabkan oleh alat EDX kurang sensitif terhadap kadar Na_2O dan MgO . Hasil uji analisa kimia sesuai

SNI 0449:2010 dapat dilihat pada Tabel 2.

Berdasarkan Tabel 1 dan 2, hasil analisa kimia basah untuk kadar SiO_2 dan Al_2O_3 paling mendekati hasil analisa EDX dengan jenis preparasi serbuk. Hal yang berbeda tampak pada penentuan kadar CaO dan K_2O dimana hasil analisa basah paling mendekati hasil analisa EDX dengan jenis preparasi *press* dan vakum. Perbedaan yang muncul dari analisa EDX semakin menguatkan bahwa perlakuan preparasi sampel yang berbeda pada sampel EDX dapat mempengaruhi hasil analisa kadar logam oksida pada bentonit sehingga diperlukan analisa statistik lebih lanjut.

Analisa MANOVA dilakukan untuk mengetahui perbedaan pengaruh cara preparasi terhadap kadar logam oksida dengan hipotesa: Ada pengaruh yang signifikan dari cara preparasi serbuk, *press* kering dan vakum terhadap hasil uji EDX kadar logam oksida. Dalam metode analisis multivariat membutuhkan beberapa asumsi, salah satunya adalah data berdistribusi normal multivariat. Asumsi normal multivariat perlu diperiksa untuk memastikan data pengamatan mengikuti distribusi normal agar statistik inferensi dapat

digunakan untuk menganalisis data tersebut. Oleh karena itu dibutuhkan uji normalitas diantaranya dengan pengujian QQ-plot dan Saphiro-Wilk. Hasil uji QQ-plot dan Saphiro-Wilk untuk setiap kadar logam oksida adalah sebagai berikut :

1. SiO₂

Hasil uji Normalitas Saphiro-Wilk berdasarkan Tabel 3 menunjukkan bahwa nilai signifikansi atau dapat disebut *p-value* bernilai lebih dari 0,05 yaitu sebesar 0,971 untuk kadar SiO₂ dengan preparasi sampel serbuk; 0,799 untuk kadar SiO₂ dengan preparasi sampel press dan 0,834

untuk kadar SiO₂ dengan preparasi sampel vakum sehingga dapat dikatakan data terdistribusi normal. Selain itu untuk memperkuat kesimpulan uji Saphiro-Wilk dilakukan uji QQ-plot. Diagram QQ-plot menunjukkan bahwa data kadar SiO₂ berada di sekitar garis linier atau terdistribusi normal.

Tabel 3. Hasil Uji Normalitas Saphiro-Wilk untuk kadar SiO₂

		Uji Spahiro-Wilk		
Preparasi		Statis tika	df	Signifikansi (<i>p-value</i>)
SiO ₂	Serbuk	0,982	8	0,971
	Press	0,959	8	0,799
	Vakum	0,963	8	0,834

Gambar 1. Hasil uji QQ-Plot dari SPSS untuk kadar SiO₂

2. Al_2O_3

Hasil uji Saphiro-Wilk menunjukkan bahwa nilai signifikansi atau dapat disebut *p-value* bernilai lebih dari 0,05 yaitu 0,171 untuk kadar Al_2O_3 dengan preparasi sampel press dan 0,228 untuk kadar Al_2O_3 dengan preparasi sampel vakum sehingga dapat dikatakan data terdistribusi normal. Namun untuk kadar Al_2O_3 dengan preparasi sampel serbuk, *p-value* lebih kecil daripada 0,05 yaitu sebesar 0,002 sehingga data tidak terdistribusi

normal. Selain itu untuk memperkuat kesimpulan uji Saphiro-Wilk dilakukan uji QQ-plot. Hasil diagram QQ-plot menunjukkan bahwa data kadar Al_2O_3 berada di sekitar garis linier atau terdistribusi normal.

Tabel 4. Hasil Uji Normalitas Saphiro-Wilk untuk kadar Al_2O_3

Preparasi		Uji Spahiro-Wilk		
		Statistika	df	Signifikansi (<i>p-value</i>)
Al_2O_3	Serbuk	0,695	8	0,002
	Press	0,876	8	0,171
	Vakum	0,889	8	0,228

Gambar 2. Hasil uji QQ-Plot dari SPSS untuk kadar Al_2O_3

3. CaO

Hasil uji Saphiro-Wilk menunjukkan bahwa nilai signifikansi atau dapat disebut *p-value* bernilai lebih dari 0,05 yaitu sebesar 0,429 untuk kadar CaO dengan preparasi sampel serbuk; 0,061 untuk kadar CaO dengan preparasi sampel press dan 0,489 untuk kadar CaO dengan preparasi sampel vakum sehingga dapat dikatakan data terdistribusi normal. Selain itu untuk memperkuat

kesimpulan uji Saphiro-Wilk dilakukan uji QQ-plot. Diagram QQ-plot menunjukkan bahwa data kadar CaO berada di sekitar garis linier atau terdistribusi normal.

Tabel 5. Hasil Uji Normalitas Saphiro-Wilk untuk kadar CaO

Preparasi		Uji Spahiro-Wilk		
		Statis tika	df	Signifikansi (<i>p-value</i>)
CaO	Serbuk	0,920	8	0,429
	Press	0,831	8	0,061
	Vakum	0,927	8	0,489

Gambar 3. Hasil uji QQ-Plot dari SPSS untuk kadar CaO

4. K₂O

Hasil uji Saphiro-Wilk menunjukkan bahwa nilai signifikansi atau dapat disebut *p-value* bernilai lebih dari 0,05 yaitu sebesar 0,234 untuk kadar K₂O dengan preparasi sampel serbuk; 0,172 untuk kadar K₂O dengan preparasi sampel press dan 0,486 untuk kadar K₂O dengan preparasi sampel vakum sehingga dapat dikatakan data terdistribusi normal. Selain itu untuk memperkuat

kesimpulan uji Saphiro-Wilk dilakukan uji QQ-plot. Diagram QQ-plot menunjukkan bahwa data kadar K₂O berada di sekitar garis linier atau terdistribusi normal.

Tabel 6. Hasil Uji Normalitas Saphiro-Wilk untuk kadar K₂O

		Uji Spahiro-Wilk		
Preparasi		Statis tika	df	Signifikansi (p-value)
K ₂ O	Serbuk	0,890	8	0,234
	Press	0,876	8	0,172
	Vakum	0,927	8	0,486

Gambar 4. Hasil uji QQ-Plot dari SPSS untuk kadar K₂O

Secara keseluruhan, hasil uji QQ plot menunjukkan hubungan antara kadar logam oksida terhadap semua cara preparasi sampel cenderung linier. Hasil uji Saphiro-Wilk menunjukkan bahwa nilai signifikansi kadar logam oksida SiO_2 , CaO dan K_2O untuk semua cara preparasi > 0,05 kecuali kadar Al_2O_3 dengan cara preparasi serbuk yaitu bernilai 0,002 yang lebih kecil dari 0,05. Pada situasi adanya kontradiksi seperti ini, keputusan bisa diambil secara fleksibel [12]. Nilai *p-value* dari kadar Al_2O_3 cara serbuk diabaikan karena nilai *p-value* dari kadar logam oksida lainnya memenuhi persyaratan. Dengan kata lain keseluruhan data dapat tetap dikatakan homogen dan uji MANOVA bisa dilanjutkan.

Selain uji normalitas, metode analisis multivariat membutuhkan asumsi homogenitas yang dapat dilakukan dengan uji homogenitas dengan Box's M dengan jumlah iterasi 246180 kali. Berdasarkan Tabel 7 terlihat bahwa nilai Sig. (0.000) < α (0,05) sehingga variabel dependen tidak sama atau ada perbedaan matriks kovarian dari variabel dependen untuk semua kelompok. Hal ini menyebabkan kecurigaan terhadap model. Untuk itu diperlukan cek diagonal matriks kovarian melalui uji

Levene [12]. Data yang tidak homogen ini dapat diatasi dengan menambah jumlah variabel observasi, atau dengan melakukan transformasi terhadap data.

Walaupun hasil uji Box'M menunjukkan data tidak homogen namun hasil uji QQ-Plot dan Saphiro Wilk menunjukkan data berdistribusi normal. Oleh karena itu agar dapat dilanjutkan dengan pengujian MANOVA, maka untuk sementara data diasumsikan homogen.

Tabel 7. Uji Homogenitas Box's M
Uji Box's M Kesamaan Matrik Kovarian

Box's M	246.180
F	3.308
df1	42
df2	1309.236
Sig.	.000

Uji hipotesis nol bahwa matriks kovarians yang diamati dari variabel dependen adalah sama di seluruh kelompok.

Pada analisa MANOVA, hipotesis H_0 adalah tidak terdapat pengaruh dari preparasi sampel yang berbeda terhadap hasil uji EDX kadar logam oksida dan hipotesis H_1 adalah terdapat pengaruh dari preparasi sampel yang berbeda terhadap hasil uji EDX kadar logam oksida. Tingkat kepercayaan sebesar 95 % atau $\alpha=0,05$. Berdasarkan Tabel 9, uji multivariat (MANOVA) menunjukkan nilai *p value* (Sig.) kurang dari 0.05

maka H_0 ditolak sehingga dapat disimpulkan bahwa terdapat pengaruh dari preparasi sampel yang berbeda terhadap hasil uji EDX kadar logam oksida. Berdasarkan hasil uji *between-subjects effects* menunjukkan bahwa hubungan antara jenis preparasi dengan kadar logam oksida memiliki tingkat signifikansi ($\text{sig. } 0.000$) < 0.05 . Hal ini menunjukkan bahwa terdapat perbedaan kadar logam oksida yang disebabkan oleh perbedaan jenis preparasi sampel.

Uji *Post Hoc* dilakukan untuk menjawab hipotesis minor yang membandingkan tiap variabel secara terpisah, namun lebih spesifik lagi berdasarkan tiap jenis preparasi. Sebelum uji *Post Hoc* harus dilakukan uji Levene seperti ditunjukkan pada Tabel 8. Nilai Sig. akan menentukan pilihan uji *Post Hoc* yang digunakan. Apabila $\text{Sig.} > 0,05$ maka uji *Post Hoc* menggunakan uji Benferroni, sedangkan jika $\text{Sig.} < 0,05$ maka

menggunakan uji *Games-Howell*. Hasil uji Lavene menunjukkan nilai p (Sig.) $< 0,05$ sehingga dapat disimpulkan bahwa keenam kadar logam oksida tidak memiliki variansi sama (tidak homogen) dan dilanjutkan dengan uji *Games-Howell*. Berdasarkan uji *Games-Howell*, jenis preparasi sampel yang memberikan perbedaan nilai kadar SiO_2 , Al_2O_3 , CaO , Fe_2O_3 , K_2O adalah preparasi sampel serbuk dengan *press* dan serbuk dengan vakum. Adapun untuk jenis preparasi sampel yang memberikan perbedaan nilai kadar TiO_2 adalah serbuk dengan *press*, serbuk dengan vakum, dan *press* dengan vakum.

Tabel 8. Uji Levene

	F	df1	df2	Sig.
SiO_2	7.324	2	21	.004
Al_2O_3	8.285	2	21	.002
CaO	12.866	2	21	.000
Fe_2O_3	11.179	2	21	.000
K_2O	12.273	2	21	.000
TiO_2	14.844	2	21	.000

Uji hipotesa nol bahwa variansi *error* dari variabel terikat adalah sama untuk semua grup

Tabel 9. Uji Multivariat

	Efek	Nilai	F	Hipotesa df	Error df	Signifikansi.	Noncent. Parameter
Intercept	Pillai's Trace	1.000	2265858.457 ^b	6.000	16.000	.000	13595150.744
	Wilks' Lambda	.000	2265858.457 ^b	6.000	16.000	.000	13595150.744
	Hotelling's Trace	849696.922	2265858.457 ^b	6.000	16.000	.000	13595150.744
	Roy's Largest Root	849696.922	2265858.457 ^b	6.000	16.000	.000	13595150.744
Preparasi	Pillai's Trace	1.713	16.885	12.000	34.000	.000	202.626
	Wilks' Lambda	.000	130.240 ^b	12.000	32.000	.000	1562.880
	Hotelling's Trace	711.844	889.805	12.000	30.000	.000	10677.666
	Roy's Largest Root	709.347	2009.818 ^c	6.000	17.000	.000	12058.907

b. *Exact statistic*

Tabel 10. Uji Games-Howell

Variabel Dependen	(I) Preparasi	(J) Preparasi	Beda Rata- rata (I-J)	Standar Error	Signifikansi	Kepercayaan 95%	
						Batas Bawah	Batas Atas
SiO ₂	serbuk	press	-8.06338*	1.274484	.001	-11.70020	-4.42655
		vakum	-7.41850*	.342280	.000	-8.41432	-6.42268
	press	serbuk	8.06338*	1.274484	.001	4.42655	11.70020
		vakum	.64488	1.230118	.862	-2.97439	4.26414
	vakum	serbuk	7.41850*	.342280	.000	6.42268	8.41432
		press	-.64488	1.230118	.862	-4.26414	2.97439
Al ₂ O ₃	serbuk	press	-6.08275*	1.789295	.021	-11.14839	-1.01711
		vakum	-6.43112*	.536810	.000	-8.01175	-4.85050
	press	serbuk	6.08275*	1.789295	.021	1.01711	11.14839
		vakum	-.34837	1.706941	.977	-5.37532	4.67857
	vakum	serbuk	6.43112*	.536810	.000	4.85050	8.01175
		press	.34837	1.706941	.977	-4.67857	5.37532
CaO	serbuk	press	10.76550*	1.079698	.000	7.67957	13.85143
		vakum	12.12750*	.278941	.000	11.30805	12.94695
	press	serbuk	-10.76550*	1.079698	.000	-13.85143	-7.67957
		vakum	1.36200	1.043428	.436	-1.71041	4.43441
	vakum	serbuk	-12.12750*	.278941	.000	-12.94695	-11.30805
		press	-1.36200	1.043428	.436	-4.43441	1.71041
Fe ₂ O ₃	serbuk	press	3.87300*	.444332	.000	2.60107	5.14493
		vakum	4.36625*	.115237	.000	4.03708	4.69542
	press	serbuk	-3.87300*	.444332	.000	-5.14493	-2.60107
		vakum	.49325	.431222	.520	-.77375	1.76025
	vakum	serbuk	-4.36625*	.115237	.000	-4.69542	-4.03708

Variabel Dependen	(I) Preparasi	(J) Preparasi	Beda Rata- rata (I-J)	Standar Error	Signifikansi	Kepercayaan 95%	
						Batas Bawah	Batas Atas
K ₂ O	serbuk	press	-.49325	.431222	.520	-1.76025	.77375
		press	1.02613*	.107125	.000	.71903	1.33322
		vakum	1.20738*	.026849	.000	1.13032	1.28443
	press	serbuk	-1.02613*	.107125	.000	-1.33322	-.71903
		vakum	.18125	.104098	.256	-.12477	.48727
	vakum	serbuk	-1.20738*	.026849	.000	-1.28443	-1.13032
TiO ₂	serbuk	press	-.18125	.104098	.256	-.48727	.12477
		press	.40137*	.046511	.000	.27134	.53141
		vakum	.59738*	.055796	.000	.43915	.75560
	press	serbuk	-.40137*	.046511	.000	-.53141	-.27134
		vakum	.19600*	.068866	.034	.01493	.37707
	vakum	serbuk	-.59738*	.055796	.000	-.75560	-.43915
		press	-.19600*	.068866	.034	-.37707	-.01493

Berdasarkan nilai rata-rata yang diobservasi

Mean Square (Error) = .013.

*. Rata-rata signifikan ada di tingkat 0.05.

Hasil analisis EDX yang dihasilkan memiliki perbedaan yang cukup signifikan, maka diperlukan pengolahan data dengan simulasi statistika. Simulasi statistika yang digunakan adalah metode Naïve Bayesian. Simulasi statistika ini bertujuan untuk memprediksi nilai sebenarnya, nilai setelahnya dengan kondisi yang sama, dan juga sebagai kontrol.

Simulasi Naïve Bayesian dapat dilakukan dengan aplikasi Microsoft Excel, yaitu dengan cara memasukan rumus sebagai berikut :

$$P = (X_i = x_i | Y_i = y_i) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}\sigma} e^{-\frac{(x_i - \mu)^2}{2\sigma^2}} \quad (4)$$

Simulasi Naïve Bayesian dapat digunakan untuk menentukan probabilitas nilai kadar yang hilang dari rentang kadar berdasarkan sampel

serbuk dan sampel *press*. Sehingga apabila dilakukan analisis kembali dapat diprediksi nilai yang mungkin muncul dari sampel serbuk atau *press* yang berasal dari rentang kadar yang hilang tersebut. Hasil akhir yang diperoleh dinyatakan dalam Tabel 11 dengan dua jenis sampel, yaitu *press* dan serbuk.

Simulasi Naïve Bayesian dapat membantu untuk mengetahui berapa probabilitas kadar yang tidak muncul dalam pengukuran EDX apabila dilakukan pengukuran kembali. Berdasarkan simulasi Bayesian, sampel bentonit *press* memiliki kadar SiO₂ sebesar 59 %. Hasil simulasi ini berbeda dengan hasil rata-rata pengukuran EDX yaitu sebesar 62,79 %. Hasil simulasi Bayesian lainnya dapat dilihat pada Tabel 11.

Tabel 11. Hasil Perhitungan Metode Naïve Bayesian

	Press	Press Bayesian		Serbuk	Serbuk Bayesian	
	Kadar (%)	Probabilitas	Kadar (%)	Kadar (%)	Probabilitas	Kadar (%)
SiO ₂	62,79050	0.0343	59	54,72713	0.0237	57
Al ₂ O ₃	15,59150	0.0925	14	9,50875	0.1673	11
CaO	12,91925	0.0940	15	23,68475	0.0008	20
Fe ₂ O ₃	2,90275	0.4233	3	6,77575	0.0000	0
K ₂ O	1,77425	0.0182	2.4	2,80038	0.0004	2.4
TiO ₂	0,33713	0.0289	0.6	0,73850	0.1279	0.6
Keterangan	Mengingat kelengkapan data, hanya SiO ₂ , Al ₂ O ₃ , CaO, Fe ₂ O ₃ , K ₂ O, TiO ₂ yang dibandingkan.					

IV. KESIMPULAN

Pengukuran kadar logam oksida bentonit dilakukan dengan alat EDX melalui 3 tipe preparasi sampel; serbuk, press dan vakum. Tipe preparasi serbuk memberikan hasil yang mendekati hasil uji analisa basah. Analisa MANOVA masih bisa dilakukan atas dasar analisa QQ-plot, Saphiro Wilk menunjukkan data terdistribusi normal walaupun hasil uji Box'm data tidak homogen. Berdasarkan hasil uji multivariat (MANOVA) menunjukkan nilai *p value* (Sig.) kurang dari 0.05 berarti bahwa terdapat pengaruh dari preparasi sampel yang berbeda terhadap hasil uji EDX kadar logam oksida. Hasil uji *between-subjects effects* menunjukkan bahwa hubungan antara jenis preparasi dengan kadar logam oksida memiliki tingkat signifikansi (sig. 0.000) < 0.05 sehingga menunjukkan bahwa terdapat perbedaan kadar logam oksida yang disebabkan oleh perbedaan jenis preparasi sampel. Hasil uji Lavene menunjukkan nilai *p* (Sig.) < 0.05 berarti bahwa keenam kadar logam oksida tidak memiliki variansi sama (tidak homogen). Hasil uji Games Howell, jenis preparasi sampel yang memberikan perbedaan nilai kadar SiO₂, Al₂O₃, CaO, Fe₂O₃,

K₂O adalah preparasi sampel serbuk dengan *press* dan serbuk dengan vakum. Adapun untuk jenis preparasi sampel yang memberikan perbedaan nilai kadar TiO₂ adalah serbuk dengan *press*, serbuk dengan vakum, dan *press* dengan vakum. Penentuan kadar logam oksida bentonit menggunakan EDX dengan preparasi vakum memberikan hasil yang mendekati preparasi *press*. Sedangkan penentuan kadar logam oksida bentonit menggunakan EDX dengan preparasi serbuk memberikan hasil yang mendekati analisa kimia cara basah sesuai dengan SNI 0449:2010. Oleh karena itu penentuan kadar logam oksida bentonit menggunakan EDX lebih memberikan hasil yang terpercaya dengan preparasi serbuk. Berdasarkan simulasi Naïve Bayesian, dapat diketahui probabilitas kadar yang tidak muncul dalam pengukuran EDX apabila dilakukan pengukuran kembali.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Sembodo, S., Handoko, A.D. dan Noviard, R. "Karakteristik Bentonit Di Kecamatan Cimerak, Kabupaten Pangandaran Jawa Barat Sebagai Bahan Baku

- Keramik : Analisa XRD Dan Kuat Tekan*”, halaman 13–18, 2015.
- [2] Delvi, P.E., “*Studi Interklasi Urea ke dalam Lempung, Bentonit dengan Metoda Padat Cair*”, Jurusan Kimia FMIPA UII, Yogyakarta, 2001.
- [3] Kok, M. V, “The Chemistry, Kinetics, and Potential Utilization of Different Origins of The Chemistry, Kinetics, and Potential Utilization of Different Origins of Bentonite Samples”, *Energy Source, Part A: Recovery , Utilization , and Environmental Effects* 36: 173–183, 2014.
- [4] Buchari dan Harsini, M.,; “Karakterisasi bentonit Pacitan”, *JKTI*, 6: 43–48, 1996.
- [5] Abdullahi, S.L. dan Audu, A.A., “Comparative Analysis on Chemical Composition of Bentonite Clays Obtained from Ashaka and Tango Deposits in Gombe State, Nigeria”, *ChemSearch Jorunal*, 8: 35–40, 2017.
- [6] Kutlić, A., Bedeković, G. dan Sobota, I., “Bentonite Processing”, *Rud.-geol.-naft. zb.*, 24: 61–65, 2012.
- [7] Brittain, H.G., “Particle-Size Distribution II: The Problem of Sampling Powdered Solids”, *Pharmaceutical Physics*, 67–73, 2002.
- [8] Scimeca, M., Bischetti, S., Lamsira, H.K., Bonfiglio, R. dan Bonanno, E., “Energy Dispersive X-ray (EDX) Microanalysis : A Powerful Tool In Biomedical Research and Diagnosis”, *European Journal of Histochemistry*, 62: 89–99, 2018.
- [9] Rencher, A. C., “*Methods of Multivariate Analysis*”, Kanada: John Wiley and Sons, Inc, 2002.
- [10] Winarsunu, T., “*Statistik Dalam Penelitian Psikologi Dan Pendidikan*”, UMM press, Malang, 2009.
- [11] Tabachnick, B. G., & Fidell, L. S., “*Using Multivariate Statistics (5th ed.)*”, New York: Allyn and Bacon. 2007.
- [12] Santoso, Singgih , “*Aplikasi SPSS Pada Statistik Multivariat*”, Jakarta: PT Elex Media Komputindo, 2012.
- [13] Steven, J., “*Applied Multivariate Statistics for the Social Sciences*”, New Jersey: Lawrence Erlbaum Associates, 2002.
- [14] R. A. Johnson and D. W. Wichern, “*Applied Multivariate Statistical Analysis, 5th Edition*”, Prentice Hall, Engelwood Cliffs, New Jersey, pp. 272-350, 2002.

- [15] J. F. Hair, W.C. Black, B.J. Babin, and R.E. Anderson, "*Multivariate data analysis*" Prentice Hall, New Jersey, 2010.
- [16] Saleh, A., "*Implementasi Metode Klasifikasi Naïve Bayes dalam Memprediksi Besarnya Penggunaan Listrik Rumah Tangga*", Citec Journal, 2: 207–217, 2015.
- [17] Putri, A.N., "*Penerapan Naive Bayesian Untuk Perankingan Kegiatan Di Fakultas TIK Universitas Semarang*", SIMTRIS, 8: 603–610, 2017.