

Analisa Sampel Komposit dengan Menggunakan XRF Metode *Fuse Bead* untuk Mengurangi Pemakaian *Flux* pada Analisa Nikel Ore

Irawati Ramli-1^a, Nurhikmah Wahab-2^b, Alfiah Indriastuti-3^c, Rizka Octavia-4^d, Riki Kusumah-5^e

Program Studi Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Teknologi Sulawesi
Jl.Talasalapang No 51A, Makassar 90222, Indonesia.

*Email :¹ Irawatiramli89@gmail.com

Abstrak

Composite analysis in a geological or mining context, especially for nickel ore, the theoretical basis refers to the concept of sampling and mineral processing. Composite sampling is carried out to obtain an accurate representation of a mineral deposit. Composite samples involve combining several individual samples to represent the overall properties of a material. The importance of composite data in processing mineral reserve information. Composite samples are used to smooth out fluctuations in mineral content and allow a better estimate of the average value of mineral content in the deposit. The implementation stage of this research consists of a small number of samples from several parts (a, c, d) being mixed into one combined sample, which is then analyzed to produce results that represent the average of all samples, by taking 0.25 grams of each sample to reach a total of 1 gram, then analyze the combined results. And using an X-Ray Fluorescence (XRF) tool with the Fuse Bead method. From the results of the research conducted by the author, a conclusion was obtained that it met the acceptance requirements. The accuracy rate obtained was 99.21%. which has a low error rate of 0.79%. The use of flux in the composite stage is more profitable, in terms of the efficiency of adding flux and the efficiency of working on samples compared to using the usual stage which still uses the process of processing samples one by one with the addition of more flux from the composite stage.

Kata Kunci : *Composite, Flux, Fuse Bead, Mineral Content, Nickel Ore*

1. Latar Belakang

Industri pertambangan, khususnya dalam sektor eksplorasi dan pemurnian mineral, memiliki peran penting dalam perekonomian global, termasuk Indonesia [1], [6]. Salah satu mineral yang menjadi fokus utama adalah bijih nikel (*nickel ore*), yang banyak dimanfaatkan dalam industri baja tahan karat dan baterai, terutama pada era teknologi yang semakin berkembang. Untuk menjaga kualitas proses produksi dan pemurnian nikel, analisis kimia yang akurat terhadap komposisi bijih nikel sangat penting.

Secara umum, terdapat dua jenis bijih nikel yang paling banyak dimanfaatkan dalam industri pengolahan logam nikel, yaitu bijih nikel sulfida dan bijih nikel laterit. Seiring dengan berjalannya waktu, cadangan bijih nikel sulfida mulai menurun, yang mendorong banyak produsen untuk beralih menggunakan bijih nikel laterit sebagai alternatif sumber bahan baku. Meskipun demikian, bijih nikel laterit memiliki tantangan tersendiri dalam hal pengolahan. Berbeda dengan bijih sulfida, peningkatan kadar nikel dalam bijih laterit lebih sulit dilakukan dengan teknologi yang ada saat ini. Hal ini

memicu berbagai upaya penelitian dan pengembangan untuk menemukan metode yang lebih efisien dalam meningkatkan kadar nikel pada bijih laterit, agar dapat memaksimalkan pemanfaatannya sebagai bahan baku nikel [2],[3]. Dengan demikian, meskipun bijih nikel laterit memiliki potensi besar, tantangan teknologi dalam pengolahan dan pemurnian tetap menjadi fokus penting dalam penelitian industri logam nikel [4].

Analisis X-Ray Fluorescence (XRF) mengidentifikasi unsur-unsur dalam sampel melalui sinar-X karakteristik yang dihasilkan dari efek fotolistrik. Ketika atom sampel terkena radiasi berenergi tinggi, elektron dalam atom terlepas, menciptakan kekosongan yang kemudian diisi oleh elektron dari orbital lebih tinggi. Proses ini melepaskan energi dalam bentuk sinar-X dengan spektrum diskrit yang tergantung pada pergerakan elektron dalam atom sampel. XRF memungkinkan identifikasi unsur-unsur berdasarkan spektrum tersebut [5],[6].

Seiring meningkatnya tuntutan efisiensi dalam industri, muncul kebutuhan untuk mengurangi pemakaian flux tanpa mengorbankan keakuratan dan presisi hasil analisis[7]. Pengurangan flux diharapkan dapat mengurangi biaya operasional sekaligus dampak negatif terhadap lingkungan[8],[9]. Namun, pengurangan ini perlu dilakukan secara hati-hati, karena penggunaan flux yang terlalu sedikit dapat mengakibatkan hasil analisis yang kurang akurat atau presisi, mengingat pentingnya flux dalam proses peleburan sampel pada metode *fuse bead* [10].

Standar uji laboratorium harus memenuhi kualitas tinggi dan didukung oleh personil yang kompeten, sehingga validasi dan verifikasi metode pengujian sangat penting. Hal ini menjadi bagian dari persyaratan dalam memastikan kompetensi laboratorium pengujian dan kalibrasi, sebagaimana tercantum dalam sistem manajemen mutu SNI ISO/IEC 17025:2008. Validasi dan verifikasi diperlukan terutama untuk metode yang

tidak baku, yang dikembangkan secara internal, atau yang telah dimodifikasi, serta untuk memastikan keakuratan metode baku yang digunakan [11], [12]. Proses ini menjamin bahwa metode yang diterapkan memberikan hasil yang valid, akurat, dan sesuai dengan standar yang berlaku. Verifikasi metode bertujuan untuk memastikan bahwa laboratorium dapat melakukan pengujian dengan metode yang digunakan dan menghasilkan hasil yang valid sesuai tujuan penggunaannya [13],[14].

Selain itu, verifikasi juga membuktikan bahwa laboratorium dapat menghasilkan pengujian yang dapat diandalkan dan valid [15]. Dalam manajemen alat ukur, verifikasi berfungsi untuk memastikan bahwa penyimpangan antara nilai yang ditunjukkan oleh alat ukur dan nilai yang diketahui tetap dalam batas yang dapat diterima, yaitu lebih kecil dari kesalahan maksimum yang diperbolehkan menurut standar atau spesifikasi yang berlaku [16],[17].

Penelitian ini berfokus pada pengembangan metode *fuse bead* dalam analisis nikel ore menggunakan XRF dengan tujuan untuk mengurangi penggunaan flux. Dengan demikian, penelitian ini diharapkan mampu memberikan solusi bagi industri pertambangan dalam meningkatkan efisiensi analisis kimia, baik dari segi biaya, lingkungan, maupun kualitas hasil analisis. Melalui pendekatan ini, penelitian ini bertujuan untuk mengoptimalkan penggunaan flux dalam mengevaluasi pengurangan pemakaian flux pada proses analisis ore tanpa mengurangi hasil pengujian dan menilai pengaruh pengurangan flux terhadap kualitas hasil analisa dalam pengurangan jumlah flux pada sampel nikel ore [6],[7].

2. Metodologi

Metode Yang Menggunakan Composite Analysis

Dalam metode ini, sejumlah kecil sampel dari beberapa bagian (a, b, c, d)

dicampur menjadi satu sampel gabungan, yang kemudian dianalisis untuk menghasilkan hasil yang mewakili rata-rata seluruh sampel. Dengan mengambil 0,25 gram dari masing-masing sampel untuk mencapai total 1 gram, lalu menganalisis hasil gabungan tersebut.

Perlu diperhatikan dari analisis ini mungkin tidak sepenuhnya sama dengan rata-rata dari hasil individu dari sampel a, b, c, dan d. penyebab dari hal tersebut antara lain :

1. Homogenitas

Jika sampel tidak homogen (komposisi setiap bagian tidak seragam), hasil dari analisis gabungan bisa berbeda dari rata-rata hasil individu.

2. Sensitivitas instrumen

Pengukuran bisa bervariasi tergantung pada sensitivitas alat analisis terhadap perbedaan kecil dalam sampel.

Metode ini sering digunakan untuk mengurangi jumlah analisis yang diperlukan dan efisien dalam biaya dan waktu, tetapi perlu diperhatikan bahwa homogenitas sampel terjaga dan metode ini digunakan sesuai dengan standar atau SOP yang berlaku dalam industri atau laboratorium.

Persiapan Peralatan Forj Fuse Bead

Dipastikan bahwa peralatan sudah terhubung dengan sumber listrik. dihidupkan UPS dengan menekan tombol ON/OFF ke posisi ON. dihidupkan instrument dengan menekan tombol ON/OFF ke posisi ON. dipanaskan (Warming Up) instrument dengan pilih menu “Tools” kemudian “System” kemudian “Manual Control” kemudian “Heating Unit” atur suhu sesuai kebutuhan kemudian “Start”. Instrument siap digunakan.

Pembuatan Fuse Bead

Disiapkan sample berukuran -200 mesh kurang lebih sebanyak 15 gram di dalam kotak timbang/gelas ukur 100 ml/cawan porcelain. Sample tersebut dimasukkan ke dalam oven suhu $105 \pm 5^{\circ}\text{C}$

selama 3 Jam. Diangkat sample dan wadah tersebut dan masukkan ke dalam Desikator selama 30 menit. Dikeluarkan sample yang akan dibuat fuse bead dari dalam desicator. Timbang Flux sebanyak 9,0000 gr dan kemudian sampel sebanyak 1,0000 gr di dalam crucible platina. Posisikan crucible yang berisi sample dan flux pada crucible cassette. Posisikan mold pada mold cassette. Pilih menu “Fusion” kemudian pilih program yang akan digunakan. Setelah selesai, keluarkan sample dari mold. Bersihkan instrument dan perangkatnya. Matikan instrument dengan memilih menu “Tools” kemudian “System” kemudian “Manual Control” kemudian “Heating Unit” dan mengatur suhu $300-400^{\circ}\text{C}$. Tunggu sampai suhu $300-400^{\circ}\text{C}$. Pilih menu “Turn Off” kemudian pilih “Turn Off Instrument”. Matikan UPS dengan menekan tombol ON/OFF ke posisi OFF. Bersihkan meja kerja dan ruangan kerja.

Analisis Nikel (Ni) dengan X-Ray Fluorescence

Dipastikan bahwa Pendingin Ruangan (AC) telah beroperasi, dinyalakan stavolt dengan menekan tombol ON/OFF pada bagian sebelah kanan, dinyalakan UPS dengan cara menekan tombol ON/OFF pada bagian depan UPS selama ± 3 detik, dihidupkan Instrument XRF Epsilon 4 dengan menekan tombol ON/OFF di bagian depan. Biarkan selama 15 menit untuk memanaskan instrument. diputar kunci Tube X-Ray di bagian depan Epsilon 4 yang berada di sebelah kiri tombol ON/OFF. diklik icon aplikasi Epsilon 4 pada komputer. klik menu “Application” yang akan digunakan untuk analisa sampel berdasarkan perbedaan klasifikasi ORE, seperti ORE BARGING / ORE PRODUKSI. dibuka penutup XRF Instrument, dimasukkan sample standard yang telah di press ke dalam “Sample Holder” dan Posisikan pada “Sample Changer 1” dimasukkan sample-sample yang telah di press ke dalam “sample holder” dan posisikan pada “Sample

Changer 2-9". Input Kode sample yang ada di dalam kolom "Label". ditutup penutup dengan menekan dengan 2 tangan, DiKlik "START" menggunakan mouse. ditunggu hingga sampel selesai dianalisa, dilakukan beberapa kali perlakuan untuk sampel selanjutnya.

3. Hasil dan Pembahasan

Pada penelitian yang telah dilakukan. Jenis Sampel yang digunakan yaitu sampel bijih nikel (nickel ore), Menggunakan metode X-Ray Fluorescence (XRF) dengan pendekatan fuse bead. dan Unsur kimia yang dianalisa hanya berfokus pada komposisi kimia utama dari bijih nikel, yaitu kadar Ni. Data keseluruhan Analisa yang meliputi, Kadar Ni (C_{srn}), Kadar Composite (C_s), Tingkat Akurasi, Pemakaian Fluks Lama dan Fluks Baru.

Tabel 1. Hasil Analisis Kadar Ni

Rangkuman Data							
No	Kode Sampel	Kadar Ni Prosedur Lama (C _{srn})	Kadar Ni Composite (C _s)	$D = ((C_{srn} - C_s) / C_{srn}) \times 100\%$ D _s ≤ 5%	Tingkat Akurasi (100-D)	Pemakaian Fluks Prosedur Lama (gr)	Pemakaian Fluks Prosedur Baru (gr)
1	265	1.62	1.61	0.62%	99.38%	36	9
2	271	1.27	1.27	0.00%	100.00%	64	9
3	272	1.28	1.28	0.00%	100.00%	64	9
4	418	1.47	1.47	0.00%	100.00%	18	9
5	438	1.26	1.27	0.79%	99.21%	36	9
6	263	1.75	1.74	0.57%	99.43%	27	9
7	267	1.55	1.54	0.65%	99.35%	18	9
8	270	1.28	1.3	1.56%	98.44%	36	9
9	419	1.20	1.17	2.50%	97.50%	54	9
10	399	1.64	1.66	1.22%	98.78%	27	9
Average				0.79%	99.21%	38	9

Rata rata pemakaian fluks prosedur lama					38 gr
Rata rata pemakaian fluks prosedur baru					9 gr
rata-rata pengurangan Fluks (%)					76%

Hasil analisis menunjukkan bahwa metode fuse bead dengan pengurangan flux secara signifikan meningkatkan efisiensi tanpa mengurangi kualitas hasil analisis. Berdasarkan Tabel Rangkuman data, Variasi nilai tingkat akurasi di range 97%-100%, dengan tingkat kesalahan rendah, yaitu di range 0-2.5%. Tingkat akurasi ini sesuai dengan standar keberterimaan analisis kimia sebagaimana dijelaskan oleh penelitian terdahulu, bahwa metode XRF memiliki tingkat presisi tinggi dalam analisis material logam [18],[19].

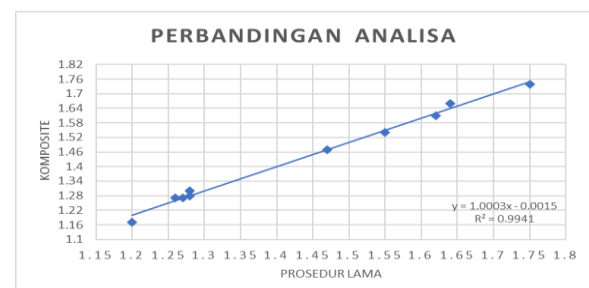
Pengurangan flux dari rata-rata 38 gram pada metode lama menjadi 9 gram pada metode komposit menunjukkan

penghematan sebesar 76%. Efisiensi ini mendukung hasil penelitian sebelumnya oleh SOCHACIM-XRF, yang merekomendasikan penggunaan flux borat dalam analisis bahan tambang untuk meningkatkan efisiensi dan meminimalkan limbah[20].

Pengaruh Pengurangan Flux terhadap Akurasi.

Pengujian menunjukkan bahwa meskipun jumlah flux dikurangi, akurasi hasil analisis tetap berada dalam batas toleransi. Sebagai contoh, pada sampel 271 dan 272, tingkat akurasi mencapai 100%, menunjukkan bahwa metode ini mampu menghasilkan data yang presisi meskipun dengan penggunaan flux yang lebih sedikit.

Penggunaan flux dalam jumlah kecil tetap mendukung proses homogenisasi sampel, sebagaimana disebutkan oleh penelitian terdahulu bahwa homogenitas adalah faktor utama dalam keberhasilan metode XRF[9]. Namun, sensitivitas alat dan kualitas flux yang digunakan sangat mempengaruhi hasil analisis[6].



Gambar 1. Grafik Hubungan Perbandingan Antara Komposit dengan Prosedur Lama

Grafik menunjukkan persamaan , dengan gradien mendekati 1. Gradien ini menunjukkan hubungan linier yang sangat kuat antara "Prosedur Lama" dan "Komposit". Jika gradien = 1, berarti kedua prosedur menghasilkan nilai yang identik, sehingga bisa dikatakan akurat. Nilai R^2 , yang mendekati 1, menunjukkan bahwa 99,41% variasi dalam data "Komposit" relatif sama dengan "Prosedur Lama". Ini menandakan hubungan yang

sangat kuat dan akurat antara kedua variabel. Secara statistik, data ini dapat dianggap sangat akurat karena persisi tinggi dan hubungan linier mendekati sempurna[21].

Keunggulan Metode Komposit Dibandingkan Prosedur Lama

Metode komposit memungkinkan penggabungan banyak sampel menjadi satu analisis tunggal, yang tidak hanya mengurangi jumlah flux tetapi juga mempercepat proses analisis. Hal ini berbeda dengan metode lama yang memerlukan analisis per sampel, sehingga lebih memakan waktu dan biaya.

Penelitian ini juga mendukung panduan ISO 12743:2006 tentang pengambilan sampel komposit, yang bertujuan untuk meningkatkan representasi hasil analisis. Namun, metode komposit memiliki keterbatasan, seperti kebutuhan untuk memastikan homogenitas sampel sebelum analisis (David, 1988).

Implikasi Industri

Pengembangan metode fuse bead dengan pengurangan flux memiliki potensi besar untuk diterapkan di industri pertambangan. Selain efisiensi biaya, metode ini mendukung kebijakan ramah lingkungan dengan mengurangi limbah kimia. Hal ini sejalan dengan penelitian Pickles et al. (2014), yang menunjukkan bahwa pendekatan efisien dalam analisis bahan tambang dapat mendukung keberlanjutan industri.

4. Kesimpulan

Berdasarkan hasil analisis yang telah dilakukan untuk verifikasi metode analisis dengan meninjau akurasi pada uji kadar nikel menggunakan *X-Ray Fluorescent (XRF)*, disimpulkan bahwa parameter akurasi metode tersebut memenuhi syarat keberterimaan. Tingkat akurasi dengan range 97.50%-100% dan rata-rata 99.21%, yang memiliki tingkat kesalahan rendah yakni range 0%-2,5% dan rata-rata 0.79%.

Dengan membandingkan hasil analisa prosedur biasa dengan komposit didapat nilai liner $R^2 = 0.9941$. Gradien ini menunjukkan hubungan linier yang sangat kuat antara "Prosedur Lama" dan "Komposit". Jika gradien = 1, berarti kedua prosedur menghasilkan nilai yang identik, sehingga bisa dikatakan akurat. Nilai R^2 , yang mendekati 1, menunjukkan bahwa 99,41% variasi dalam data "Komposit" relatif sama dengan "Prosedur Lama". Ini menandakan hubungan yang sangat kuat dan akurat antara kedua variabel. Secara statistik, data ini dapat dianggap sangat akurat karena tinggi dan hubungan linier mendekati sempurna.

Pengurangan Penggunaan flux dari rata-rata 38 gram pada metode lama menjadi 9 gram pada metode komposit menunjukkan penghematan sebesar 76%. Efisiensi ini mendukung peningkatan efisiensi dan meminimalkan limbah.

Daftar Pustaka

- [1] Callister, William D, Jr. 2008. Materials Science and Engineering: An Introduction 8th Edition. New York: John Wiley & Sons, Inc.
- [2] Crundwell, F. K., Moats, M. S., Ramachandran, V., Robinson, T. G., & Davenport, W. G. (2011). Extractive Metallurgy of Nickel, Cobalt, and Platinum-Group Metals.
- [3] Dalvi, Ashok D, W Gordon Bacon, dan Robert C Osborne. (2004). The Past and The Future of Nickel Laterites. Canada : Inco Limited.
- [4] Gibson, R. F. 1984. Pinsipale of Composite Material Mechanics. New York: Mc Graw Hill.
- [6] Jamaludin, A.M. dan Tahir, D., (2016). Analisis Kandungan Logam Oksida Menggunakan Metode XRF (X-RayFlourescence).UniversitasHasanuddin.
- [7] K. van Rijswijk. 2001. Natural Fibre Composites Structures and Materials. Laboratory Faculty of Aerospace

- Engineering Delft University of Technology
- [8] Pickles, C.A., J. Forster., R. Elliott. (2014). Thermodynamic Analysis of The Carbothermic Reduction Toasting of A Nickeliforous Limonitic Laterite Ore. Minerals Engineering. Vol. 65, page. 33– 40.
- [9] Rosika K., Arif Nugroho. (2005) Aplikasi XRF (X-Ray Fluorescence) Untuk Analisa Unsur Dalam Bahan. Prosiding Pertemuan Ilmiah Nasional & Expo IPTEK MIPA. FMIPA-UI Depok: FMIPA-UI.
- [10] Riyanto. 2014. Validasi dan Verifikasi Metode Uji Sesuai dengan ISO/IEC 17025 Laborato-rium Pengujian dan Kalibrasi. Deepublish. Yogyakarta.
- [11] Siregar, C. J. P. 2007. Praktek Sistem Manajemen Laboratorium Pengujian yang Baik. EGC. Jakarta
- [12] Sukaryono, I.D., Hadinoto, S. Fasa, L.R. (2017). Verifikasi Metode Pengujian Cemar Logam pada Air Minum Dalam Kemasan (AMDK) dengan Metode AAS-GFA, Majalah Biam-Kementerian Perindustrian. 8-16.
- [13] Schwartz, M.M. 1984. Composite Materials Handbook. NewYork: McGraw-Hill Inc.
- [14] SOCHACIM-XRF Scientific. 2010. X-Ray Fluorescence Sample Preparation Equipment and Accessories. European: SOCHACIM-XRF Scientific
- [15] S. A. F. Putri and I. Marzuki, “Uji stabilitas preparasi fuse bead dengan variasi konsentrasi lithium metaborat dan lithium tetraborat sebagai bahan pengujian nikel ore menggunakan XRF spectrometer,” Jurnal Teknologi Kimia Unimal, vol. 14, no. 1, 2025. doi: <https://doi.org/10.29103/jtku.v14i1.21303>
- [16] M. R. Rikal and Selfina, “Analisis nikel dan besi pada bijih nikel laterit menggunakan XRF dengan metode pressed powder dan pressed pellet,” Journal of Research and Education Chemistry, vol. 7, no. 2, 2025. doi: [https://doi.org/10.25299/jrec.2025.v017\(2\).25021](https://doi.org/10.25299/jrec.2025.v017(2).25021)
- [17] A. S. Iryani and M. F. Hidayat, “Penentuan kadar nikel dalam sampel nikel ore menggunakan metode press melalui pembacaan XRF,” Chemical Engineering Journal Storage (CEJS), vol. 5, no. 6, 2025. doi: <https://doi.org/10.29103/cejs.v5i06.24454>
- [18] J. Kim et al., “Field application of portable XRF with glass bead certified reference material (CRM) in nickel laterite deposit,” Journal of the Korean Society of Mineral and Energy Resources Engineers, vol. 60, no. 2, pp. 99–111, 2023. doi: <https://doi.org/10.32390/ksmer.2023.60.2.099>
- [19] D. S. Silva, M. A. P. Segura, and R. F. Silva, “Optimization of lithium borate fusion for XRF analysis of lateritic nickel ores,” Applied Geochemistry, vol. 131, p. 105012, 2021. doi: <https://doi.org/10.1016/j.apgeochem.2021.105012>
- [20] Y. Zhang, H. Liu, and X. Chen, “Improving accuracy of XRF analysis for nickel laterite ores using fused glass bead preparation,” Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy, vol. 181, p. 106221, 2021. doi: <https://doi.org/10.1016/j.sab.2021.106221>
- [21] M. L. Carvalho, J. P. Veiga, and A. C. Duarte, “Evaluation of sample preparation methods for XRF analysis of mineral ores: pressed pellets vs fused beads,” X-Ray Spectrometry, vol. 51, no. 2, pp. 95–103, 2022. doi: <https://doi.org/10.1002/xrs.3250>