

Analysis Of The Effect Of Moisture And Loss On Ignition (LOI) On Measurement Of Iron Ore Laterite Samples With Fusion Bead XRF S8 Tiger

Analisis Pengaruh Moisture Dan Loss On Ignition (LOI) Terhadap Pengukuran Sampel Laterit Bijih Besi Dengan Metode Fusion Bead XRF S8 Tiger

Mariaulfa Mustam^{a,1,*}, Hijrah Amaliah Azis^{a,2}, Nurfika Ramdani^{a,3}, Ida Ifdaliah Amin^{a,4}, Andriawan Ariski^{a,5}

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

¹ mariaulfamustam@gmail.com*; ² ndihijrah20@gmail.com; ³ ikhanurfikaramdani@gmail.com, ⁴ idaifdaliah@gmail.com, ⁵ andriawanariski@gmail.com

* corresponding author

ARTICLE INFO

Article history

Received : October 20, 2023

Revised : December 20 2023

Accepted : January 10, 2024

Published : February 8, 2024

Kata Kunci: Laterit bijih besi; LOI; thermogravimetry analyze; spektrofotometri fluoresensi sinar X; uji statistika

ABSTRAK/ABSTRACT

Laboratorium PT. Sebuku Iron Lateritic Ores mengukur sampel nikel (Ni) dalam bijih (bijih besi) sesuai dengan Certificate Reference Material (CRM) yang diterbitkan oleh OREAS. Penetapan ini sangat penting karena menyangkut eksplorasi dan pemetaan wilayah pertambangan Selisih bobot sebelum dan sesudah pemijaran, dihitung sebagai kadar zat hilang setelah pemijaran (Loss On Ignition). Spektrofotometer sinar-X biasanya digunakan untuk analisis kualitatif dan kuantitatif sejumlah besar sampel, yang melibatkan unsur-unsur yang terkandung dalam sampel TGA adalah teknik yang berguna untuk mengevaluasi keefektifan sampel pengeringan polimer sampel yang dipanaskan. Penguapan pelarut residu biasanya dikaitkan dengan proses penurunan berat badan awal dalam pemanasan TGA. Preparasi spektrofotometri sinar X adalah dengan menetapkan nilai Loss On Ignition (LOI) sampel bersertifikat Oreas 280, 482 dan 543. Sampel yang telah di LOI ditimbang 0,5 gram ($\pm 0,0005$) dan ditambahkan flux 8 gram ($\pm 0,0010$) kemudian di lebur pada suhu 1100°C. Sampel yang telah dilebur dan didinginkan, diukur dengan WDXRF S8 Tiger untuk mengetahui kadar bijih besi dan kadar nikel. Berdasarkan hasil penelitian analisis pengaruh Moisture dan loss on ignition(LOI) terhadap pengukuran sampel laterit bijih besi dengan metode fusion bead xrf s8 tiger,di dapatkan hasil bahwa pengaruh Moisture dan LOI terhadap pengukuran kadar besi sangat berbeda signifikan dengan hasil yang tanpa menggunakan atau memperhitungkan kadar Moisture dan LOI terhadap patokan uji yakni sertifikat internasional terhadap pengukuran sampel crm oreas tersebut, metode Moisture dan loss on ignition, denga metode opration dry (pulp dry) tidak berbeda nyata.

Laboratory of PT. A book of Iron Lateritic Ores measures nickel (Ni) samples in ore (iron ore) according to the Certificate Reference Material (CRM) issued by OREAS. This determination is very important because it involves the exploration and mapping of the mining area. The difference

Keywords: Iron ore laterite; LOI; thermogravimetry analyzer; X-RAY; fluorescence spectrophotometry; statistical test.

in weight before and after igniting is calculated as the level of lost substances after igniting (Loss On Ignition). X-ray spectrophotometers are commonly used for the qualitative and quantitative analysis of large numbers of samples, involving the elements contained in the TGA sample is a useful technique for evaluating the effectiveness of drying samples of polymer heated samples. Evaporation of the residual solvent is usually associated with the initial weight loss process in TGA heating. X-ray spectrophotometric preparation is to determine the Loss On Ignition (LOI) value of Oreas certified samples 280, 482 and 543. Samples that have been LOI weighed 0.5 grams (± 0.0005) and added 8 grams of flux (± 0.0010) then melted at 1100°C. The melted and cooled samples were measured with WDXRF S8 Tiger to determine iron ore content and nickel content. Based on the results of the research analysis of the effect of Moisture and loss on ignition (LOI) on the measurement of iron ore laterite samples using the fuse bead XRF s8 tiger method, it was found that the effect of Moisture and LOI on the measurement of iron content was significantly different from the results without using or taking into account the levels of iron content. Moisture and LOI against the test benchmark, namely the international certificate for the measurement of the CRM oreas sample, the Moisture and loss on ignition method, and the operation dry (pulp dry) method were not significantly different.

1. Pendahuluan

Potensi sumber daya terbesar di Indonesia adalah tipe bijih besi laterit yang diketahui tersebar di Kalimantan Selatan, Sulawesi, dan Halmahera. Besi laterit umumnya memiliki kadar Fe rendah, kadar air tinggi, dan memiliki unsur-unsur pengotor (impurities)[1]. Hal ini merupakan salah satu tantangan bagi industri besi baja di Indonesia karena belum memiliki teknologi pengolahan bijih besi kadar rendah. Selain itu karakterisasi mineralogi bijih besi yang meliputi komposisi kimia dan mineral serta sifat fisik sangat dibutuhkan sebagai variabel dalam pemilihan metode pengolahan dan kendala-kendala yang dapat timbul pada saat bijih tersebut digunakan dalam industry[2].

PT. Sebuk Iron Lateritic Ores (PT. SILO) memiliki peran utama dalam pasar bijih besi regional khususnya di wilayah Asia. Proyek Sebuk di mulai pada tahun 2000 yang pada tiga tahun sebelumnya dilakukan eksplorasi untuk memastikan dilakukannya eksploitasi bijih besi di Pulau Sebuk. Pada tahun 2001 pihak manajemen PT. SILO mulai mengunjungi beberapa tempat peleburan baja di China dan mengirim 1.000 ton bijih besi pertama untuk percobaan. PT. Sebuk Iron Lateritic Ores (PT. SILO) memiliki data eksplorasi dari Geologi Rusia pada tahun 1960 dan Geologi Jepang pada tahun 1970 yang kemudian dilakukan pengecekan kembali oleh PT. Sebuk Iron Lateritic Ores (PT. SILO)[3].

Untuk mengetahui kandungan mineral tersebut, dilakukan pengujian beberapa parameter mineral di laboratorium PT. Sebuk Iron Lateritic Ores tentang bijih besi laterit. Salah satu parameter yang diuji adalah nikel yang terkandung dalam sampel bijih (tanah), yang kemudian dibuat menjadi produk setengah jadi. Nikel laterit merupakan salah satu mineral logam yang tetap dan memperkaya kembali unsur Ni, Fe, Mn, dan Co selama pelapukan kimia batuan ultrabasa[4]. Laboratorium PT. Sebuk Iron Lateritic Ores mengukur sampel nikel (Ni) dalam bijih (bijih besi) sesuai dengan Certificate Reference Material (CRM) yang diterbitkan oleh OREAS. Penetapan ini sangat penting karena menyangkut eksplorasi dan pemetaan wilayah pertambangan.

Nikel (Ni) merupakan logam berwarna putih keperakan yang keras dan tahan korosi. Logam ini termasuk material yang cukup reaktif terhadap asam dan lambat bereaksi terhadap udara pada suhu dan tekanan normal. Logam ini cukup stabil dan tidak dapat bereaksi terhadap oksida, sehingga sering digunakan sebagai koin dan pelapis yang sifatnya paduan. Dalam dunia industri, nikel adalah salah satu logam yang paling penting dan memiliki banyak aplikasi; 62% dari logam nikel digunakan untuk baja tahan karat, 13% sebagai superalloy dan paduan tanpa besi karena sifatnya yang tahan korosi dan suhu tinggi. Deposit nikel di bumi dapat diklasifikasikan dalam dua kelompok, yaitu bijih sulfida dan bijih laterit (oksida dan silikat). 72% cadangan nikel dunia merupakan nikel laterit dan baru 42% dari cadangan tersebut yang diproduksi. Meskipun 72% dari tambang nikel berbasis bijih laterit, 60% dari produksi primer nikel berasal dari bijih sulfida. Bijih nikel laterit banyak ditemukan di belahan bumi yang memiliki iklim tropis atau subtropis yang terdiri dari pelapukan batuan ultramafik yang mengandung zat besi dan magnesium kadar tinggi. Deposit sulfida nikel biasanya lebih kecil dari deposit laterit. Deposit laterit berkadar antara 1,0 - 1,5% Ni dengan rata-rata kadar nikel 0,6 - 1,5% dengan tonase yang jauh lebih besar[5].

Laterit merupakan produk sisa pelapukan kimiawi di batuan di permukaan bumi, dimana bermacam mineral asli ataupun primer yang tidak stabil disebabkan terdapatnya air, larut ataupun rusak serta mineral baru tercipta yang lebih stabil. Nikel laterit merupakan produk lateritisasi batuan ultramafik dengan kandungan Ni primer 0, 2- 0, 4%. Salah satu ciri utama bijih nikel merupakan kadar nikel yang terdapat tidak melebihi 4% Ni. Umumnya kadar nikel yaitu antara 1% serta 3% Ni dan dalam sebagian permasalahan, tidak melebihi 4%. Hal ini diakibatkan bijih nikel tersebut terkandung dalam bermacam inklusi, paling utama peridotit serta mineral sulfida yang mengakibatkan konsentrasi nikel mempunyai kadar rendah[6].

Menurut pembentukannya, bijih nikel diklasifikasikan menjadi 2, yakni sulfida serta oksida(ataupun biasa disebut laterit). Dimana apabila dilihat dari cadangan bijih nikel di dunia, kurang lebih 70% ialah laterit serta 30% ialah sulfida, sebaliknya produksi nikel dunia sebesar 60% berasal dari sulfida serta sisanya berasal dari laterit. Perihal tersebut berdampak jumlah total cadangan nikel dunia dari bijih sulfida akan semakin menurun akibat eksplorasi terus menerus. Hingga dari itu riset serta pengembangan pada jenis laterit sangat dibutuhkan sehubungan dengan terdapatnya penyusutan cadangan nikel sulfida. Pengolahan bijih nikel laterit dibagi jadi 2 jenis ialah dengan metode pirometalurgi(kadar nikel tinggi ataupun saprolit) serta hidrometalurgi(kadar nikel rendah ataupun limonit). Tetapi, disaat ini dikenal jika pengolahan nikel laterit khususnya limonit berbasis hidrometalurgi dengan ammonia leaching ataupun HPL(high pressure leaching) memakai asam sulfat dapat memunculkan permasalahan lingkungan serta kesehatan dan dapat menambah anggaran produksi. Tidak hanya itu, pada hidrometalurgi memerlukan waktu pengekstraksian yang relatif lama. Sehingga saat ini, pengolahan nikel laterit khususnya limonit memakai pirometalurgi mulai dilakukan riset guna menggapai kadar nikel yang maksimal[7].

Spektrometer XRF ialah perlengkapan uji yang digunakan untuk analisis komponen yang terdapat dalam bahan secara kualitatif ataupun kuantitatif. Analisis kualitatif membagikan data kategori komponen yang terdapat dalam bahan yang dianalisis, yang ditunjukkan oleh adanya spektrum komponen pada energi sinar- x karakteristiknya. Sebaliknya analisis kuantitatif memberikan data jumlah komponen yang terdapat dalam bahan yang ditunjukkan oleh ketinggian puncak spektrum. Analisis yang memanfaatkan XRF dilakukan menurut identifikasi serta pencacahan sinar- x karakteristik yang terjadi dari peristiwa dampak fotolistrik. Dampak fotolistrik berlangsung karena elektron dalam atom target(sampel) terkena sinar bertenaga besar(radiasi gamma, sinar- x). Apabila tenaga sinar tersebut lebih besar daripada tenaga ikat elektron dalam orbit K, L ataupun M atom target, hingga elektron atom target hendak keluar dari orbitnya. Dengan demikian atom target akan

mengalami kekosongan elektron. Kekosongan elektron ini akan diisi oleh elektron dari orbital yang lebih luar diiringi pelepasan energi yang berbentuk sinar- x. Sinar- x yang dihasilkan ialah suatu gabungan spektrum sinambung serta spektrum bertenaga tertentu (discrete) yang berasal dari bahan sasaran yang tertumbuk electron[8].

Prinsip kerja perlengkapan XRF ialah sebagai berikut: sinar- x fluoresensi yang dipancarkan oleh sampel dihasilkan dari penyinaran sampel dengan sinar- x primer dari tabung sinar- x (X- Ray Tube), yang dibangkitkan dengan tenaga listrik dari sumber tegangan sebesar 1200 volt. Apabila radiasi dari tabung sinar- x mengenai suatu bahan hingga elektron dalam bahan tersebut akan tereksitasi ke tingkatan energy yang lebih rendah, sambil memancarkan sinar- x karakteristik. Sinar- x karakteristik ini ditangkap oleh detektor diganti ke dalam sinyal tegangan(voltage), diperkuat oleh Preamp dan dimasukkan ke analizer guna diolah datanya.

X-Ray Fluorescence (XRF) ialah metode analisa non-destruktif yang digunakan untuk identifikasi dan penentuan konsentrasi elemen yang terdapat pada padatan, bubuk maupun sample cair. XRF dapat mengukur elemen dari berilium(Be) hingga Uranium pada level trace element, terlebih lagi di bawah level ppm. Secara universal, XRF spektrometer mengukur panjang gelombang komponen material secara individu dari emisi fluoresensi yang dihasilkan sampel saat diradiasi dengan sinar- X Metode XRF secara luas digunakan guna memastikan komposisi unsur suatu material. Karna metode ini cepat serta tidak mengganggu sampel, prosedur ini dipilih guna aplikasi di lapangan serta industri buat kontrol material. Bergantung pada penggunaannya, XRF bisa dihasilkan tidak cuma oleh sinar- X namun pula sumber eksitasi primer yang lain seperti partikel alfa, proton ataupun sumber elektron dengan energi yang besar Analisis memakai XRF dilakukan berlandaskan identifikasi serta pencacahan X Ray yang berlangsung akibat dampak fotolistrik. Dampak fotolistrik berlangsung sebab elektron dalam atom pada sampel terkena cahaya bertenaga besar[9].

2. Metode Penelitian

Material

Bahan yang digunakan dalam percobaan ini, yaitu sampel bijih bersertifikat (CRM oreas 280, 482 dan 543), Flux, Ammonium iodide 99%, dan asam sitrat.

Instrumentasi

Alat yang digunakan dalam penelitian ini, yaitu APD Laboratorium, Thermo Gravimetric Analyzer, Timbangan Analitik, ModuTemp, WDXRF S8 Tiger, Cawan alumina kramik, Cawan platina Mould platina, Ultrasonic, Spatula, Gegep, Pinset, dan Vacuum cleaner.

Prosedur

a. Preparasi Sampel

1. Penetapan Sampel Uji dengan Metode LOI secara Instrument Thermo Gravimetri Analyzer (TGA)

Dinyalakan instrument Thermo Gravimetri Analyzer (TGA), dibuka aplikasi TGA pada komputer, ditunggu sampai stabil kurang dari 5 menit, lalu dibuka cover penutup TGA, diinput kode sampel pada aplikasi TGA yang akan dianalisa (penginputan maksimal 19 sampel), dibersihkan cawan alumina keramik menggunakan vacuum cleaner, ditekan analisa atau menekan F5 pada keyboard untuk menjalankan instrument dan muncul pemberitahuan untuk menutup cover penutup, lalu diklik tombol hijau dengan otomatis cover tertutup dan instrument TGA akan menimbang bobot cawan kosong, setelah selesai menimbang bobot cawan kosong dengan otomatis cover penutup

terbuka dan dimasukkan sampel sekitar 2 g sesuai kode yang telah diinput pada aplikasi TGA sebelumnya, setelah sampel dimasukan semua, ditekan tombol hijau pada instrument untuk memulai analisa, cover penutup dengan otomatis akan tertutup dan cawan berisi sampel otomatis menimbang dengan sendirinya, proses analisa membutuhkan temperatur 1000°C dalam waktu sekitar 1,5 jam sampai 2 jam, setelah proses Analisa selesai pada aplikasi TGA akan muncul hasil kadar air dan hasil kadar LOI, ditunggu instrument TGA sampai temperaturnya turun, cover akan terbuka setengah pada suhu 700°C dan akan terbuka full pada suhu 350°C, kemudian ditunggu sampai dingin dan keluarkan sampel yang ada dicawan, dimasukan sampel hasil analisa TGA ke plastik sampel untuk analisa penimbangan, dilakukan hal diatas pada sampel-sampel lainnya.

2. Penimbangan Sampel Uji dengan Balance analytical

Digunakan APD laboratorium, dibersihkan terlebih dahulu timbangan sebelum digunakan, dinyalakan timbangan dengan menyambungkan arus listrik dengan proyektor timbangan, dilakukan verifikasi timbangan dengan menggunakan batu timbang sesuai berat yang di butuhkan, ditimbang flux dengan bobot ± 8 g yang telah di panasi sebelumnya dan telah didinginkan sebelum digunakan, ditimbang sampel di atas wadah aluminium sebanyak $\pm 0,5$ g dengan cara men tare bobot wadah terlebih dahulu, (perlakuan sama antara sampel hasil LOI maupun yang penimbangan langsung tanpa LOI), setelah ditimbang sampel $\pm 0,5$ tersebut di masukan ke dalam cawan alumina keramik, diaduk hingga rata atau homogen dan diberi label sesuai urutan sampel yang ditimbang, dilakukan hal yang sama seperti sampel lainnya, setelah menimbang selesai, dibersihkan timbangan dan area kerja.

3. Proses fuse Bead dengan Metode peleburan dengan alat Modutemp

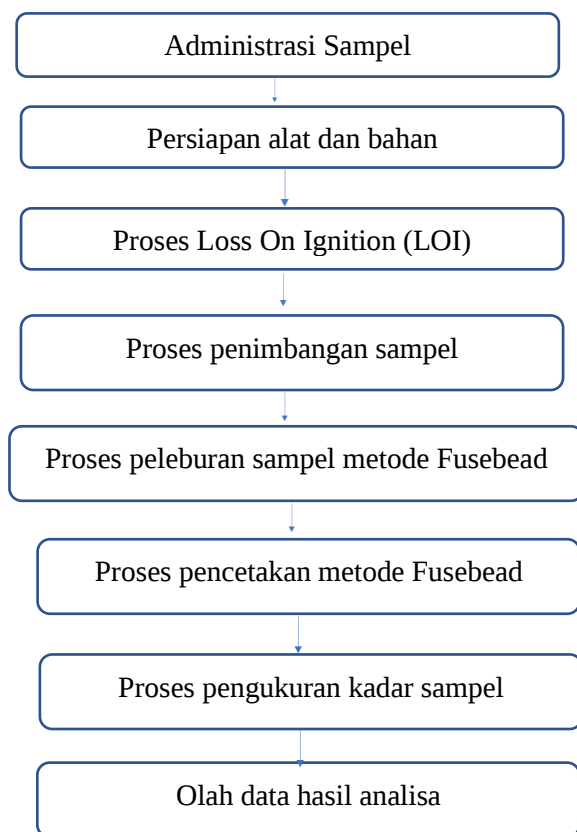
Karna dalam posisi alat selalu stand by maka langkah pertama dalam proses ini adalah, digunakan APD laboratorium, dinaikkan suhu modu temp ke suhu $\pm 1100^\circ\text{C}$ dari suhu stand by $\pm 780^\circ\text{C}$ dengan menekan F2 dan lanjut tekan program 3, disediakan alat dan bahan yang di gunakan, dinaikkan suhu pembersih ultrasonic ke 100°C cawan platina dan mould yang telah diberi asam sitrat secukupnya dengan air ± 2 liter, dimasukan sampel yang telah ditimbang ke dalam cawan platina dan ditambahi 3-4 tetes ammonium, dimasukan 6 cawan platina yang telah berisi sampel ke dalam modutemp (spindle) yang telah disediakan berjumlah 6 biji, dimasukan 6 mould platina ke tempat yang telah disediakan (mould holder), kemudian ditekan tombol start, pemanasan terjadi sampai peleburan sampel di dalam modu temp selesai dengan 3 tahap yang pertama tahap remelt selama $\pm 2:30$ menit dilanjutkan ke tahap mix selama $\pm 4:20$ menit dan yang terakhir posisi stand by selama $\pm 1:30$ sampai alat menunjukan proses selesai dan siap dituang ke mould pada saat alarm stand by berbunyi, dituangkan sampel ke dalam mould platina menggunakan gecep, dikeluarkan sampel dari dalam modutemp sedikit demi sedikit untuk menstabilkan suhu yang ada di mould, kalau sudah terlihat sampel di mould sudah agak menghitam dan keras kita ambil menggunakan gecep kecil yang lurus untuk menurunkan ke wadah selanjutnya, setelah menunggu beberapa menit dan sampel yang sudah dingin kemudian dikeluarkan dari mould dan hasil cetakan bead selesai, cawan platina dan mould pelatina yang kotor dibersihkan ke dalam ultrasonic yang telah berisi asam sitrat yang sudah di larutkan dengan suhu ke 100°C , dilakukan hal yang sama terhadap sampel yang lainnya, dirapikan area kerja modutemp.

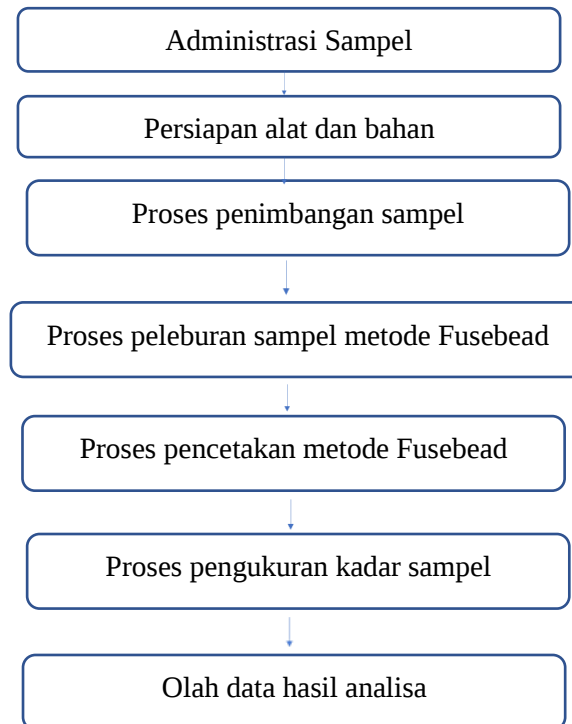
4. Proses Pembacaan sampel dengan XRF S8 TIGER

Karna dalam posisi alat selalu stand by maka langkah pertama dalam proses ini adalah digunakan APD laboratorium, diperiksa alat XRF S8 Tiger 20 apakah area penyimpanan untuk pembacaan sampel itu bersih atau tidak, dibersihkan area tersebut sebelum membaca sampel selanjutnya, diinput kode sampel secara berurutan dari nomor yang terkecil ke yang terbesar pada

aplikasi alat tersebut di layar monitor, dipilih program metode pembacaan, dimasukan nilai LOI yang telah kita dapat dari hasil TGA, setelah itu masukan sampel ke dalam cup yang tersedia di dalam alat tersebut sesuai urutan yang kita input di monitor, setelah itu ditekan tombol send pada layar atau menekan tombol F11, semua sampel yang telah mempunyai cup siap dibaca pada alat XRF S8 Tiger, proses pembacaan sampel selama ± 5 menit per sampel, setelah pembacaan selesai bead yang sudah terbaca diambil dan dirapikan di tempat sesuai hari kita membaca sampel bead tersebut, dilakukan hal yang sama terhadap sampel yang metode pembacaan sama. Rapikan area kerja setelah selesai dan keadaan alat akan terus stand by.

b. Sampel Uji Metode Spektrofometer Fluoresensi Sinar-X Secara LOI



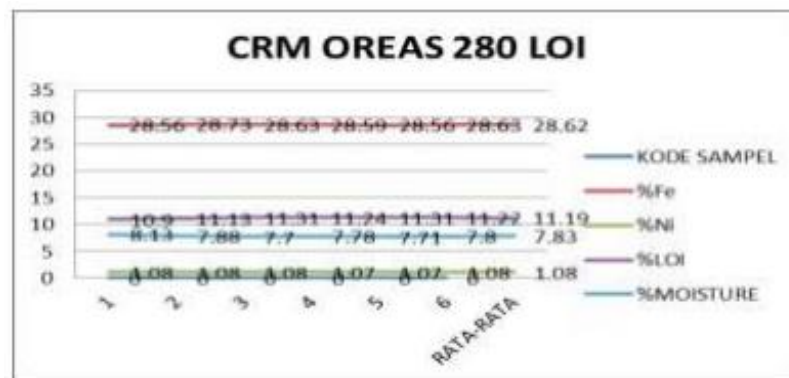
c. Sampel Uji Metode Spektrofometer Fluoresensi Sinar-X Secara Dry**3. Hasil dan Pembahasan****a. Perbandingan Hasil Analisa**

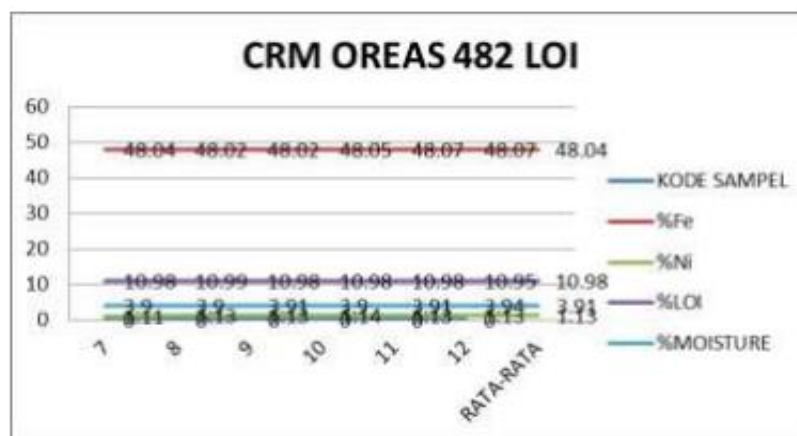
Pengujian terhadap sampel CRM OREAS 280, 482, dan 543 yang berasal dari batuan dan tanah yang telah mengalami pelapukan serta telah dipreparasi sehingga memiliki nilai homogenitas yang mencapai 95%. Sampel yang digunakan adalah standar CRM OREAS yang telah dilakukan uji profisiensi diberbagai laboratorium dunia. Hasil Analisa kadar besi dan nikel dalam sampel dapat dilihat pada Tabel 1 dan Tabel 2.

Tabel 1. Hasil Analisa XRF dengan LOI dan Moisture

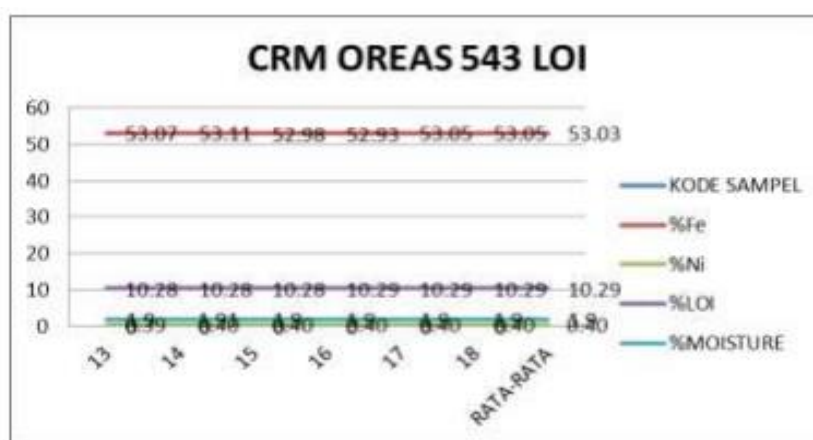
TABEL HASIL ANALISA MENGGUNAKAN LOI DAN MOISTURE DENGAN XRF S8 TIGER					
NO	KODE SAMPEL	%Fe	%Ni	%LOI	%MOISTURE
1	SAMPEL OREAS 280 A	28.57	1.08	10.9	8.13
2	SAMPEL OREAS 280 B	28.75	1.08	11.13	7.88
3	SAMPEL OREAS 280 C	28.57	1.08	11.31	7.7
4	SAMPEL OREAS 280 D	28.53	1.07	11.24	7.78
5	SAMPEL OREAS 280 E	28.67	1.07	11.31	7.71
6	SAMPEL OREAS 280 F	28.66	1.08	11.22	7.8
	RATA-RATA	28.62	1.08	11.19	7.83
7	SAMPEL OREAS 482 A	48.11	1.11	10.98	3.9
8	SAMPEL OREAS 482 B	47.99	1.13	10.99	3.9
9	SAMPEL OREAS 482 C	48.10	1.13	10.98	3.91
10	SAMPEL OREAS 482 D	48.04	1.14	10.98	3.9
11	SAMPEL OREAS 482 E	48.06	1.13	10.98	3.91
12	SAMPEL OREAS 482 F	48.14	1.13	10.95	3.94
	RATA-RATA	48.07	1.13	10.98	3.91
13	SAMPEL OREAS 543 A	52.96	0.39	10.28	1.9
14	SAMPEL OREAS 543 B	52.85	0.40	10.28	1.91
15	SAMPEL OREAS 543 C	52.70	0.40	10.28	1.9
16	SAMPEL OREAS 543 D	52.79	0.40	10.29	1.9
17	SAMPEL OREAS 543 E	52.91	0.40	10.29	1.9
18	SAMPEL OREAS 543 F	52.86	0.40	10.29	1.9
	RATA-RATA	52.84	0.40	10.29	1.9

Berikut disajikan grafik scatter plot Oreas 280, 482, 543 dengan LOI , pada gambar 1, 2, dan 3

**Gambar 1.** Grafik scatter plot Oreas 280 dengan LOI



Gambar 2. Grafik scatter plot Oreas 482 dengan LOI



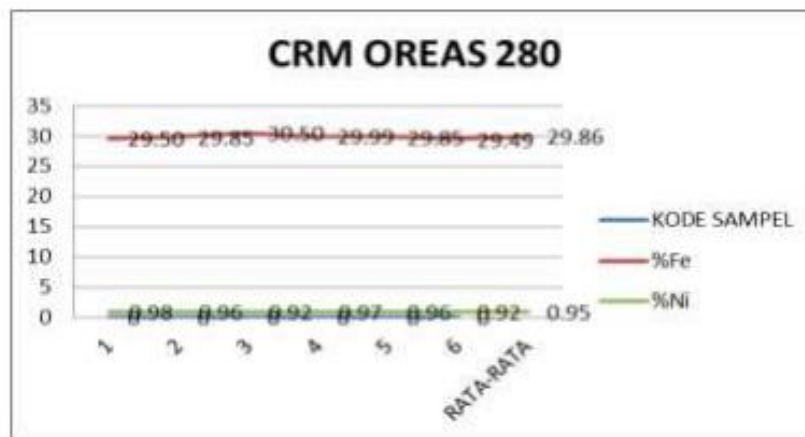
Gambar 3. Grafik scatter plot Oreas 543 dengan LOI

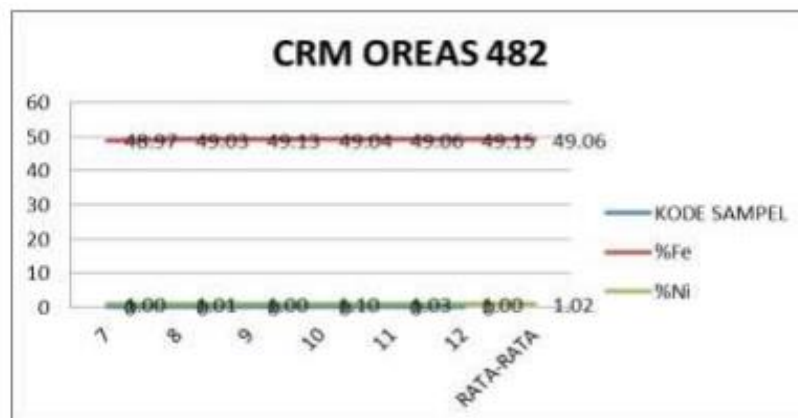
Penetapan kadar besi dan nikel yang terdapat dalam sampel crm oreas menggunakan metode Thermogravimetry analyzher (LOI) dan dilanjutkan dengan proses fusion bead dan dibaca di spektrofotometri flouresensi sinar-X (XRF) diperoleh kadar dengan rata-rata kadar besi dan nikel serta kadar LOI dan Moisture pada masing-masing sampel yaitu Oreas 280, adalah kadar besi 28.62 dan kadar nikel 1.08, kadar LOI 11.19 dan kadar Moisture 7.83. Oreas 482 adalah kadar besi 48.07 dan kadar nikel 1.13, kadar LOI 10.98 dan kadar Moisture 3.91. Oreas 543 adalah kadar besi 52.84 dan kadar nikel 0.40, kadar LOI 10.29 dan kadar Moisture 1.9. Penetapan kadar besi dan nikel serta kadar LOI dan Moisture yang terdapat dalam sampel ore (CRM OREAS) yang telah di lakukan analisa, telah memenuhi syarat keberterimaan yang ada pada sertifikat.

Tabel 2. Hasil Analisa XRF tanpa LOI dan Moisture

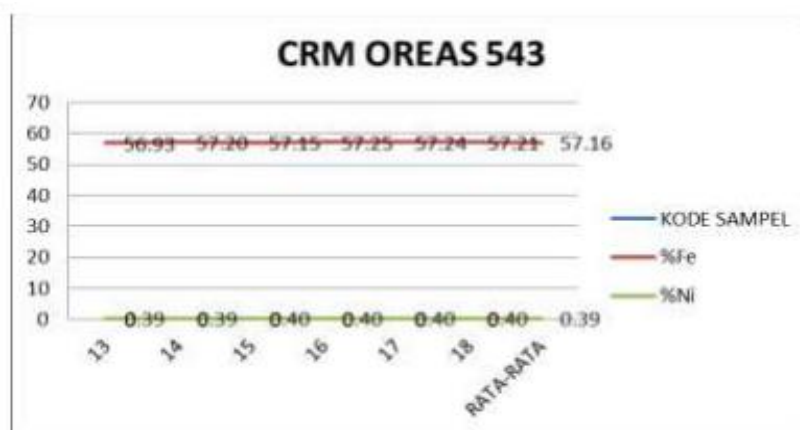
TABEL HASIL ANALISA TANPA LOI DAN MOISTURE DENGAN XRF S8 TIGER					
NO	KODE SAMPEL	%Fe	%Ni	%LOI	%MOISTURE
1	SAMPEL OREAS 280 A	29.50	0.98	TIDAK ADA	TIDAK ADA
2	SAMPEL OREAS 280 B	29.85	0.96	TIDAK ADA	TIDAK ADA
3	SAMPEL OREAS 280 C	30.50	0.92	TIDAK ADA	TIDAK ADA
4	SAMPEL OREAS 280 D	29.99	0.97	TIDAK ADA	TIDAK ADA
5	SAMPEL OREAS 280 E	29.85	0.96	TIDAK ADA	TIDAK ADA
6	SAMPEL OREAS 280 F	29.49	0.92	TIDAK ADA	TIDAK ADA
	RATA-RATA	29.86	0.95		
7	SAMPEL OREAS 482 A	48.97	1.00	TIDAK ADA	TIDAK ADA
8	SAMPEL OREAS 482 B	49.03	1.01	TIDAK ADA	TIDAK ADA
9	SAMPEL OREAS 482 C	49.13	1.00	TIDAK ADA	TIDAK ADA
10	SAMPEL OREAS 482 D	49.04	1.10	TIDAK ADA	TIDAK ADA
11	SAMPEL OREAS 482 E	49.06	1.03	TIDAK ADA	TIDAK ADA
12	SAMPEL OREAS 482 F	49.15	1.00	TIDAK ADA	TIDAK ADA
	RATA-RATA	49.06	1.02		
13	SAMPEL OREAS 543 A	56.93	0.39	TIDAK ADA	TIDAK ADA
14	SAMPEL OREAS 543 B	57.20	0.39	TIDAK ADA	TIDAK ADA
15	SAMPEL OREAS 543 C	57.15	0.40	TIDAK ADA	TIDAK ADA
16	SAMPEL OREAS 543 D	57.25	0.40	TIDAK ADA	TIDAK ADA
17	SAMPEL OREAS 543 E	57.24	0.40	TIDAK ADA	TIDAK ADA
18	SAMPEL OREAS 543 F	57.21	0.40	TIDAK ADA	TIDAK ADA
	RATA-RATA	57.16	0.39		

Berikut disajikan grafik scatter plot Oreas 280, 482, 543 tanpa LOI , pada gambar 4, 5, 6

**Gambar 4.** Grafik scater plot Oreas 280 tanpa LOI



Gambar 5. Grafik scatter plot Oreas 482 tanpa LOI



Gambar 6. Grafik scatter plot Oreas 543 tanpa LOI

Penetapan kadar besi dan nikel yang terdapat dalam sampel crm oreas Tanpa menggunakan metode Thermogravimetry analyzher (LOI), dan dilanjutkan dengan proses fusion bead dan dibaca pada spektrofotometri flouresensi sinar-X (XRF) diperoleh kadar dengan rata-rata kadar besi dan nikel serta mengabaikan kadar LOI dan Moisture pada masing-masing sampel yaitu Oreas 280, adalah kadar besi 29.86 dan kadar nikel 0.95. Oreas 482 adalah kadar besi 49.06 dan kadar nikel 1.02. Oreas 543 adalah kadar besi 57.16 dan kadar nikel 0.39. Penetapan kadar besi dan nikel serta mengabaikan kadar LOI dan Moisture yang terdapat dalam sampel ore (CRM OREAS) yang telah di lakukan analisa, tidak memenuhi syarat keberterimaan yang ada pada sertifikat. Tabel sertifikat CRM OREAS dapat di lihat pada tabel 3.

Tabel 3. Sertifikasi Crm Oreas

No.	Sertifikat	%Fe	%Ni	%Loi
1	SERTIFIKAT OREAS 280	28.65	1.08	10.89
2	SERTIFIKAT OREAS 482	47.92	1.14	10.89
3	SERTIFIKAT OREAS 543	52.85	0.396	10.35

**Gambar 7.** Grafik scatter plot sertifikat Oreas

b. Akurasi

Akurasi suatu analisis menunjukkan kedekatan antara nilai yang dihasilkan dari pengujian dengan nilai sebenarnya. Akurasi ditunjukkan dengan nilai perolehan kembali dari kadar analit bahan uji yang ditetapkan. Hasil penetapan dibandingkan dengan kadar analit yang tertera pada sertifikat.

Tabel 4. Tabel Hasil Uji Akurasi dan Presisi Sampel Oreas dari hasil pembacaan XRF menggunakan LOI

SAMPel CRM OREAS						
NO	% Fe OREAS 280	% Ni OREAS 280	% Fe OREAS 482	% Ni OREAS 482	% Fe OREAS 543	% Ni OREAS 543
1	28.57	1.08	48.11	1.11	52.96	0.39
2	28.75	1.08	47.99	1.13	52.85	0.40
3	28.57	1.08	48.10	1.13	52.70	0.40
4	28.53	1.07	48.04	1.14	52.79	0.40
5	28.67	1.07	48.06	1.13	52.91	0.40
6	28.66	1.08	48.14	1.13	52.86	0.40
Rata-rata	28.62	1.08	48.07	1.13	52.84	0.40
SB	0.083	0.006	0.06	0.01	0.092	0.004
%SBR	0.29%	0.55%	0.12%	0.88%	0.17%	1%
Syarat Presisi	≤5%	≤5%	≤5%	≤5%	≤5%	≤5%
Sertifikat	28.65	1.08	47.92	1.14	52.85	0.396
Syarat keberterimaan akurasi 98% - 102%						
RECOVERY (%)						
	%Fe OREAS 280	%Ni OREAS 280	%Fe OREAS 482	%Ni OREAS 482	%Fe OREAS 543	%Ni OREAS 543
	99.71%	100.06%	100.41%	97.51%	100.21%	98.74%
	100.34%	100.30%	100.15%	98.93%	100.01%	100.12%
	99.72%	100.22%	100.37%	99.35%	99.71%	99.90%
	99.59%	98.87%	100.26%	99.70%	99.88%	100.31%
	100.07%	99.07%	100.29%	98.71%	100.11%	99.98%
	100.04%	99.63%	100.45%	99.43%	100.01%	99.88%
Rata-rata	99.91%	99.69%	100.32%	98.94%	99.99%	99.82%

Uji akurasi dilakukan dengan cara penetapan kadar dari CRM Oreas 280, 482 dan 543. Penetapan terhadap CRM Oreas dilakukan karena metode penetapan menggunakan CRM menghasilkan data yang akurat. Nilai akurasi yang baik yaitu memiliki nilai recovery mendekati 100%. Namun apabila nilai recovery yang didapatkan tidak memberikan hasil tepat 100%, maka nilai itu masih dapat diterima apabila masuk dalam rentang keberterimaan yaitu (98%- 102 %).

c. Presisi

Uji presisi dengan hasil pengolahan data yang menunjukkan kedekatan antar tiap hasil uji yang diketahui dari sebaran analit diantara nilai benar yang terdapat pada sertifikat. Uji Presisi dilakukan dengan menguji keterulangan hasil data oleh analis dan alat yang sama dalam interval waktu yang singkat. Penentuan hasil presisi dilihat dari %SBR (simpangan baku relative) yang didapatkan dari perhitungan dan syarat keberterimaan nilainya yaitu lebih kecil dari 5%.

Tabel 5. Hasil Uji Akurasi dan Presisi Sampel Oreas dari hasil pembacaan XRF Tanpa menggunakan LOI

SAMPel CRM OREAS						
NO	% Fe OREAS 280	% Ni OREAS 280	% Fe OREAS 482	% Ni OREAS 482	% Fe OREAS 543	% Ni OREAS 543
1	29.50	0.98	48.97	1.00	56.93	0.39
2	29.85	0.96	49.03	1.01	57.20	0.39
3	30.50	0.92	49.13	1.00	57.15	0.40
4	29.99	0.97	49.04	1.10	57.25	0.40
5	29.85	0.96	49.06	1.03	57.24	0.40
6	29.49	0.92	49.15	1.00	57.21	0.40
Rata-rata	29.86	0.95	49.06	1.02	57.16	0.39
SB	0.37	0.026	0.06	0.039	0.12	0.01
%SBR	1.24%	2.74%	0.12%	3.82%	0.21%	2.56%
Syarat Presisi	≤5%	≤5%	≤5%	≤5%	≤5%	≤5%
Sertifikat	28.65	1.08	47.92	1.14	52.85	0.396
Syarat keberterimaan akurasi 98% - 102%						
	RECOVERY (%)					
	% Fe OREAS 280	% Ni OREAS 280	% Fe OREAS 482	% Ni OREAS 482	% Fe OREAS 543	% Ni OREAS 543
	102.97%	90.37%	102.19%	87.72%	107.72%	98.74%
	104.19%	88.70%	102.32%	88.51%	108.23%	98.48%
	106.46%	85.09%	102.53%	87.89%	108.14%	99.90%
	104.68%	89.44%	102.34%	96.49%	108.33%	100.31%
	104.19%	88.61%	102.38%	89.94%	108.31%	99.98%
	102.93%	85.28%	102.39%	88.03%	108.25%	99.88%
Rata-rata	104.24%	87.92%	102.36%	89.73%	108.16%	99.55%

Berdasarkan Table 5, %Recovery rata rata yang dihasilkan pada sampel Oreas 280, Oreas 482, dan Oreas 543 pada metode Loss on ignition yaitu 99.91%, 100.32% dan 99.99%. Hasil uji ini menunjukkan bahwa nilai perolehan kembali (recovery) yang dihasilkan pada pengujian kadar Fe dan Ni dalam sampel Oreas telah memenuhi persyaratan yang telah ditetapkan oleh PT Sebuku Iron Lateritic Ores yaitu sebesar (98,00–102,00)%.

Tabel 6. Hasil Uji Akurasi Sampel

HASIL UJI AKURASI KADAR BESI DAN NIKEL METODE OPERATION DRY(PULP)				
NO	ID SAMPEL	RECOVERY %Fe	RECOVERY %Ni	SYARAT KEBERTERIMAAN AKURASI
1	OREAS 280	104.24%	87.92%	TDK MEMENUHI SYARAT
2	OREAS 482	102.36%	89.73%	TDK MEMENUHI SYARAT
3	OREAS 543	108.16%	99.55%	TDK MEMENUHI SYARAT UNTUK KADAR Fe
HASIL UJI AKURASI KADAR BESI DAN NIKEL METODE LOSS ON IGNITION				
NO	ID SAMPEL	RECOVERY %Fe	RECOVERY %Ni	SYARAT KEBERTERIMAAN AKURASI
1	OREAS 280	99.91%	99.69%	MEMENUHI SYARAT
2	OREAS 482	100.32%	98.94%	MEMENUHI SYARAT
3	OREAS 543	99.99%	99.82%	MEMENUHI SYARAT

Berdasarkan Tabel 6, %Recovery rata rata yang dihasilkan pada sampel Oreas 280, Oreas 482, dan Oreas 543 pada metode operation dry pulp yaitu 104.24%, 102.36% dan 108.16%. Hasil uji ini menunjukkan bahwa nilai perolehan kembali (recovery) yang dihasilkan pada pengujian kadar Fe dan Ni dalam sampel Oreas tidak memenuhi persyaratan yang telah ditetapkan oleh PT Sebuku Iron Lateritic Ores yaitu sebesar (98,00-102,00)%.

Berdasarkan data dari table 4 dan tabel 5 diatas dapat dilihat bahwa nilai % SBR yang didapatkan untuk masing-masing sampel CRM OREAS dengan kode 280, 482, dan 543 adalah

0.29%, 0.12%, dan 0.17% untuk %SBR kadar Fe, dan untuk %SBR kadar Ni adalah 0.55%, 0.88%, dan 1% (Metode Loss On ignition), dan Nilai % SBR yang didapatkan untuk masing-masing sampel CRM OREAS dengan kode 280, 482, dan 543 adalah 1.24%, 0.12%, dan 0.21% untuk %SBR kadar Fe, dan untuk %SBR kadar Ni adalah 2.74%, 3.82%, dan 2.56% (Metode dry pulp). Dengan nilai %SBR yang dihasilkan maka presisi memenuhi syarat yaitu $\leq 5\%$, dan nilai yang diperoleh untuk setiap sampel CRM OREAS 280, 482 dan 543 memiliki nilai %SBR dibawah 1% ($SBR \leq 1\%$). Menurut Sumardi, 2002 apabila nilai dari % SBR yang dibawah 1 % maka pengerjaan tersebut sangat teliti.

d. Uji t-berpasangan

Setelah dilakukan penetapan kadar besi yang terdapat pada sampel dengan metode Loss on ignition fuse bead XRF spektrofotometri flouresensi sinar-X dilakukan uji t berpasangan yang dapat dilihat hasilnya pada tabel 7.

Tabel 7. Hasil perhitungan Uji t-berpasangan

HASIL PERHITUNGAN UJI t-BERPASANGAN KADAR BIJI BESI CRM OREAS					
NO	ID SAMPEL	t-Hitung	t-Table	$\alpha_{2T=95\%}$	Kesimpulan
1	OREAS 280	-11,25	2,228	0,05	Metode tidak berbeda nyata
2	OREAS 482	-28,45	2,228	0,05	Metode tidak berbeda nyata
3	OREAS 543	-98,75	2,228	0,05	Metode tidak berbeda nyata

Hasil pengujian secara statistika dengan uji t-berpasangan, didapatkan t-hitung pada sampel dengan kode sampel Oreas 280, -11.25, Oreas 482 - 28.45, dan Oreas 543, -98.75. Nilai alfa yang digunakan adalah 0.05 dengan selang kepercayaan 95%. Berdasarkan tabel hasil pengujian secara statistika menggunakan uji t-berpasangan dapat diketahui bahwa nilai t-hitung yang diperoleh lebih kecil dari nilai t-tabel pada selang kepercayaan 95%. Sehingga H_0 diterima, dan apabila H_0 diterima, maka nilai penetapan kadar besi tersebut tidak berbeda nyata. Berdasarkan pada hasil pengujian dengan uji t berpasangan yang telah dilakukan, maka dapat dikatakan bahwa metode penetapan kadar besi secara thermogravimetric analyzer (LOI), Fusion bead dan spektrofotometri flouresensi sinar-X dan metode penetapan kadar besi tanpa thermogravimetric analyzer (LOI), langsung Fusion bead dan spektrofotometri flouresensi sinar-X memberikan hasil yang tidak berbeda nyata. Sehingga penggunaan kedua metode tersebut untuk melakukan penetapan kadar besi dapat dilakukan.

Penetapan kadar besi berdasarkan pada tabel diatas, nilai perolehan kembali yang didapatkan memiliki nilai yang tidak sama, meskipun masih masuk kedalam keberterimaan. Hal ini mungkin saja terjadi karena beberapa faktor. Salah satu faktornya adalah homogenitas sampel yang kurang pada saat pembacaan. Selain itu yang menjadi catatan adalah kalibrasi alat dan verifikasi metode harus dilakukan untuk terus mengontrol alat dan juga metode pengerjaan. Selain itu juga harus dilakukan pencatatan masa pemakaian Xray tube pada spektrofotometri flouresensi sinar X. Hal ini bertujuan agar adanya catatan untuk memperbaiki alat jika terjadi masalah ketika analisa dan sebagai riwayat pemakaian alat ketika dilakukan kalibrasi terhadap alat.

4. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian analisis pengaruh Moisture dan loss on ignition (LOI) terhadap pengukuran sampel laterit bijih besi dengan metode fuse bead XRF s8 tiger, didapatkan hasil yaitu:

- a. Pengaruh Moisture dan LOI terhadap pengukuran kadar besi sangat berbeda signifikan dengan hasil yang tanpa menggunakan atau memperhitungkan kadar Moisture dan LOI terhadap patokan uji yakni sertifikat internasional terhadap pengukuran sampel crm oreas tersebut.
- b. Dilanjutkan kembali hasil uji perbandingan metode Moisture dan loss on ignition, dengan metode opration dry (pulp dry) yang telah di baca di Spektrofotometri flouresensi sinar-X (XRF), dengan mengacu pada uji statistika yang meliputi uji akurasi, presisi, dan uji t-berpasangan, maka dapat disimpulkan bahwa metode Moisture dan loss on ignition, denga metode opration dry (pulp dry) tidak berbeda nyata. Sehingga penggunaan kedua metode tersebut untuk melakukan penetapan kadar bijih besi dapat dilakukan, akan tetapi hasil dari kadar biji besi sangat signifikan berpengaruh terhadap nilai Moisture dan LOI namun dapat di atasi dengan skala keberterimaan PT. Sebuku iron lateritic ores dengan mempertimbangkan kelayakan hasil.
- c. XRF (X-Ray Flourence Spectrophotometry) merupakan suatu teknik analisis yang dapat menganalisa unsur-unsur yang terkandung dalam suatu material berdasarkan besarnya pengukuran pendaran sinar-X terhadap material tersebut, dan metode fusion bead adalah salah satu teknik preparasi sampel yang efektif untuk mendapatkan hasil analisis yang akurat dengan menggunakan XRF. Metode ini dapat digunakan untuk beberapa jenis sampel seperti batuan, bijih, semen, dan lain-lain.

5. Ucapan Terima Kasih

Terimakasih untuk Ketua dan Sekretaris Prodi Kimia Universitas Teknologi Sulawesi untuk selalu support dalam kegiatan Tridharma. Dekan Fakultas Teknik untuk selalu memberikan masukan. PT. Sebuku Iron Lateritic Ores untuk semua kerjasamanya.

6. Referensi

- [1] I. Suherman and R. Saleh, "Analisis rantai nilai besi baja di Indonesia," *J. Teknol. Miner. dan Batubara*, vol. 14, no. 3, pp. 233–252, 2018, doi: 10.30556/jtmb.vol14.no3.2018.696.
- [2] D. I. Bagian, T. Pulau, and P. K. Selatan, "gravel ore," vol. 12, no. 2, pp. 48–53, 2011.
- [3] A. R. Novandy, A. Triantoro, and R. N. Hakim, "Studi Water Management Pada Area Plant Produksi Di Pt Sebuku Iron Lateritic Ores (Silo) Site Sungai Bali, Kecamatan Sebuku, Kabupaten Kotabaru, Provinsi Kalimantan Selatan," *J. Himasapta*, vol. 5, no. 3, p. 101, 2021, doi: 10.20527/jhs.v5i3.2901.
- [4] W. . A. . N. E. Pasema, "Analisis Kandungan Mangan (Mn) dan Tembaga (Cu) dalam Bijih Mangan di Daerah Taming Tonga Kecamatan Ranah Batahan Kabupaten Pasaman Barat Secara Spektrofotometri Serapan Atom ," *Chem. J. State Univ. Padang*, vol. 1, no. 1, pp. 1–4, 2012.
- [5] J. Axel, D. Geofisika, F. Matematika, D. A. N. Ilmu, P. Alam, and U. Hasanuddin, "Analisis Perubahan Kadar Bijih Nikel Laterit Dari Data Pengeboran Inpit Sampai ke Tahap Penambangan Berdasarkan Analisa XRF di PT . Antam Kolaka," 2023.
- [6] C. Sastria. Teknik Pertambangan, F. Teknik, U. Hasanuddin, "Analisis Pengaruh Ukuran Fraksi Terhadap Peningkatan Kadar Bijih Saprolit pada Area Stockpile PT Ceria Nugraha Indotama, pp. 1–14, 2023.

- [7] A. Purnamasari, “Reduksi Langsung Bijih Nikel Laterit Limonitik dengan Variasi Rasio Batu Bara Dolomit pada Reaktor Bed Batu Bara-Dolomit,” pp. 1–173, 2018.
- [8] 2012 Adrianto, “ANALISIS KERUSAKAN X-RAY FLUORESCENCE (XRF) Agus Jamaludin, Darma Adiantoro,” *Pus. Teknol. Bahan Bakar Nukl.*, vol. 09-10 / Ta, no. XRF, pp. 19–28, 2012.
- [9] N. S. Putri, A. Rahim, O. Patiung, and M. M. T. Afasedanja, “Pengujian X-Ray Fluorescence Terhadap Kandungan Mineral Logam Pada Endapan Sedimen di Sungai Amamapare Kabupaten Mimika, Papua Tengah,” *J. Tek. AMATA*, vol. 4, no. 1, pp. 6–10, 2023, doi: 10.55334/jtam.v4i1.104.