

## PENGARUH UKURAN PARTIKEL DAN METODE PENGERINGAN TERHADAP AKURASI ANALISIS NIKEL MENGGUNAKAN XRF

Mutmainnah Rahman <sup>1\*</sup>, Selfina Gala <sup>2</sup>

<sup>1,2</sup>Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Fajar Makassar

\*Corresponding author

\*Email: [mutmainnahrahman090@gmail.com](mailto:mutmainnahrahman090@gmail.com)

### Abstrak

Penelitian ini bertujuan untuk mengevaluasi pengaruh ukuran partikel dan metode pengeringan terhadap akurasi analisis kadar nikel menggunakan X-Ray Fluorescence (XRF). Sebanyak 10 lot sampel dianalisis untuk setiap kombinasi perlakuan dengan dua replikasi, meliputi ukuran partikel 100 mesh dan 200 mesh, serta metode pengeringan oven dan sangrai. Akurasi dianalisis berdasarkan nilai deviasi (D) terhadap standar referensi OREAS. Hasil menunjukkan bahwa ukuran partikel 200 mesh menghasilkan deviasi rata-rata yang jauh lebih rendah dibandingkan 100 mesh, khususnya untuk unsur Ni dan MgO dengan rentang deviasi 0,00–0,01. Metode pengeringan oven juga menunjukkan akurasi lebih tinggi dibandingkan sangrai, dengan deviasi rata-rata SiO<sub>2</sub> dan Fe masing-masing lebih kecil dari 0,10, sedangkan metode sangrai mencapai deviasi hingga 0,43 pada beberapa unsur. Temuan ini menegaskan bahwa pengurangan ukuran partikel serta penggunaan metode pengeringan oven dapat meningkatkan keakuratan analisis XRF pada sampel produksi nikel. Implikasi praktis penelitian ini penting bagi laboratorium quality control untuk meminimalkan variasi hasil dan meningkatkan keandalan analisis harian.

**Kata kunci** : Ukuran partikel, Metode pengeringan, X-Ray Fluorescence, Nikel, Akurasi analisis

### Abstract

*This study aims to evaluate the effect of particle size and drying method on the accuracy of nickel content analysis using X-Ray Fluorescence (XRF). A total of 10 sample lots were analyzed for each treatment combination with two replications, including particle sizes of 100 mesh and 200 mesh, as well as oven drying and roasting methods. Accuracy was analyzed based on the deviation (D) value against the OREAS reference standard. The results showed that the 200 mesh particle size produced a significantly lower average deviation than 100 mesh, especially for Ni and MgO elements with a deviation range of 0.00–0.01. The oven drying method also showed higher accuracy than roasting, with average deviations for SiO<sub>2</sub> and Fe each being smaller than 0.10, while the roasting method reached deviations of up to 0.43 for some elements. These findings confirm that particle size reduction and the use of the oven drying method can improve the accuracy of XRF analysis on nickel production samples. The practical implications of this study are important for quality control laboratories to minimize result variations and improve the reliability of daily analysis.*

**Keywords** : Particle size, Drying method, X-Ray Fluorescence, Nickel, Analytical accuracy

### Pendahuluan

Nikel merupakan salah satu logam strategis yang banyak digunakan dalam industri baja tahan karat, baterai, dan material teknik sehingga analisis kadar unsur pada bijih nikel harus dilakukan dengan akurat (Ramli et al., 2025 & Amri Dani et al., 2024). Instrumen X-Ray Fluorescence (XRF) menjadi metode yang umum digunakan di

laboratorium Quality Control karena mampu menganalisis unsur mayor hingga jejak secara cepat dan non-destruktif (Ramdani et al., 2025 & Finkel'shtein & Brjansky, 2019). Namun, akurasi XRF sangat dipengaruhi oleh kondisi fisik sampel, terutama ukuran partikel dan kandungan air, yang berkaitan erat dengan *matrix effect*, *absorption*, dan *scattering*, sehingga dapat menyebabkan variasi pembacaan (Dipatunggoro, 2010 & Marguí et al., 2022).

Ukuran partikel memiliki peranan penting dalam preparasi sampel XRF (Lesbani, 2011 & Pickles et al., 2014). Partikel yang lebih besar cenderung menimbulkan ketidakseragaman distribusi mineral, menghasilkan fenomena *shadowing* dan meningkatkan tingkat absorpsi sinar-X sehingga intensitas fluoresensi menjadi tidak stabil (Lopez-Nunez et al., 2022). Sebaliknya, partikel halus seperti 200 mesh dapat meminimalkan *grain size effect* dan menghasilkan sampel yang lebih homogen, sehingga akurasi pembacaan meningkat. Meskipun demikian, penelitian yang secara khusus membandingkan akurasi pembacaan XRF antara 100 mesh dan 200 mesh pada sampel produksi nikel masih terbatas (Arif, 2018).

Selain ukuran partikel, metode pengeringan juga berpengaruh terhadap hasil analisis (Fatubun et al., 2018). Kandungan air yang tidak dihilangkan secara sempurna dapat mengganggu proses eksitasi sinar-X sehingga menurunkan intensitas unsur tertentu, terutama oksida seperti  $\text{SiO}_2$  dan  $\text{MgO}$  (Nukuhaly, 2023 & Gao et al., 2025). Metode oven umumnya menghasilkan pengeringan yang lebih stabil dan terkontrol, sedangkan metode sangrai berpotensi menghasilkan pemanasan tidak merata yang dapat memengaruhi komposisi permukaan sampel (Mulyanto et al., 2015). Hingga saat ini, perbandingan ilmiah antara kedua metode pengeringan tersebut pada sampel nikel produksi belum banyak dilaporkan (Amalia et al., 2022 & Chebakova et al., 2021).

Di PT Tiran Indonesia masih ditemukan variasi hasil analisis XRF, khususnya pada unsur Fe,  $\text{MgO}$ , dan  $\text{SiO}_2$ , yang diduga dipengaruhi oleh ukuran partikel dan perbedaan metode pengeringan yang digunakan dalam preparasi sampel. Kondisi ini menunjukkan perlunya evaluasi sistematis untuk menentukan prosedur preparasi sampel yang paling akurat dan konsisten. Berdasarkan hal tersebut, penelitian ini dilakukan untuk menganalisis pengaruh ukuran partikel 100 mesh dan 200 mesh, serta membandingkan

metode pengeringan oven dan sangrai, terhadap akurasi analisis XRF pada sampel produksi nikel.

## **Metode**

### **Desain Penelitian**

Penelitian ini merupakan penelitian eksperimental yang bertujuan mengevaluasi pengaruh ukuran partikel (100 mesh dan 200 mesh) serta metode pengeringan (oven dan sangrai) terhadap akurasi analisis sampel nikel menggunakan X-Ray Fluorescence (XRF). Sampel yang digunakan terdiri dari 10 lot, dan setiap lot dianalisis sebanyak dua kali replikasi. Untuk penentuan akurasi, digunakan standar referensi OREAS 183, 189, 191, 194, dan 195 yang merupakan standar yang umum digunakan dalam analisis nikel laterit.

### **Bahan dan Alat**

Bahan yang digunakan meliputi sampel produksi bijih nikel, standar OREAS, alkohol pembersih, serta plastik sampel. Alat yang digunakan mencakup jaw crusher, double roll crusher, pulverizer, disc mill, ayakan 100 dan 200 mesh, drying oven, alat sangrai, press pellet, serta instrumen ED-XRF Epsilon 4.

### **Preparasi Sampel**

Sampel produksi direduksi ukurannya menggunakan jaw crusher hingga ukuran - 10 mm dan dilanjutkan dengan double roll crusher hingga -3 mm. Sampel kemudian dikompositkan menggunakan metode *mixing* dan *cross cell* untuk memperoleh sampel representatif. Selanjutnya, sampel dibagi ke dalam dua kelompok metode pengeringan:

1. Pengeringan oven pada suhu 150°C selama 5–6 jam, dan
2. Pengeringan sangrai hingga diperoleh kondisi kering.

Sampel kering kemudian digiling menggunakan pulverizer untuk menghasilkan partikel 200 mesh dan disc mill untuk menghasilkan partikel 100 mesh. Proses *sieving* dilakukan untuk memastikan keseragaman ukuran partikel. Setelah itu, sampel dibuat menjadi pellet menggunakan tekanan hingga 25 ton sebelum dianalisis menggunakan XRF.

## Analisis XRF

Pengukuran kadar unsur Ni, Fe, MgO, dan SiO<sub>2</sub> dilakukan menggunakan instrumen ED-XRF dengan aplikasi analisis yang telah dikalibrasi oleh laboratorium. Setiap sampel diukur dua kali untuk memperoleh data replikasi.

## Perhitungan Deviasi dan Akurasi

Akurasi ditentukan berdasarkan nilai deviasi (D) antara hasil pengukuran sampel dan nilai standar OREAS menggunakan persamaan: (Jis, 2008)

$$D = C_{\text{sampel}} - C_{\text{standar}}$$

Tingkat akurasi dinyatakan dengan Tingkat Akurasi (TA):

$$TA (\%) = 1 - \frac{[D]}{C_{\text{standar}}} \times 100\%$$

Semakin kecil nilai deviasi, semakin tinggi tingkat akurasi yang dicapai. Hasil analisis kemudian dibandingkan antarperlakuan untuk mengetahui pengaruh ukuran partikel dan metode pengeringan terhadap akurasi XRF (Hidayat & Iryani, 2025).

## Hasil dan Pembahasan

### Nilai Deviasi dan Akurasi Analisis XRF

Nilai deviasi dan tingkat akurasi untuk dua ukuran partikel (100 mesh dan 200 mesh) dengan dua metode pengeringan (oven dan sangrai) disajikan pada Tabel 1 dan Tabel 2. Secara umum, ukuran partikel 200 mesh menghasilkan nilai deviasi yang lebih rendah serta tingkat akurasi yang lebih tinggi dibandingkan ukuran 100 mesh. Demikian pula, metode pengeringan oven menunjukkan kinerja yang lebih baik dibandingkan metode sangrai pada sebagian besar unsur.

Ukuran Partikel	Unsur	D Rata-rata	TA (%)
100 mesh	Ni	-0.14	99.86
	Fe	0.11	99.88
	MgO	0.11	99.86
	SiO <sub>2</sub>	-0.12	99.88
200 mesh	Ni	0.00	99.99

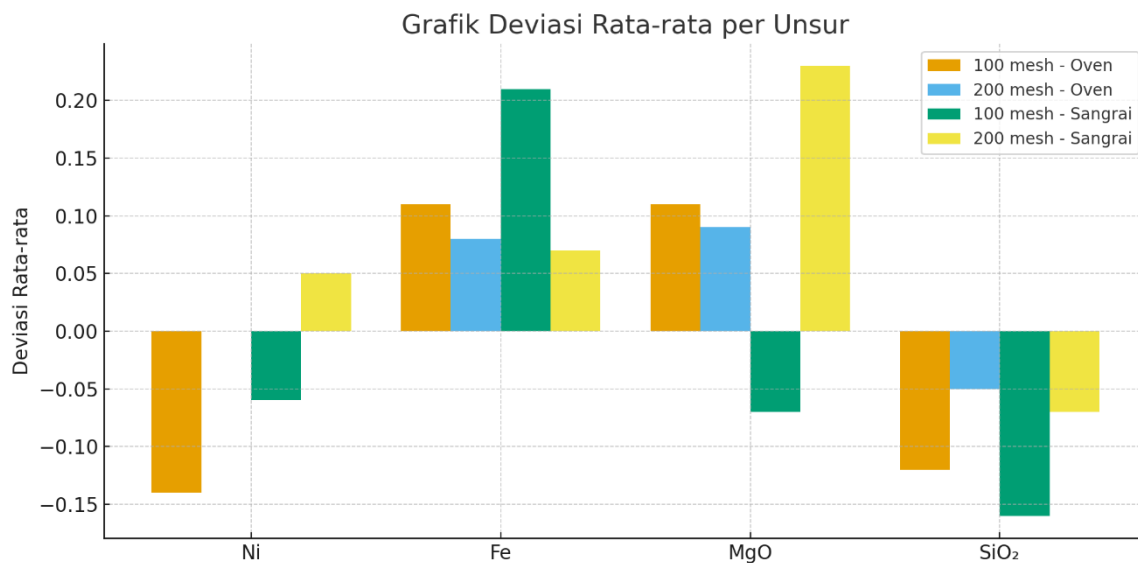
Ukuran Partikel	Unsur	D Rata-rata	TA (%)
	Fe	0.08	99.92
	MgO	0.09	99.91
	SiO <sub>2</sub>	-0.05	99.94

Tabel 1. Rata-rata Deviasi dan Akurasi Sampel (Pengeringan Oven)

Ukuran Partikel	Unsur	D Rata-rata	TA (%)
<b>100 mesh</b>	Ni	-0.06	99.94
	Fe	0.21	99.79
	MgO	-0.07	99.89
	SiO <sub>2</sub>	-0.16	99.84
<b>200 mesh</b>	Ni	0.05	99.95
	Fe	0.07	99.87
	MgO	0.23	99.78
	SiO <sub>2</sub>	-0.07	99.91

Tabel 2. Rata-rata Deviasi dan Akurasi Sampel (Pengeringan Sangrai)

Keterangan: D = Deviasi; TA = Tingkat Akurasi.



Gambar 1. Grafik Deviasi Rata-rata per Unsur

### **Pengaruh Ukuran Partikel terhadap Akurasi XRF**

Pada Gambar 1 menunjukkan bahwa ukuran partikel memberikan pengaruh signifikan terhadap akurasi bacaan XRF. Sampel dengan ukuran 200 mesh menghasilkan deviasi yang lebih rendah dibandingkan ukuran 100 mesh pada semua unsur. Hal ini disebabkan oleh *grain size effect*, yaitu kondisi ketika partikel berukuran lebih kecil mampu membentuk permukaan yang lebih homogen sehingga meminimalkan hamburan sinar-X dan *shadowing*. Homogenitas yang lebih baik menyebabkan sinyal fluoresensi menjadi lebih stabil dan meningkatkan ketepatan pembacaan instrumen. Pada unsur Ni, misalnya, ukuran 100 mesh menghasilkan deviasi  $-0.14$ , sedangkan 200 mesh menghasilkan deviasi mendekati  $0.00$ . Unsur Fe, MgO, dan  $\text{SiO}_2$  juga menunjukkan tren yang sama. Hasil penelitian ini sejalan dengan penelitian (Malik, 2023) yang menyatakan bahwa penurunan ukuran partikel dapat mengurangi *matrix effect* dan meningkatkan akurasi XRF pada sampel bijih laterit.

### **Pengaruh Metode Pengeringan terhadap Akurasi XRF**

Metode pengeringan juga berperan penting dalam menentukan kualitas hasil analisis. Pada gambar 1 menunjukkan bahwa pengeringan menggunakan oven menghasilkan deviasi yang lebih rendah dibandingkan sangrai. Hal ini terjadi karena pengeringan oven memiliki kontrol suhu yang lebih stabil, sehingga mampu menghilangkan kadar air secara merata dari sampel. Sebaliknya, metode sangrai memiliki variasi panas yang lebih besar, berpotensi meninggalkan residu kelembapan, serta dapat menyebabkan oksidasi permukaan sampel. Kondisi ini mengganggu eksitasi sinar-X, terutama pada unsur Fe dan  $\text{SiO}_2$ . Misalnya, deviasi Fe pada metode sangrai dapat mencapai  $0.21$ , jauh lebih tinggi dibandingkan  $0.11$  pada metode oven. Hasil penelitian ini sejalan dengan penelitian (Bakri et al., 2022) yang menyatakan bahwa kestabilan suhu selama pengeringan sangat memengaruhi konsistensi data XRF. Dari dua variable, kombinasi ukuran 200 mesh dan metode pengeringan oven menghasilkan akurasi terbaik dengan deviasi mendekati  $0.00$  pada seluruh unsur. Sebaliknya, kombinasi 100 mesh–sangrai menunjukkan performa terendah dalam penelitian ini.

## Kesimpulan

Berdasarkan hasil dari penelitian yang dilakukan terhadap pengaruh ukuran partikel dan metode pengeringan terhadap akurasi analisis XRF pada sampel bijih nikel, diperoleh beberapa temuan penting yang dapat dirangkum sebagai berikut:

1. Ukuran partikel memengaruhi akurasi pembacaan XRF. Sampel yang dihaluskan hingga 200 mesh menghasilkan deviasi yang lebih rendah dibandingkan 100 mesh, dengan nilai deviasi rata-rata masing-masing unsur sebagai berikut: Ni (0.00 vs – 0.14), Fe (0.08 vs 0.11), MgO (0.09 vs 0.11), dan SiO<sub>2</sub> (–0.05 vs –0.12). Hal ini menunjukkan bahwa ukuran partikel yang lebih halus mampu meningkatkan homogenitas sampel dan mengurangi *grain size effect*, sehingga memberikan hasil analisis yang lebih akurat.
2. Metode pengeringan berpengaruh terhadap akurasi analisis. Pengeringan menggunakan oven menghasilkan deviasi yang lebih stabil dan akurasi yang lebih tinggi (mencapai 99.90–100%) dibandingkan metode sangrai, yang menunjukkan deviasi lebih besar khususnya pada unsur Fe (0.21) dan SiO<sub>2</sub> (–0.16). Stabilitas suhu pada oven diduga mampu menghilangkan kelembapan secara merata, sedangkan metode sangrai memiliki variasi panas yang lebih besar sehingga dapat memengaruhi intensitas fluoresensi sinar-X.
3. Kombinasi perlakuan 200 mesh dengan metode pengeringan oven merupakan kondisi terbaik dalam penelitian ini karena menghasilkan deviasi mendekati nol pada seluruh unsur yang diuji. Sebaliknya, kombinasi 100 mesh–sangrai memberikan deviasi tertinggi dan menjadi perlakuan dengan performa terendah. Dengan demikian, untuk meningkatkan akurasi dan konsistensi analisis XRF di laboratorium, disarankan untuk menggunakan ukuran partikel 200 mesh dan menerapkan pengeringan oven sebagai prosedur standar preparasi sampel.

## Daftar Referensi

- Amalia, Y., Lumbantoruan, N. B., & Prasongko, B. K. (2022). Analisis Kandungan Unsur Ni pada Zona Saprolit Bijih Nikel Laterit, Kecamatan Bahodopi, Kabupaten Morowali, Sulawesi Tengah. *Jurnal Sains Dan Teknologi* (, 1(2), 81–86.
- Amri Dani, U., Nurfasiha, & Arif. (2024). Pengaruh Kadar Air dan Ukuran Butir Tanah Terhadap Analisis Kadar Nikel Pada PT. Akar Mas Internasional di Desa Hakatutobu Kecamatan Pomalaa Kabupaten Kolaka Provinsi Sulawesi Tenggara. *Mining Science and Technology Journal*, 3, 214–219.
- Arif, I. (2018). Nikel Indonesia. *Perpustakaan Nasional RI*.
- Bakri, S., Ardana, M. F., Juradi, M. I., Nurhawaisyah, S. R., & Arifin, M. (2022). Studi Ukuran Fraksi Partikel Terhadap Kadar Nikel Dan Kandungan Air Pada Bijih Nikel Laterit. *Jurnal Teknologi Kimia Mineral*, 1(2), 81–85.
- Chebakova, K. A., Dzidziguri, E. L., Sidorova, E. N., Vasiliev, A. A., Ozherelkov, D. Y., Pelevin, I. A., Gromov, A. A., & Nalivaiko, A. Y. (2021). X-ray fluorescence spectroscopy features of micro-and nanoscale copper and nickel particle compositions. *Nanomaterials*, 11(9). <https://doi.org/10.3390/nano11092388>
- Dipatunggoro, G. (2010). Pemetaan Geologi Nikel Laterit Daerah Sp Unit 25 Dan Sekitarnya Kecamatan Toili Barat, Kabupaten Banggai, Propinsi Sulawesi Tengah. In *Bulletin of Scientific Contribution* (Vol. 8).
- Fatubun, J. E. A., Pangkung, Y. G., Pertambangan, J. T., Pertambangan, T., Perminyakan, D., Papua, U., Gunung, J., & Manokwari, S. A. (2018). Analisis Pengambilan Dan Preparasi Sampel Berdasarkan Hasil Pengujian Kadar Nikel Pada Pt. Haltim Mining Kabupaten Halmahera Timur Provinsi Maluku Utara. *Jurnal Penelitian Tambang*, 1(1), 44–52.

- Finkel'shtein, A., & Brjansky, N. (2019). Estimating particle size effects in X-ray fluorescence spectrometry. *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research Section B-Beam Interactions With Materials and Atoms*, 267, 2437–2439. <https://doi.org/10.1016/j.nimb.2009.05.005>
- Gao, R., Yin, J., Liu, R., Liu, Y., Li, J., Dong, L., Ma, W., Zhang, L., Zhang, P., Tian, Z., Zhao, Y., Yin, W., & Jia, S. (2025). A novel particle size distribution correction method based on image processing and deep learning for coal quality analysis using NIRS-XRF. *Talanta*, 285, 127427. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.talanta.2024.127427>
- Hidayat, M. F., & Iryani, A. S. (2025). Penentuan Kadar Nikel Dalam Sampel Nikel Ore Menggunakan Metode Press Melalui Pembacaan XRF. *Global Research and Innovation Edutech Journal (GREAT)*, 01(01), 329–335.
- Jis. (2008). Method For Sampling, Sample Preparation And Determination Of Moisture Content. *Japanese Standards Association*.
- Lesbani, A. (2011). Studi Interaksi Vanadium dan Nikel dengan Pasir Kuarsa. *Jurnal Penelitian Sains*, 14(C), 43–46.
- Lopez-Nunez, R., Bello-Lopez, M. A., Santana-Sosa, M., Bellido-Traves, C., & Burgos-Doménech, P. (2022). Effect of Particle Size on Compost Analysis by Portable X-ray Fluorescence. *Applied Sciences (Switzerland)*, 12(22). <https://doi.org/10.3390/app122211579>
- Malik, Y. (2023). S A I N S Akurasi dan Presisi Analisis Kadar Nikel (Ni) pada Sampel Nikel Laterit Menggunakan X-Ray Fluorescence Spectrometry (XRF). *Jurnal Kimia Dan Pendidikan Kimia*, 12. <http://sains.uho.ac.id/index.php/journal>
- Marguí, E., Queralt, I., & de Almeida, E. (2022). X-ray fluorescence spectrometry for environmental analysis: Basic principles, instrumentation, applications and recent trends. In *Chemosphere* (Vol. 303). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2022.135006>

- Muliyanto, A., Saismana, U., Dwiatmoko, M. U., & Cahyono, C. (2015). Perencanaan Penambangan Batubara Pit A PT. Amanah Anugerah Adi Mulia Desa Maragut Kec. Dusun Timur Kab. Barito Timur Provinsi Kalimantan Tengah. *Jurnal Geosapta*, 1(1), 25–28.
- Nukuhaly, Z. (2023). Analisis Hubungan MgO Dan SiO<sub>2</sub> Terhadap Zonasi Endapan Nikel Laterit Blok“X” PT.Vale Indonesia Tbk, Sorowako, Provinsi Sulawesi Selatan. *Skripsi Program Studi Teknik Geologi, Fakultas Teknik, Universitas Hasanuddin, Makassar*.
- Pickles, C. A., Forster, J., & Elliott, R. (2014). Thermodynamic analysis of the carbothermic reduction roasting of a nickeliferous limonitic laterite ore. *Minerals Engineering*, 65, 33–40. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.mineng.2014.05.006>
- Ramdani, N., Ramli, I., & Wijaya, I. (2025). Perbandingan Metode Press Pellet Menggunakan Aluminum Cup Dan Ring Steel Dalam Persiapan Sampel Uji Nikel Ore Menggunakan ED-XRF. *Jurnal Sains Dan Teknologi*, 5(2), 35–41. <https://journal.utsmakassar.ac.id/index.php/JST>
- Ramli, I., Wahab, N., Octavia, R., Indriastuti, A., & Kusumah, R. (2025). Analisa Sampel Komposite Dengan Menggunakan XRF Metode Fuse Bead Untuk Mengurangi Pemakaian Flux Pada Analisa Nikel Ore. *Dewantara. J. Tech*, 05(01).