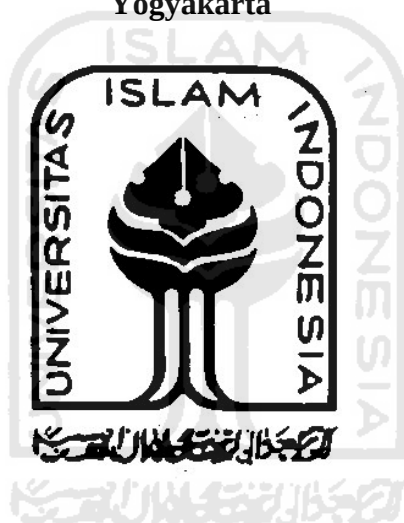


**PERBANDINGAN X-RAY FLUORESCENCE (XRF) DAN
INDUCTIVELY COUPLED PLASMA-OPTICAL EMISSION
SPECTROPHOTOMETER (ICP-OES) UNTUK ANALISIS NIKEL
DAN BESI DALAM SAMPEL CONVERTER SLAG PADA
INDUSTRI PERTAMBANGAN NIKEL**

SKRIPSI

**Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat mencapai gelar Sarjana Sains
(S.Si) Program Studi Ilmu Kimia Pada Fakultas Matematika dan Ilmu
Pengetahuan Alam Universitas Islam
Yogyakarta**



Disusun oleh:

RAFITRIANY RASYID

No.Mhs : 02 612 062

**JURUSAN ILMU KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
YOGYAKARTA
2011**

**PERBANDINGAN X-RAY FLUORESCENCE (XRF) DAN
INDUCTIVELY COUPLED PLASMA-OPTICAL EMISSION
SPECTROPHOTOMETER (ICP-OES) UNTUK ANALISIS NIKEL
DAN BESI DALAM SAMPEL CONVERTER SLAG PADA
INDUSTRI PERTAMBANGAN NIKEL**

Oleh :

RAFITRIANY RASYID

No.Mhs : 02612062

Telah dipertahankan dihadapan Panitia Penguji Skripsi
Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana sains (S.Si) Jurusan
Ilmu Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia
Yogyakarta

Tanggal : 28 April 2011

Dewan Penguji

1. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D
2. Tatang Shabur Julianto, S.Si., M.Si.
3. Dr. Noor Fitri, S.Si., M.Si
4. Dwiwarso Rubiyanto, S.Si., M.Si.

Tanda Tangan



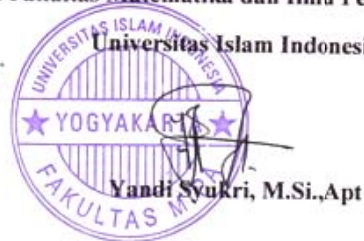
Mengetahui

Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Islam Indonesia

*Mengetahui
Ketua Program Studi
Kimia*

Riyanto, Ph.D.



Yandi Syukri, M.Si., Apt

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum wr, wb

Alhamdulillah, puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT, Tuhan Yang Maha Esa, Pencipta alam semesta beserta isinya, tempat berlindung bagi umat-Nya, yang telah melimpahkan rahmat, taufiq dan hidayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan Tugas Akhir ini dengan baik. Dan Shalawat serta Salam penulis limpahkan kepada junjungan Nabi Besar Muhammad SAW beserta keluarga dan para pengikutnya sampai akhir zaman.

Alhamdulillahirobbil'alamin atas limpahan rahmat dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penyusunan tugas akhir dengan judul:

PERBANDINGAN X-RAY FLUORESCENCE (XRF) DAN INDUCTIVELY COUPLED PLASMA-OPTICAL EMISSION SPECTROPHOTOMETER (ICP-OES) UNTUK ANALISIS NIKEL DAN BESI DALAM SAMPEL CONVERTER SLAG PADA INDUSTRI PERTAMBANGAN NIKEL

Penyusunan tugas akhir ini dapat terselesaikan berkat dorongan dan motivasi, bantuan, bimbingan dan arahan, serta adanya kerjasama dari berbagai pihak. Untuk itu perkenankanlah penulis menghaturkan banyak terimakasih yang sedalam-dalamnya kepada:

1. Bapak Yandi Syukri, M.Si., Apt selaku Dekan Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia, Yogyakarta.

2. Bapak Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D selaku Ketua Jurusan Ilmu Kimia FMIPA UII dan sebagai Dosen penguji, terimakasih atas semua dukungan dan bimbingannya.
3. Ibu Dr. Noor Fitri, S.Si., M.Si., selaku Dosen Pembimbing I yang telah memberikan bimbingan dan arahan selama proses penelitian dan penulisan Tugas Akhir.
4. Bapak Dwiarto Rubiyanto, S.Si., M.Si. selaku dosen pembimbing II yang telah memberikan koreksi dan saran-sarannya pada proses penulisan Tugas Akhir.
5. Bapak Tatang Shabur Julianto, S.Si., M.Si. selaku Dosen penguji, terimakasih saran dan kritiknya.
6. Seluruh staf pengajar dan karyawan di lingkungan FMIPA Universitas Islam Indonesia, Yogyakarta.
7. PT INCO Sorowako, yang telah memberikan kesempatan dan pengalaman yang berharga di dunia kerja.
8. Keluarga besar, mami Aisyah, papi Rasyid, mama Endang, suami tercinta dan anakku sayang atas dukungan dan doa yang diberikan.
9. Dan semua pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu yang telah memberikan dukungan dan bantuan selama penyusunan tugas akhir

Penulis menyadari bahwa Tugas Akhir ini masih jauh dari sempurna, oleh karena itu penulis mengharapkan kritik dan saran yang bisa menjadikan tugas akhir ini menjadi lebih baik. Akhir kata semoga laporan tugas akhir ini dapat bermanfaat

bagi para pembaca yang berkaitan dengan keilmuan maupun dapat menjadi studi literatur bagi penelitian yang berhubungan.

Wassalamu'alaikum Wr, Wb

Yogyakarta, 28 April 2011

Penulis

Rafitriany Rasyid



PERBANDINGAN X-RAY FLUORESCENCE (XRF) DAN INDUCTIVELY COUPLED PLASMA-OPTICAL EMISSION SPECTROPHOTOMETER (ICP-OES) UNTUK ANALISIS NIKEL DAN BESI DALAM SAMPEL CONVERTER SLAG PADA INDUSTRI PERTAMBANGAN NIKEL

RAFITRIANY RASYID

NIM : 02612062

INTISARI

Telah dilakukan penelitian mengenai perbandingan alat *X-Ray Fluorescence* dan *Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrophotometer* untuk analisis nikel dan besi dalam sampel *converter slag*.

Analisa Ni dan Fe dalam sampel *converter slag* dilakukan dalam beberapa tahap dimulai dari proses preparasi sampel mentah, proses penganalisaan dalam bentuk basah dengan metode peleburan sampel dengan Na_2O_2 memakai instrumen *fluxer*, terakhir analisis Nikel dan Besi menggunakan *Inductively Coupled Plasma* (ICP). Penelitian ini dilakukan dengan penimbangan sampel sebanyak 0.25 gram ke dalam cawan kemudian ditambahkan 0.5 gram Na_2O_2 , dicampur merata lalu didestruksi sampai sempurna dan dianalisis dengan ICP.

Berdasarkan hasil penelitian dan uji T-2 sampel menunjukkan tidak ada perbedaan yang signifikan pada analisis nikel dengan XRF maupun ICP-OES, namun ada perbedaan untuk analisis besi (Fe). Kadar nikel dalam sampel *Converter Slag* cukup tinggi sehingga masih layak diproses kembali untuk memperoleh nikel.

Kata kunci : *Converter Slag*, Peleburan dengan Na_2O_2 , *Fluxer*, *Inductively Coupled Plasma* (ICP)

COMPARISON OF X-RAY FLUORESCENCE (XRF) DAN INDUCTIVELY COUPLED PLASMA-OPTICAL EMISSION SPECTROPHOTOMETER (ICP-OES) FOR NIKEL DAN IRON ANALYSIS IN CONVERTER SLAG SAMPLE AT NICKEL MINING INDUSTRY

RAFITRIANY RASYID

NIM : 02612062

ABSTRACT

An investigation on the comparison of X-Ray Fluorescence and Inductively Coupled Plasma optical Emission Spectrophotometer for Ni and Fe analysis in converter slag sample had been conducted. Analysis of Ni and Fe in converter slag sample had been done in 3 steps, first raw sample preparation process, destruction sample using Na_2O_2 , and the last analysis using inductively coupled plasma (ICP) and X-Ray Fluorescence. The result and T-2 sample test shown that there was no different significant using both methods for nickel analysis, however contrary for Fe analysis. Nickel content in converter slag sample was high enough for the next recycle process.

Keywords: Converter Slag, Fusion method with Na_2O_2 , Fluxer, Inductively Coupled Plasma (ICP)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
KATA PENGANTAR	iii
INTISARI	vi
ABSTRAC	vii
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
HALAMAN PERSEMBAHAN	xiv
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar belakang	1
1.2 Rumusan masalah	3
1.3 Tujuan masalah	3
1.4 Manfaat penelitian	3

BAB II TINJAUAN PUSTAKA	4
BAB III DASAR TEORI	7
3.1 Nikel	7
3.2 Besi	12
3.3 Proses-proses pengolahan nikel	13
3.4 Uji T-2 sampel Independen	17
3.5 X-Ray spectrophotometer	18
3.6 ICP OES	22
3.6.1 Prosedur kerja alat instrumen <i>Inductively Coupled Plasma</i> (ICP)	27
3.6.2 Performance Test	29
3.7 Analisa yang dilaksanakan	31
3.8 Metode peleburan sampel (metode Na_2O_2)	32
3.9 Proses pengambilan dan penyiapan sampel	33
3.10 Hipotesis penelitian	36
BAB IV METODOLOGI PENELITIAN	37
4.1 Alat dan bahan	37
4.2 Cara kerja	37

4.2.1	proses penyiapan sampel	37
4.2.2	Preparasi sampel ICP-OES	38
4.2.3	pengkondisian ICP	38
4.2.4	Uji T-2 sampel independen	39
BAB V HASIL DAN PEMBAHASAN		40
BAB VI KESIMPULAN DAN SARAN		45
6.1	Kesimpulan	45
6.2	Saran	45
DAFTAR PUSTAKA		46
LAMPIRAN		48



DAFTAR TABEL

Tabel 1.	Kondisi Instrumen ICP OES	30
Tabel 2.	Limit Deteksi	32
Tabel 3.	Hasil Analisis Kadar Nikel Menggunakan Alat ICP dan X-Ray	41
Tabel 4.	Uji T pada sampel nikel	42
Tabel 5.	Uji T pada sampel besi (Fe)	43



DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Diagram sederhana proses penambangan	13
Gambar 2. Diagram alir proses pengeringan pada <i>Dryer</i>	14
Gambar 3. Diagram alir proses reduksi pada tanur reduksi	15
Gambar 4. Diagram alir proses peleburan pada dapur listrik	15
Gambar 5. Diagram alir proses pemurnian pada <i>Converter</i>	16
Gambar 6. Diagram alir proses penanganan produk	17
Gambar 7. Prinsip analisis sinar x	20
Gambar 8. Skema cara kerja alat XRF	21
Gambar 9. <i>Inductively coupled plasma</i>	25
Gambar 10. <i>Fluxer</i>	34
Gambar 11. Peremukan sampel	35
Gambar 12. <i>Vibrator screen</i>	36
Gambar 13. <i>Blender</i> dan <i>molen</i>	36

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. T Tabel

Lampiran 2. Contoh batuan mineral Nikel dan Besi

Lampiran 3. Langkah-langkah pengolahan data menggunakan PASW SPSS 18

Lampiran 4. Cara pengoperasian XRF

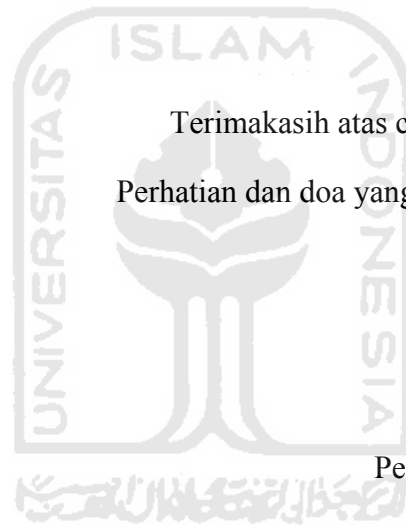
Lampiran 5. Cara pengoperasian ICP

Lampiran 6. Spektra ICP OES



HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah ya Allah
atas karunia dan kesempatan
menyelesaikan apa yang telah dimulai
demi masa depan.
Amin Amin Amin



Terimakasih atas cinta, sayang, pengorbanan
Perhatian dan doa yang dipanjatkan demi ananda

Mami Aisyah Rasyid

Papi Abdul Rasyid Umar

Mama Endang Mawarsih

Pelita - Pelitaku dalam dunia

Terimakasih atas cinta dan kasih
Suamiku tercinta ... Riliawan Ardika
Anakku tersayang ... Ratriluna
Pemicu semangat dan harapan

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Nikel termasuk logam transisi berwarna keperakan atau berupa serbuk logam hitam yang feromagnetik. Pertama kali dimurnikan oleh Crousted pada 1751. Nikel sering digunakan untuk membuat cawan atau elektroda – elektroda yang dapat dipakai media basa. Juga sebagai konduktor, sebagai katalis pada hidrogenasi alkena seperti misalnya dalam pembuatan margarin lewat pembekuan minyak dan dalam logam paduan untuk membuat uang logam receh (Umar, 2003).

Di alam, nikel ditemui dalam dua bentuk yaitu bentuk endapan nikel sulfida dan nikel laterit. Endapan nikel sulfida terbentuk pada lapisan dalam bumi, sedangkan nikel laterit biasa dijumpai pada lapisan luar. Bijih nikel sulfida merupakan endapan yang terjadi sebagai mineral kompleks, dan di dalamnya antara lain terkandung tembaga, perak serta cobalt. Nikel sulfida memiliki kandungan nikel lebih tinggi dari nikel laterit. Endapan nikel yang ada di sorowako adalah endapan nikel laterit.

Cara penambangan dari kedua bentuk nikel ini berbeda. Proses penambangan pada nikel sulfida dengan cara penambangan dalam (*under ground mining*) sedangkan nikel laterit yang dilakukan oleh PT INCO menggunakan metode tambang terbuka (*open pit mining*). Bijih nikel laterit hasil dari pertambangan dikirim ke pabrik pengolahan untuk meningkatkan kadar nikel dari 1,8% menjadi 78% dalam bentuk *nikel matte* (nikel dengan kadar minimum 78%).

Berbagai metode dan cara yang dilakukan dalam rangka memenuhi berbagai kriteria, yaitu pengujian kualitas dan kadar komponen – komponen yang terdapat dalam material yang menjadi bahan olahan, limbah (pabrik dan lingkungan) dan produk akhir. Kesemuanya dilakukan secara rutin, terprogram, tertelusur dan terkendali demi memproduksi nikel dengan kadar 78-80 %. Hasil yang dicapai ini adalah angka yang telah mendapat pengakuan dari badan independen yakni ISO 17025.

Salah satu dari pengujian kualitas dari nikel tersebut adalah Uji Banding Antar Alat pada Sampel *Converter Slag*. Uji banding antar alat adalah suatu proses pengujian dan atau kalibrasi terhadap suatu sampel sejenis yang dilakukan dua atau lebih alat yang memiliki metoda baku dan personil yang cakap. Selanjutnya hasil analisisnya dapat digunakan untuk dibandingkan dan diperoleh kesimpulan yang diyakini kebenaran dan ketepatannya. Sedangkan sampel *Converter Slag* ialah sampel yang diambil dari hasil buangan (fase terak) dari proses pemurnian pada *converter* yang kemudian dianalisa kembali kandungan % nikel nya apakah masih ekonomis untuk kemudian dilebur kembali bersama *furnace matte* di dalam *converter* untuk meningkatkan kadar nikel sesuai standar yang dibutuhkan.

Perlunya dilakukan validasi terhadap metode yang sudah dilakukan selama ini juga merupakan salah satu kegiatan rutin yang harus dilakukan demi memenuhi kriteria - kriteria di atas. Sehari-hari dalam menganalisa sampel converter slag digunakan alat *x-ray fluorescence* (XRF) , yang kemudian dalam periode sebulan sekali kemudian alat tersebut dikalibrasi menggunakan alat *Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrophotometer* (ICP-OES).

1.2 Rumusan masalah

Berdasarkan latar belakang tersebut, maka permasalahan yang timbul dalam penelitian ini adalah:

1. Apakah hasil analisis sampel *converter slag* dengan XRF sama dengan hasil analisis menggunakan *ICP-OES*?
2. Apakah metode analisis sampel rutin dengan XRF tepat dalam penggunaannya untuk analisis rutin Nikel dan besi dalam *Converter Slag*?

1.3 Tujuan penelitian

Berdasarkan rumusan masalah diatas, maka penelitian ini bertujuan untuk:

1. Uji banding hasil analisis nikel dalam sampel dengan XRF menggunakan *ICP-OES*
2. Menguji lebih lanjut metode analisis yang tepat dalam analisis rutin nikel dan besi pada sampel *Converter Slag*

1.4 Manfaat penelitian

Dari penelitian ini dapat dibuat rekomendasi penggunaan X-Ray untuk analisis rutin sampel *Converter Slag*.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

PT International Nickel Indonesia (PT. INCO) merupakan salah satu perusahaan tambang terbesar di Indonesia yang melakukan penambangan laterit nikel secara terbuka (*open pit mining*) dan melakukan pengolahan bijih nikel menjadi nickel matte (87% Ni). Rangkaian operasional yang dilakukan PT. INCO adalah melakukan pertambangan kandungan mineral (bijih laterit nikel), lalu melebur dan mengolah material tersebut menjadi nikel dan kemudian memasarkannya ke luar negeri (PT.INCO, 1997).

Saat ini perusahaan secara teratur mengeksport produksinya yang disebut *nickel matte* (nikel setengah jadi yang berkadar 78%) ke Jepang dimana nikel tersebut dimurnikan dan digunakan bagi pembuatan baja nirkarat dan produk-produk yang mengandung nikel lainnya.

Nikel merupakan logam multi guna yang sangat penting di dunia dan dimanfaatkan dalam pembuatan ratusan jenis produk, mulai dari tempat cuci piring sampai ke mesin-mesin pesawat jet yang berteknologi tinggi. Penemuan nikel di Indonesia khususnya di Sulawesi, dimulai pada awal abad 20. Namun besarnya cadangan nikel tersebut belum diketahui sampai tahun 1966, ketika pemerintah Indonesia memutuskan pelaksanaan survey geologis secara besar-besaran dan menyeluruh terhadap kekayaan sumber daya mineral ini.

Keserbagunaan dan kombinasi sifat-sifat yang khas dari nikel membuatnya ada di mana-mana dalam kehidupan sehari-hari. Selain keras, nikel sekaligus juga dapat ditempa, tahan karat dan tetap mempertahankan ciri mekanis dan fisiknya walaupun ditempatkan pada suhu yang sangat tinggi.

Logam putih keabu-abuan ini, yang dihasilkan dari produk matte PT Inco, dikenal sebagai nikel “primer” karena diperoleh dari bijih nikel. Baja nirkarat dewasa ini menguasai kira-kira dua pertiga dari konsumsi nikel primer Dunia Barat, naik kira-kira 50 persen dari satu dekade sebelumnya. Kurang lebih 76 persen produksi baja nirkarat Dunia Barat dalam tahun-tahun belakangan ini terdiri dari austenitic atau jenis yang mengandung nikel. Rata-rata, baja nir karat austenitic mengandung kurang lebih delapan sampai sepuluh persen nikel.

Analisis rutin nikel pada sampel converter slag di PT.Inco digunakan alat XRF. XRF adalah alat yang digunakan untuk analisis rutin, analisis kimia yang relatif non-destruktif dari batuan, mineral, sedimen dan cairan. Sinar x bekerja pada spektroskopi dispersif prinsip-panjang gelombang yang mirip ke microprobe elektron ([EPMA](#)). Namun, XRF tidak bisa secara umum membuat analisa di ukuran spot kecil khas kerja EPMA (2-5 mikron), sehingga biasanya digunakan untuk analisis curah dari fraksi besar bahan geologi. Relatif mudah dan biaya rendah, stabilitas dan kemudahan penggunaan XRF membuat hal ini salah satu metode yang paling banyak digunakan untuk analisis utama dan elemen dalam batuan, mineral, dan sedimen (Fitton, G., 1997).

Metode XRF tergantung pada prinsip-prinsip fundamental yang umum untuk beberapa metode penting lainnya yang melibatkan [interaksi antara berkas elektron dan x-ray](#) dengan sampel, termasuk: X-ray spektroskopi (misalnya, [SEM](#) - [EDS](#)), difraksi sinar X ([XRD](#)), dan panjang gelombang dispersif spektroskopi (microprobe [WDS](#)).

Dalam kebanyakan kasus untuk batuan, bijih, sedimen dan mineral, sampel tanah diolah untuk menjadi bubuk halus. Pada titik ini dapat dianalisa secara langsung, terutama dalam hal analisis trace elemen. Analisis unsur-unsur utama dan jejak bahan geologi oleh fluoresensi x-ray ini dimungkinkan oleh perilaku atom ketika mereka berinteraksi dengan radiasi. Ketika bahan terkena energi tinggi, radiasi gelombang pendek (misalnya, X-ray), mereka menjadi terionisasi. Jika energi radiasi cukup untuk mengeluarkan sebuah elektron, atom menjadi tidak stabil dan sebuah elektron terluar menggantikan elektron dalam yang

hilang. Ketika ini terjadi, energi dilepaskan karena energi yang mengikat penurunan orbital elektron dalam dibandingkan dengan yang luar. Radiasi yang dipancarkan adalah energi lebih rendah dari insiden utama XRF dan disebut radiasi neon (Potts, PJ, 1987).

Sebagai alat analisis yang digunakan rutin, XRF kemudian divalidasi menggunakan icp oes, Induktif ditambah plasma spektroskopi emisi atom (ICP-AES), juga disebut optik plasma induktif spektrometri emisi digabungkan sebagai (ICP-OES), adalah teknik analisis yang digunakan untuk mendeteksi jejak logam. Ini adalah jenis spektroskopi emisi yang menggunakan coupled plasma induktif untuk menghasilkan atom dan ion yang memancarkan radiasi elektromagnetik pada panjang gelombang karakteristik elemen tertentu.

Teknik ICP merupakan metode pendeteksian unsur yang sangat handal dan serbaguna untuk penentuan unsur (ultra) runtu, dimana hal ini disebabkan ICP mempunyai banyak keunggulan dibandingkan metode pendeteksian selektif unsur lain seperti AAS, AES dan AFS. Keunggulan tersebut antara lain : batas deteksi yang sangat rendah dengan sensitifitas tinggi, range konsentrasi analit yang dapat diukur cukup luas yaitu orde ppm hingga ppt, kemampuan analisis multi unsur, spektranya sederhana dan dapat digunakan untuk analisis isotop.

Dengan spektroskopi emisi optik ini dapat digunakan untuk menentukan komposisi dari suatu sampel padat, seperti baja, kayu, cat dan sampel cair seperti minyak dan susu serta gas seperti udara atau gas buangan kendaraan. Dapat pula menentukan kadar dari suatu materi, dapat memonitor keadaan lingkungan dan memperbaiki proses produksi dan barang hasil produksi seperti daya tahan pada korosi, kekuatan waktu pakai dan rupa/penampilan. Selain itu dapat pula berfungsi untuk memonitor endapan pada lapisan/permukaan alat yang digunakan pada industri semikonduktor dan endapan pada permukaan alat-alat berat.

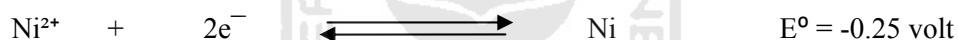
BAB III

DASAR TEORI

3.1 Nikel

Nikel termasuk logam transisi berwarna keperakan atau berupa serbuk logam hitam yang piroforik, feromagnetik, larut dalam HNO₃ encer. Pertama kali dimurnikan oleh Crousted pada 1751. Terdapat alamiah di alam sebagai sulfida dan silikat (FeS.NiS). Nomor atom 28, nomor massa 58,69, bilangan oksidasi Ni yang umum dalam larutan berair adalah +2, sedangkan +3 dan +4 hanya didapati dalam beberapa senyawa.

Potensial elektrodanya:



Ini menunjukkan bahwa Ni hanya sedikit lebih lemah sebagai reduktan daripada kobalt. Ni cukup resisten terhadap korosi sebab diselimuti suatu lapisan oksida protektif yang tipis. Ni juga stabil dalam suasana basa. Struktur logamnya kubus berpusat muka (fcc) dan dalam larutan berair Ni (II) berwarna hijau. Seperti halnya Besi (II) dan Co (III), Ni (II) dapat membentuk banyak ion kompleks. Ni(OH)₂ pun sangat sukar larut dan tidak mempunyai sifat amphoter.

Ni dapat diekstraksi dengan Proses Mond, yang meliputi reduksi nikel oksida dengan menggunakan CO disusul pembentukan dan kemudian peruraian nikel karbonil yang volatil. Ni sering digunakan untuk membuat cawan atau elektroda-elektroda yang dapat dipakai dengan media basa.juga sebagai konduktor, sebagai katalis pada hidrogenasi alkena seperti misalnya dalam pembuatan margarine lewat pembekuan minyak dan dalam logam

paduan untuk membuat uang logam receh. Paduan logam 60% Ni dan 40% Cu tahan korosi, sedangkan paduan 60% Ni, 25% Fe dan 15% Cr tahan asam.

Batuan induk bijih nikel adalah batuan peridotit. Menurut Vinogradov, 2011, batuan ultra basa rata-rata mempunyai kandungan nikel sebesar 0,2 %. Unsur nikel tersebut terdapat dalam kisi-kisi kristal mineral olivin dan piroksin, sebagai hasil substitusi terhadap atom Fe dan Mg. Proses terjadinya substitusi antara Ni, Fe dan Mg dapat diterangkan karena radius ion dan muatan ion yang hampir bersamaan diantara unsur-unsur tersebut. Proses serpentinisasi yang terjadi pada batuan peridotit akibat pengaruh larutan hydrothermal, akan merubah batuan peridotit menjadi batuan serpentinit atau batuan serpentinit peridotit. Sedangkan proses kimia dan fisika dari udara, air serta pergantian panas dingin yang bekerja kontinu, menyebabkan disintegrasi dan dekomposisi pada batuan induk.

Pada pelapukan kimia khususnya, air tanah yang kaya akan CO₂ berasal dari udara dan pembusukan tumbuh-tumbuhan menguraikan mineral-mineral yang tidak stabil (olivin dan piroksin) pada batuan ultra basa, menghasilkan Mg, Fe, Ni yang larut; Si cenderung membentuk koloid dari partikel-partikel silika yang sangat halus. Didalam larutan, Fe teroksidasi dan mengendap sebagai ferri-hidroksida, akhirnya membentuk mineral-mineral seperti goethit, limonit, dan haematit dekat permukaan. Bersama mineral-mineral ini selalu ikut serta unsur cobalt dalam jumlah kecil.

Larutan yang mengandung Mg, Ni, dan Si terus menerus ke bawah selama larutannya bersifat asam, hingga pada suatu kondisi dimana suasana cukup netral akibat adanya kontak dengan tanah dan batuan, maka ada kecenderungan untuk membentuk endapan hydrosilikat. Nikel yang terkandung dalam rantai silikat atau hidrosilikat dengan komposisi yang mungkin bervariasi tersebut akan mengendap pada celah-celah atau rekahan-rekahan yang dikenal dengan urat-urat garnierit dan krisopras. Sedangkan larutan residunya akan membentuk suatu senyawa yang disebut saprolit yang berwarna coklat kuning

kemerahan. Unsur-unsur lainnya seperti Ca dan Mg yang terlarut sebagai bikarbonat akan terbawa kebawah sampai batas pelapukan dan akan diendapkan sebagai dolomit, magnesit yang biasa mengisi celah-celah atau rekahan-rekahan pada batuan induk. Dilapangan urat-urat ini dikenal sebagai batas petunjuk antara zona pelapukan dengan zona batuan segar yang disebut dengan akar pelapukan (*root of weathering*).

Faktor-faktor yang mempengaruhi pembentukan bijih nikel laterit ini adalah:

1. Batuan asal. Adanya batuan asal merupakan syarat utama untuk terbentuknya endapan nikel laterit, macam batuan asalnya adalah batuan ultra basa. Dalam hal ini pada batuan ultra basa tersebut: – terdapat elemen Ni yang paling banyak diantara batuan lainnya – mempunyai mineral-mineral yang paling mudah lapuk atau tidak stabil, seperti olivin dan piroksin – mempunyai komponen-komponen yang mudah larut dan memberikan lingkungan pengendapan yang baik untuk nikel.
2. Iklim. Adanya pergantian musim kemarau dan musim penghujan dimana terjadi kenaikan dan penurunan permukaan air tanah juga dapat menyebabkan terjadinya proses pemisahan dan akumulasi unsur-unsur. Perbedaan temperatur yang cukup besar akan membantu terjadinya pelapukan mekanis, dimana akan terjadi rekahan-rekahan dalam batuan yang akan mempermudah proses atau reaksi kimia pada batuan.
3. Reagen-reagen kimia dan vegetasi. Yang dimaksud dengan reagen-reagen kimia adalah unsur-unsur dan senyawa-senyawa yang membantu mempercepat proses pelapukan. Air tanah yang mengandung CO_2 memegang peranan penting didalam proses pelapukan kimia. Asam-asam humus menyebabkan dekomposisi batuan dan dapat merubah pH larutan. Asam-asam humus ini erat kaitannya dengan vegetasi daerah. Dalam hal ini, vegetasi akan mengakibatkan: penetrasi air dapat lebih dalam dan lebih mudah dengan mengikuti jalur akar pohon-pohonan, akumulasi air hujan

akan lebih banyak, humus akan lebih tebal. Keadaan ini merupakan suatu petunjuk, dimana hutannya lebat pada lingkungan yang baik akan terdapat endapan nikel yang lebih tebal dengan kadar yang lebih tinggi. Selain itu, vegetasi dapat berfungsi untuk menjaga hasil pelapukan terhadap erosi mekanis.

4. Struktur. Struktur yang sangat dominan yang terdapat di daerah Polamaa ini adalah struktur kekar (*joint*) dibandingkan terhadap struktur patahannya. Seperti diketahui, batuan beku mempunyai porositas dan permeabilitas yang kecil sekali sehingga penetrasi air sangat sulit, maka dengan adanya rekahan-rekahan tersebut akan lebih memudahkan masuknya air dan berarti proses pelapukan akan lebih intensif.
5. Topografi. Keadaan topografi setempat akan sangat mempengaruhi sirkulasi air beserta reagen-reagen lain. Untuk daerah yang landai, maka air akan bergerak perlahan-lahan sehingga akan mempunyai kesempatan untuk mengadakan penetrasi lebih dalam melalui rekahan-rekahan atau pori-pori batuan. Akumulasi endapan umumnya terdapat pada daerah-daerah yang landai sampai kemiringan sedang, hal ini menerangkan bahwa ketebalan pelapukan mengikuti bentuk topografi. Pada daerah yang curam, secara teoritis, jumlah air yang meluncur (*run off*) lebih banyak daripada air yang meresap ini dapat menyebabkan pelapukan kurang intensif.
6. Waktu. Waktu yang cukup lama akan mengakibatkan pelapukan yang cukup intensif karena akumulasi unsur nikel cukup tinggi.

Profil nikel laterit keseluruhan terdiri dari 4 zona gradasi sebagai berikut:

1. *Iron Capping*: merah tua, merupakan kumpulan massa *goethite* dan *limonite*. *Iron capping* mempunyai kadar besi yang tinggi tapi kadar nikel yang rendah. Terkadang terdapat mineral-mineral *hematite*, *chromiferous*.
2. *Limonite Layer*: *fine grained*, merah coklat atau kuning, lapisan kaya besi dari limonit soil menyelimuti seluruh area. Lapisan ini tipis pada daerah yang terjal, dan

sempat hilang karena erosi. Sebagian dari nikel pada zona ini hadir di dalam mineral *manganese oxide*, *lithiophorite*. Terkadang terdapat mineral *talc*, *tremolite*, *chromiferous*, *quartz*, *gibbsite*, *maghemite*.

3. Silika Boxwork: putih – *orange chert*, *quartz*, mengisi sepanjang *fractured* dan sebagian menggantikan zona terluar dari unserpentine fragmen peridotite, sebagian mengawetkan struktur dan tekstur dari batuan asal. Terkadang terdapat mineral opal, magnesite. Akumulasi dari *garnierite-pimelite* di dalam boxwork mungkin berasal dari nikel ore yang kaya silika. Zona boxwork jarang terdapat pada *bedrock* yang *serpentinized*.
4. Saprolite : campuran dari sisa-sisa batuan, butiran halus limonite, saprolitic rims, vein dari endapan *garnierite*, *nickeliferous quartz*, mangan dan pada beberapa kasus terdapat *silika boxwork*, bentukan dari suatu zona transisi dari limonite ke *bedrock*. Terkadang terdapat mineral quartz yang mengisi rekahan, mineral-mineral primer yang terlapukkan, chlorite. Garnierite di lapangan biasanya diidentifikasi sebagai *koloidal talc* dengan lebih atau kurang *nickeliferous serpentin*. Struktur dan tekstur batuan asal masih terlihat.
5. *Bedrock* : bagian terbawah dari profil laterit. Tersusun atas bongkah yang lebih besar dari 75 cm dan blok peridotit (batuan dasar) dan secara umum sudah tidak mengandung mineral ekonomis (kadar logam sudah mendekati atau sama dengan batuan dasar). Zona ini terfrakturisasi kuat, kadang membuka, terisi oleh *mineral garnierite* dan silika. Frakturisasi ini diperkirakan menjadi penyebab adanya root zone yaitu zona *high grade* Ni, akan tetapi posisinya tersembunyi.

3.2 Besi (Fe)

Besi yang murni adalah logam berwarna putih perak, yang kukuh dan liat. Ia melebur pada 1535°C, dengan nomor atom 26, nomor massa 55,847. Jarang terdapat besi

komersil yang murni, biasanya besi mengandung sejumlah kecil karbida, silisida, fosfida dan sulfida dari besi, serta sedikit grafit. Zat-zat pencemar ini memainkan peranan penting dalam kekuatan struktur besi. Asam chlorida encer atau pekat dan asam sulfat encer dapat melarutkan besi, yang mana dihasilkan garam-garam besi (II) dan gas Hidrogen.

Garam-garam besi (II) diturunkan dari besi (II) oksida, FeO . Dalam larutan, garam-garam ini mengandung kation Fe^{+2} dan berwarna sedikit hijau. ion besi (II) dapat juga dioksidasikan menjadi besi (III), maka merupakan zat pereduksi yang kuat. Garam-garam besi (III) diturunkan dari oksida besi (III), Fe_2O_3 . Mereka lebih stabil daripada garam besi(II). Didalam larutan terdapat kation-kation Fe^{+3} yang berwarna kuning muda. Jika larutan mengandung klorida, warna menjadi semakin kuat. Zat-zat pereduksi mengubah ion besi (III) menjadi besi (II).

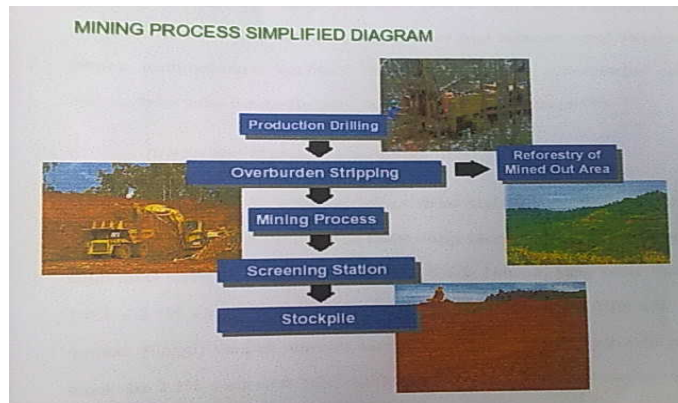
Besi murni cukup reaktif. Dalam udara lembab cepat teroksidasi memberikan besi (III) oksida hidrat (karat) yang tidak sanggup melindungi karena zat ini hancur dan membiarkan permukaan logam yang baru terbuka. Logam besi mudah larut dalam asam mineral. Dengan adanya udara atau bila digunakan HNO_3 pekat atau asam-asam yang mengandung dikromat membuat besi pasif.

3.3 Proses – proses pengolahan nikel dan besi

1. Proses Penambangan

Kegiatan penambangan Ni di PT INCO Sorowako dilakukan di bukit-bukit dengan ketinggian antara 500 meter dari permukaan laut sampai ketinggian 850 meter dari permukaan laut. Dimana cadangan mineral tambang dibagi dalam 2 tipe geologi yang berbeda yaitu blok timur (East blok) dan blok barat (West block). Kegiatan penambangan terdiri dari *Land clearing*, *Stripping*, *Ore mining* (penambangan bijih),

dan *Screening station*. Diagram sederhana proses penambangan ditunjukkan pada gambar 1.

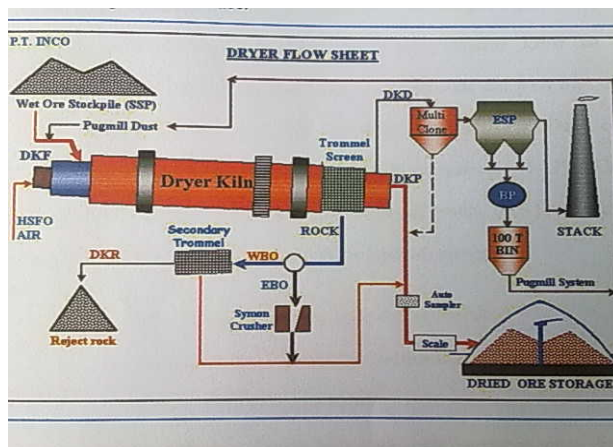


Gambar 1. Diagram sederhana proses penambangan

2. Proses Produksi

a. Pengeringan

Pengeringan bijih nikel dilakukan dalam suatu unit *Rotary Dryer*. Tujuan dari pengeringan ini adalah untuk menurunkan kadar air bijih yang semula berkisar 30-38% menjadi 20%. Hal ini dilakukan agar bijih tidak terlalu basah atau terlalu kering. Diagram alir proses pengeringan pada Dryer ditunjukkan pada gambar 2.

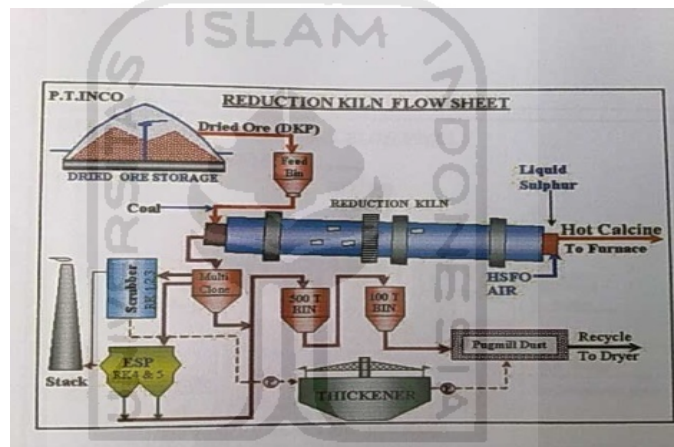


Gambar 2. Diagram alir proses pengeringan pada Dryer

Jika produk *dryer* terlalu kering, akan memunculkan debu yang mengakibatkan banyaknya nikel yang terbuang, juga mempersulit penanganannya. Bila terlalu basah, material akan cenderung melekat serta mempersulit penyaringan dan pengolahan selanjutnya.

b. Reduksi (Reduction)

Proses reduksi yang berlangsung pada *Reduction Kiln* ini bertujuan untuk mereduksi nikel dan besi oksida yang dikandung bijih. Diagram alir proses reduksi pada tanur reduksi ditunjukkan pada gambar 3.



Gambar 3. Diagram alir proses reduksi pada tanur reduksi

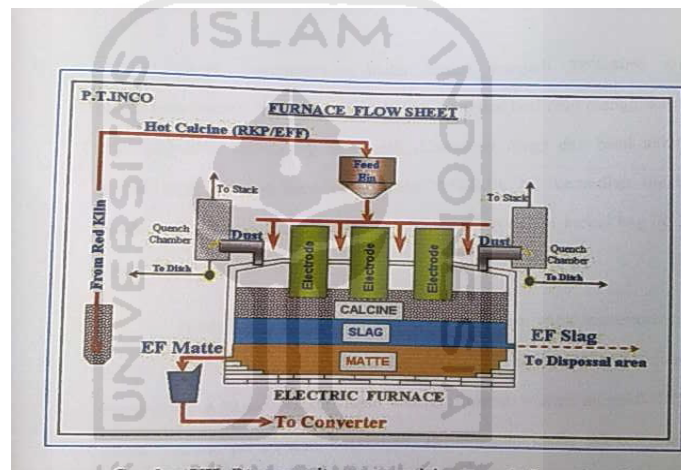
Secara garis besar, daerah dalam tanur pereduksi ini dibagi menjadi 3 zona, yaitu zona pengeringan, dimana pada zona ini dilakukan pengeringan lebih lanjut untuk menghilangkan air bebas yang terkandung dalam DKP (*dryer kiln product*). Temperatur bijih diharapkan mencapai 100% dan temperatur panas dalam zona ini adalah 400°C.

Zona yang kedua adalah zona kalsinasi, disini terjadi penghilangan kandungan air bebas yang terdapat dalam umpan sedangkan air kristal dapat dihilangkan dengan proses kalsinasi. Diharapkan kandungan air kristal yang boleh berada dalam produk kiln <1%. Zona ketiga ialah zona reduksi, inilah zona terpenting

dalam kiln, yang ditandai dengan terbentuknya logam bebas terpisah dari persenyawaan.

c. Peleburan

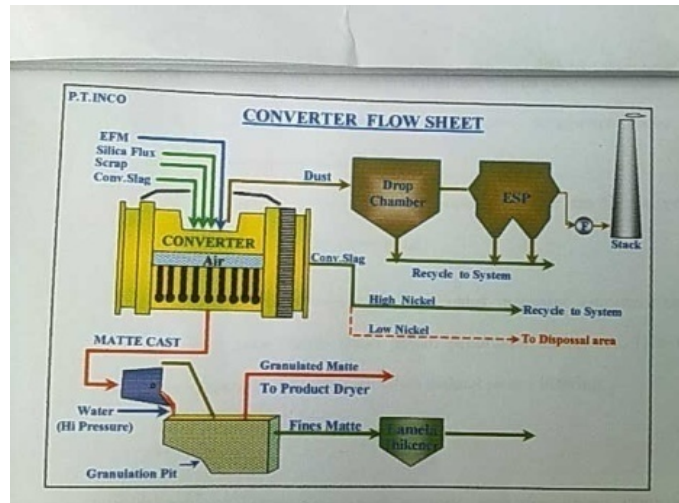
Proses yang berlangsung di dalam furnace ini adalah proses penghilangan air dan air kristal yang tersisa, proses reduksi lanjut dengan menggunakan karbon dalam batubara, peleburan kalsin menjadi fase nikel matte dan fase terak besi, pengeluaran fase terak (slag) yang terdapat pada lapisan atas, dan pengeluaran fase matte yang terletak pada lapisan bawah. Diagram alir proses peleburan pada dapur listrik ditunjukkan pada gambar 4.



Gambar 4. Diagram alir proses peleburan pada dapur listrik

d. Pemurnian

Electric Furnace Matte (EFM) yang dihasilkan oleh unit *furnace* masih mengandung besi sekitar 60%. Dalam unit converter ini, kadar nikel ditingkatkan dari sekitar 30 % menjadi 75% Dengan jalan mengurangi kandungan besi dalam matte. Hal ini dicapai dengan cara penambahan silika fluks yang dapat mengikat Fe yang terkandung dalam matte. Silika fluks yang digunakan mengandung 65% SiO_2 . Diagram alir proses pemurnian pada converter ditunjukkan pada gambar 5.



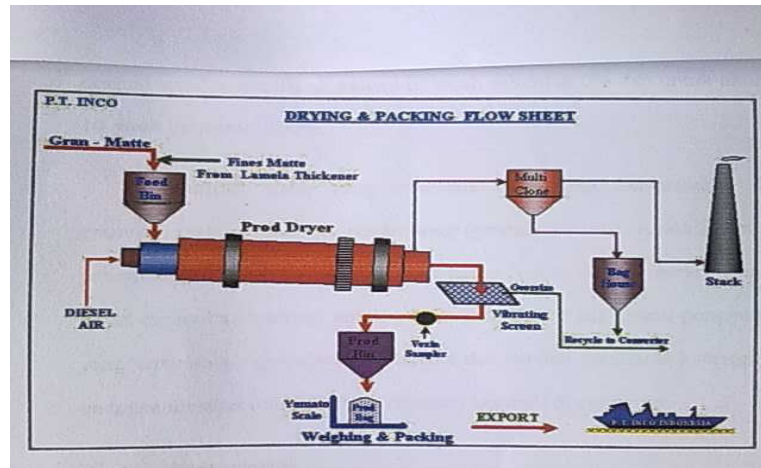
Gambar 5. Diagram alir proses pemurnian pada converter

e. Penanganan produk

Beberapa tahap operasi yang dilakukan sebelum produk tersebut dipasarkan ada 3 tahap, pertama ialah tahap granulasi. Proses granulasi dimaksudkan untuk menghasilkan produk berbentuk butiran yang berukuran tertentu, proses ini dilakukan dengan cara menuangkan matte cair pada semburan air bertekanan tinggi. Karena adanya penurunan temperatur yang cepat dan tekanan air yang besar maka matte cair akan berubah menjadi butiran-butiran halus.

Tahap kedua ialah pengeringan, matte yang berbentuk butiran diangkat oleh *clamp shell* dari bak penampung menuju hopper dan dalam keadaan basah dialirkan ke *dewatering conveyor* yang dilengkapi dengan pompa hisap (*vacuum pump*) sehingga kandungan air yang tertinggal pada butiran yang keluar dari *dewatering conveyor* sekitar 5%.

Tahap ketiga ialah pengepakan dan penimbangan. Butiran dari *rotary dryer* diangkat ke *vibrating screen* melalui *bucket*, *elevator screen* dilengkapi dengan kantong sampel yang digunakan untuk mengambil produk sebagai hasil analisa terakhir sebelum produk dipasarkan. Diagram alir proses penanganan produk ditunjukkan pada gambar 6.



Gambar 6. Diagram alir proses penanganan produk

3.4 Uji T 2-Sampel Independen

Uji T menilai apakah mean dan keragaman dari dua kelompok berbeda secara statistik satu sama lain. Analisis ini digunakan apabila kita ingin membandingkan mean dan keragaman dari dua kelompok data, dan cocok sebagai analisis dua kelompok rancangan percobaan acak.

Uji T-2 sampel independen (bebas) adalah metode yang digunakan untuk menguji kesamaan rata-rata dari 2 populasi yang bersifat independen, dimana peneliti tidak memiliki informasi mengenai ragam populasi. Independen maksudnya ialah bahwa populasi yang satu tidak dipengaruhi atau tidak berhubungan dengan populasi yang lain. Barangkali, kondisi dimana peneliti tidak memiliki informasi mengenai ragam populasi adalah kondisi yang paling sering dijumpai di kehidupan nyata. Oleh karena itu secara umum, uji T (baik yang 1 sampel, 2 sampel, independen maupun paired) adalah metode yang paling sering digunakan.

3.5 X-Ray Fluorescence spectrophotometer

X-Ray fluorescence (XRF) adalah metode analisis yang cepat, tidak merusak, dan ramah lingkungan dengan ketelitian dan kemampuan reproduksibel yang sangat tinggi. Semua unsur dalam sistem periodik dari berilium hingga uranium dapat diukur secara kualitatif, semikuantitatif, dan kuantitatif dalam bubuk, padatan dan cairan.

Konsentrasi hingga 100% dianalisa secara langsung dan tanpa pengenceran, dengan reproduksibilitas lebih baik $\pm 0.1\%$. jenis batasan deteksi dari 0.1 hingga 10 ppm. *Spectrometer X-Ray* yang paling modern dengan konsep pengubah sampel modular memberikan kecepatan, penanganan sampel yang fleksibel dan beradaptasi dengan proses otomatisasi tanpa ada masalah.

Hampir semua bahan padat atau cair dapat dianalisis, jika standar yang memadai tersedia. Untuk batuan dan mineral, instrumen komersial khas memerlukan sampel merupakan setidaknya beberapa gram bahan, meskipun sampel yang terkumpul mungkin jauh lebih besar. Untuk analisis kimia batuan XRF, sampel dikumpulkan yang beberapa kali lebih besar daripada ukuran butir terbesar atau partikel di batu.

Sampel awal kemudian mengalami serangkaian langkah-langkah peremukan untuk mengurangi besarnya batuan ke ukuran butir rata-rata beberapa milimeter sampai satu sentimeter, ketika dapat dikurangi dengan memisahkan untuk sampel yang representatif kecil dari beberapa puluhan hingga ratusan gram. Ini split sampel kecil kemudian ditumbuk menjadi bubuk halus dengan salah satu dari berbagai teknik untuk menciptakan sampel XRF.

Analisis unsur-unsur utama dan jejak bahan geologi oleh XRF ini dimungkinkan oleh perilaku atom ketika mereka berinteraksi dengan X-radiasi. Suatu spektrometer XRF bekerja karena jika sampel diterangi oleh sinar X-ray intens, yang dikenal sebagai

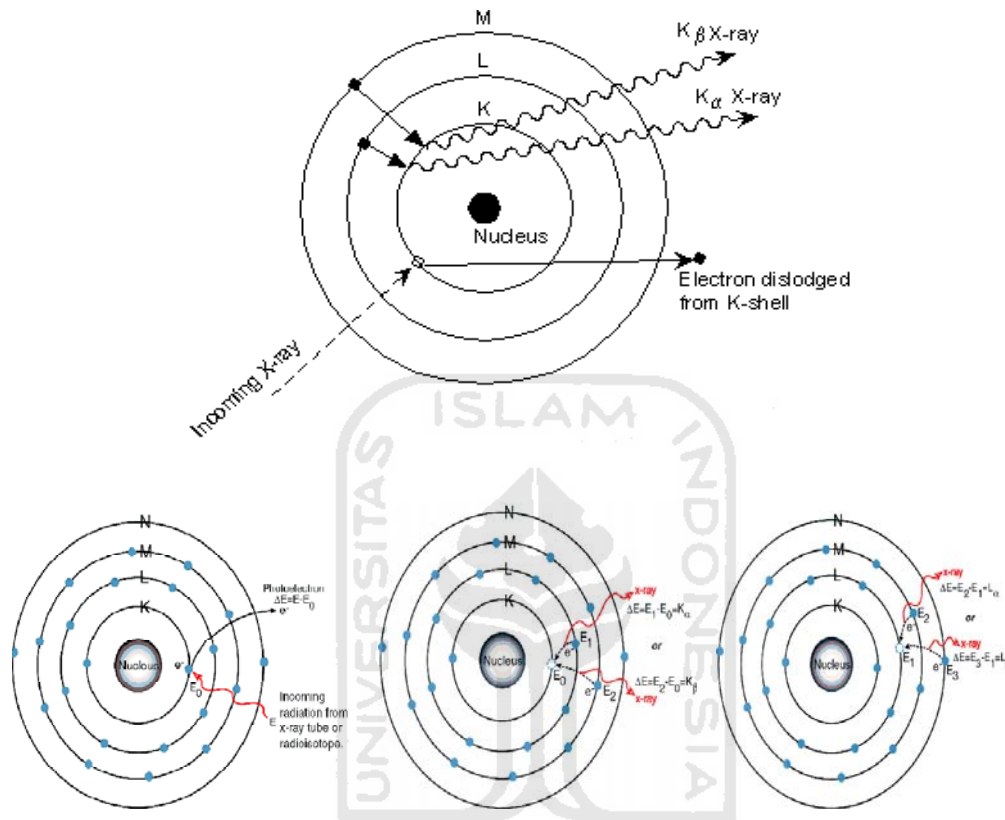
insiden balok, sebagian energi tersebar, namun beberapa juga diserap dalam sampel dengan cara yang tergantung pada kimia tersebut. Insiden X-ray beam biasanya dihasilkan dari target Rh, meskipun W, Mo, Cr dan lain-lain juga dapat digunakan, tergantung pada aplikasi.

X-Ray fluoresence dihasilkan oleh penyinaran materi dengan sinar X primer. Elektron dari kulit energi terdalam biasanya JK, L, dan M dari atom-atom dikosongkan dan diisi dengan elektron dari kulit energi terluar (energi lebih rendah), yaitu kulit atom dengan pancaran spektrum sinar X fluoresens tergantung pada energi ikatan inti atom dan elektron. Jadi intensitas sinar X fluoresens tergantung nomor atom.

Pengertian sinar X atau yang juga sering disebut sinar rotgen adalah salah satu bentuk dari radiasi elektromagnetik dengan panjang gelombang berkisar antara 10 nanometer ke 100 picometer (mirip dengan frekuensi dalam jangka 30 PHz to 60 EHz). Sinar-X umumnya digunakan dalam diagnosis gambar medikal dan Kristalografi sinar-X. Sinar-X adalah bentuk dari radiasi ion dan dapat berbahaya.

Sinar X dihasilkan apabila elektron bergerak pada kelajuan yang tinggi dan secara tiba-tiba berlaku perubahan dari segi kelajuan. Semua ini berlaku di dalam sebuah tabung x-ray. Di dalam sebuah tabung x-ray terdapat katod (-) yang merupakan sebuah filamen yang dipanaskan oleh tenaga elektrik. Pemanasan yang berlaku menyebabkan elektron dihasilkan dari filemen. Ini semua berlaku untuk persediaan elektron bagi di pecutkan untuk mendapatkan sinaran-X. Sinar-x yang dihasilkan dengan tenaga 20-40 keV mempunyai panjang gelombang 10^{-7} cm dan sinar ini dikatakan sinar-x lembut (soft-rays). Sinar-x yang dihasilkan dengan 40-125 keV mempunyai gelombang 10^{-8} cm. Sinar ini kerap digunakan untuk pemeriksaan x-ray diagnostik, manakala panjang gelombang

yang lebih pendek lagi yang dihasilkan dengan tenaga 200-1000 keV digunakan dalam rawatan radioterapi yang lebih dalam (*deep radiotherapy*). Sinar ini biasanya berukuran $< 10\text{-}8\text{cm}$ (*hard-rays*).



Gambar 7. Prinsip analisis X-Ray

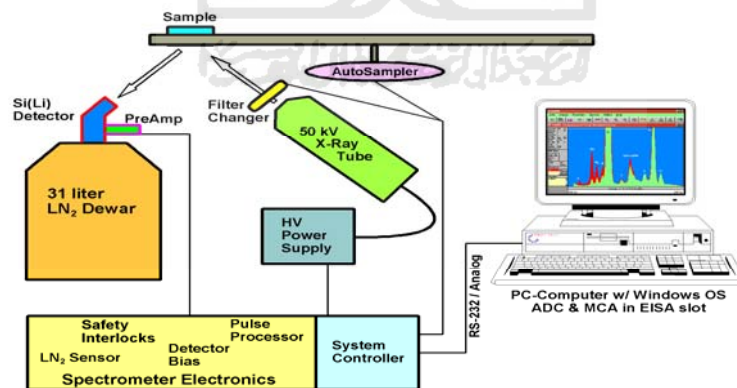
Prinsip Dari Alat XRF ialah interaksi antara berkas elektron dan sinar x dengan sampel dengan panjang gelombang. Prinsip kerjanya yaitu menembakkan radiasi foton elektromagnetik ke material yang diteliti, kemudian radiasi elektromagnetik yang dipancarkan akan berinteraksi dengan elektron yang berada di kulit K suatu unsur. Electron yang berada di kulit K akan memiliki energi kinetik yang cukup untuk melepaskan diri dari ikatan inti, sehingga elektron itu akan terpental keluar.

Sinar X yang khas dihasilkan bila sebuah elektron turun dari level energi tertinggi ke level energi terendah. Hal ini terjadi bila sebuah atom dieksitasi oleh sebuah elektron dalam

sebuah tabung X-ray. Sebagai contoh, pengusiran elektron dari kulit elektron K menghasilkan kekosongan dalam kulit itu. Kekosongan ini disebut kekosongan primer dan dapat diisi dengan sebuah elektron dari kulit L. Perbedaan energi antara kulit K dan L dipancarkan sebagai photon X-ray yang khas. Prinsip analisis X-Ray ditunjukkan pada gambar 7.

Metode X-ray fluoresens biasa digunakan baik untuk analisis kualitatif maupun kuantitatif. Peralatan yang tersedia secara komersil, secara umum berdasarkan dua tipe geometri. Tipe pertama menggunakan bidang kristal datar untuk membiaskan dan memantulkan sinar X fluoresens.

Sampel disinari dengan sinar X primer dari sebuah tabung X-ray dan sinar X fluoresens terkeksitasi yang dipantulkan pada permukaan kristal datar untuk mendispersi atau mendifraksi menjadi komponen-komponen panjang gelombang yang dipantulkan kembali oleh kollimator yang baik dan dideteksi dan diukur dengan komponen elektronik yang sesuai.



Gambar 8. Skema cara kerja alat

Kollimator, kristal dan detektor ditempatkan sehingga dapat berpindah pada sekeliling lingkaran untuk memilah-milah spektrum X-ray ketika mencapai persamaan Bragg:

$$N\lambda = 2d \sin \theta$$

Dimana λ = panjang gelombang sinar yang didifraksi pada sudut θ oleh diameter d kisi kristal, dan n adalah ordo difraksi.

Tipe kedua menggunakan bidang kristal cekung sebagai acuan diameter lingkaran yang terpusat dan dasarnya sebagai jari-jarinya. Sinar X fluoresens melalui sebuah celah yang ditempatkan pada lingkaran terpusat dan pada permukaan kristal cekung. Difraksi ini sesuai dengan persamaan Bragg dan panjang gelombang komponen dipusatkan melalui celah keluar pada lingkaran terpusat tersebut dan kemudian ke sistem pendeteksi.

Keterbatasan X-Ray Fluorescence spectrometer disebabkan oleh panjang gelombang dan absorpsi massa. Panjang gelombang sinar-X fluoresens unsur yang dibawah titanium dalam sistem periodik terlalu panjang untuk penetrasi tekanan udara. Tekanan hydrogen atau helium atau udara vakum dibutuhkan untuk sinar “unsur-unsur ringan” ini. Pengaruh interelement (antar unsur) disebabkan oleh absorpsi massa, misalnya absorpsi sinar-X primer maupun fluoresens oleh sampel. Matriks yang tetap, pelarutan sampel, koreksi matematis, mungkin dibutuhkan untuk mencegah, meminimalkan atau mengatasi pengaruh tersebut.

1. Aplikasi XRF

X-Ray fluoresensi digunakan dalam berbagai aplikasi, termasuk penelitian dalam petrologi batuan beku, sedimen, dan metamorf, survey tanah, pertambangan (misalnya, mengukur kadar bijih), semen produksi, keramik dan gelas manufaktur, metalurgi (misalnya, kontrol kualitas), lingkungan penelitian (misalnya, analisis masalah khusus

pada filter udara), industri minyak bumi (misalnya, kadar belerang minyak mentah dan produk minyak bumi), dan analisis lapangan dalam studi geologi dan lingkungan (menggunakan portabel, spektrometer XRF genggam).

X-Ray fluoresensi sangat cocok untuk penyelidikan yang melibatkan curah analisis kimia unsur utama (Si, Ti, Al, Fe, Mn, Mg, Ca, Na, K, P) dalam batuan dan sedimen, serta analisis kimia sebagian besar elemen (dalam kelimpahan > 1 ppm, Ba, Ce, Co, Cr, Cu, Ga, La, Nb, Ni, Rb, Sc, Sr, Rh, U, V, Y, Zr, Zn) di batuan dan sedimen - batas deteksi untuk elemen biasanya pada urutan beberapa bagian per juta. X-ray fluorescence terbatas pada analisis sampel relatif besar, biasanya > 1 gram, bahan yang dapat disiapkan dalam bentuk bubuk dan efektif homogen.

2. Kekuatan

X-Ray fluoresensi sangat cocok untuk penyelidikan yang melibatkan analisis kimia unsur utama (Si, Ti, Al, Fe, Mn, Mg, Ca, Na, K, P) dalam batuan dan sedimen, dan analisis kimia elemen sebagian besar (> 1 ppm; Ba, Ce, Co, Cr, Cu, Ga, La, Nb, Ni, Rb, Sc, Sr, Rh, U, V, Y, Zr, Zn) dalam batuan dan endapan.

3. Keterbatasan

Dalam teori XRF memiliki kemampuan untuk mendeteksi emisi sinar-X dari hampir semua elemen, tergantung pada panjang gelombang dan intensitas kejadian sinar X. Namun dalam prakteknya, instrumen yang paling tersedia secara komersial sangat terbatas dalam kemampuan mereka untuk secara tepat dan akurat mengukur kelimpahan unsur dengan $Z < 11$ di sebagian besar bahan-bahan bumi alam. Analisis XRF tidak dapat membedakan variasi antara isotop suatu unsur, sehingga analisis ini secara rutin dilakukan dengan instrumen lainnya, serta analisis XRF tidak dapat membedakan ion dari

unsur yang bervariasi yang berbeda, sehingga analisis ini batuan dan mineral dilakukan dengan teknik seperti analisis kimia basah atau spektroskopi Mössbauer.

3.6 Inductively Coupled Plasma – Optical Emission Spectroscopy (ICP-OES)

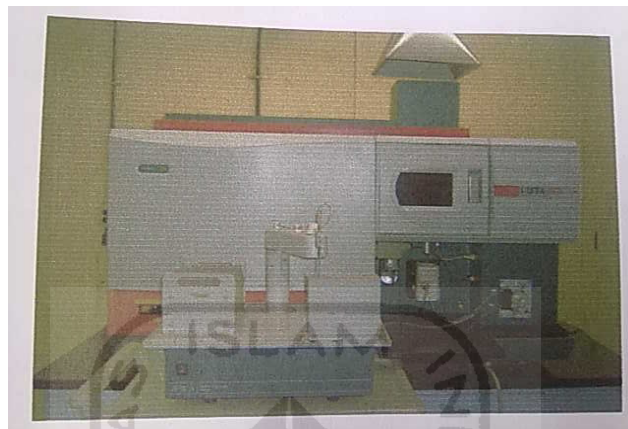
ICP-OES ialah suatu teknik penting dan utama dalam analisis unsur. Sampel yang akan dianalisa, jika padat pertama-tama dilarutkan kemudian diencerkan dengan air kemudian dimasukkan kedalam plasma. Keunggulannya ialah kemampuannya mengukur banyak unsur didalam suatu sampel baik secara satu per satu (sequential) ataupun serentak (simultan).

Instrument sequential disukai untuk digunakan dalam riset, pengembangan metoda dimana jenis sampel sangat beraneka ragam dan sering kali belum diketahui karakteristiknya. Instrument simultan cocok digunakan untuk menganalisa sampel-sampel produksi yang jumlahnya banyak tetapi jenisnya sudah tertentu. Sehingga waktu analisis lebih cepat dan produktif.

Teknik ICP merupakan metode pendeteksian unsur yang sangat handal dan serbaguna untuk penentuan unsur (ultra) runtu, dimana hal ini disebabkan ICP mempunyai banyak keunggulan dibandingkan metode pendeteksian selektif unsur lain seperti AAS, AES dan AFS. Keunggulan tersebut antara lain : batas deteksi yang sangat rendah dengan sensitivitas tinggi, range konsentrasi analit yang dapat diukur cukup luas yaitu orde ppm hingga ppt, kemampuan analisis multi unsur, spektranya sederhana dan dapat digunakan untuk analisis isotop.

Dengan spektroskopi emisi optik ini dapat digunakan untuk menentukan komposisi dari suatu sampel padat, seperti baja, kayu cat dan sampel cair seperti minyak dan susu serta gas seperti udara atau gas buangan kendaraan. Dapat pula menentukan kadar dari suatu materi, dapat memonitor keadaan lingkungan dan memperbaiki proses produksi dan barang

hasil produksi seperti daya tahan pada korosi, kekuatan waktu pakai dan rupa/penampilan. Selain itu dapat pula berfungsi untuk memonitor endapan pada lapisan/permukaan alat yang digunakan pada industri semikonduktor dan endapan pada permukaan alat-alat berat. Gambar alat ICP ditunjukkan pada gambar 8.



Gambar 8. Inductively Coupled Plasma (ICP)

Atom-atom didalam pancaran emisi plasma memiliki karakteristik panjang gelombang untuk tiap-tiap element. Instrument ICP terdiri dari *optical spektrometer*, *nebulizer*, *spray chamber*, *torch ICP* dan *RF generator*.

1. Nebulizer

Ada beberapa jenis *nebulizer* yang dapat digunakan sampel cair. Fungsi utama *nebulizer* adalah mengubah larutan sampel menjadi larutan aerosol yaitu butiran-butiran yang sangat halus yang terdispersi dalam gas argon. Larutan yang diaspirasikan melalui pipa kapiler akan menumbuk *glass bead* dengan kecepatan tinggi, maka cairan akan terpecah menjadi butiran-butiran yang sangat halus yang tercampur dalam gas argon sebagai *carrier* (aerosol).

Agar aerosol yang terbentuk sempurna maka jumlah volume larutan sampel yang dipompa oleh *peristaltic pump* perdetiknya adalah 3ml/menit. Ini dapat dilihat

berupa cairan yang mengalir putus-putus pada saluran kapiler. Tidak semua larutan yang dipompa ke *nebulizer* akan menuju ke *spray chamber*. Sebagian aerosol akan mengembun di dasar *nebulizer* dan dibuang lewat *drain*.

Beberapa *nebulizer* memiliki fungsi yang khas untuk sampel dengan tipe berbeda. Berikut ini adalah yang sering digunakan dalam alat ICP-OES: *Glass Concentric* (Meinhard) untuk penggunaan secara umum, *Pararel Flow* (Burgener) untuk sampel padat dengan tingkat kelarutan yang tinggi, JY Pneumatic untuk analisa logam dalam sampel *slurry*/minyak, “V” Grove fungsinya sama dengan *pararel flow*, *Micro Concentric* (MCN) untuk sampel dengan volume yang sangat kecil, *Ultra Sonic* (USN) dapat meningkatkan tingkat deteksi elemen dalam senyawa organik, dan CMA yang dapat menganalisa elemen-elemen normal (umum) serta elemen-elemen pembentuk hidrida (Hg, Sn, Sb, Te, Bi, Pb, Ge).

Ultrasonic nebulizer digunakan untuk analisa sampel dengan konsentrasi yang sangat rendah karena sensitifnya yang sangat baik. Tingkat deteksinya juga diketahui 10 kali lebih baik dari *Glass Concentric*, serta berfrekuensi yang sangat tinggi yaitu 1,4 MHZ.

2. SPRAY CHAMBER

Sampel yang berasal dari nebulizer dalam bentuk aerosol dapat diubah ukurannya dari 1 μm menjadi 10 μm . namun aerosol yang berukuran 1 μm - 5 μm akan ditahan dan dikeluarkan lewat *drain* dan hanya yang berukuran 6 μm - 10 μm (jumlahnya sekitar 20%) yang masuk ke plasma.

Spray chamber berfungsi untuk membuat campuran yang homogen dari gas plasma plus gas bahan bakar, plus aerosol yang mengandung sampel yaitu sebelum campuran ini mencapai *torch*.

The *Sturman-Master* adalah salah satu tipe *spray chamber* yang terbuat dari bahan inert, dapat digunakan seluruh tipe sampel. A *Glass Spray Chamber* adalah tipe yang

cocok untuk analisa larutan sampel organik yang mudah menguap. Sedangkan *The Glass Cyclonik Spray Chamber* khusus digunakan untuk ICP dengan posisi plasma yang aksial.

3. PERISTALTIC PUMP

Alat ini dijalankan secara terkontrol oleh komputer. Berfungsi untuk mengatur kecepatan aliran sampel yang masuk ke *nebulizer* dan kecepatan aliran dari cairan yang akan dibuang lewat *drain*. Kecepatan aliran ini diatur tergantung dari jenis sampel yang dianalisa. Jadi ini berhubungan dengan viskositas larutan. Kemampuan untuk mengontrol kecepatan larutan yang diteruskan ke *nebulizer* sangat penting khususnya untuk sampel organik, dimana efisiensi *nebulizer* dapat lebih tinggi untuk larutan yang encer.

4. TORCH

Pembentukan plasma terjadi di dalam sebuah *torch* yang terbuat dari silica. Pergerakan molekul - molekul gas argon sangat cepat inilah yang menimbulkan terbentuknya plasma dengan temperatur sekitar 10.000K. Sehingga dapat menghasilkan energi yang cukup untuk mengeksitasi atom-atom dari sampel. Ketika uap-uap sampel mencapai plasma, terjadi eksitasi, kemudian pada saat atom-atom sampel kembali ke keadaan semula (*ground state*) akan memancarkan (emisi) masing-masing spektrum garis yang spesifik untuk setiap unsur.

Torch tersusun dari tiga tabung/silinder kaca silica yang berbeda ukuran dan fungsinya. *Auxiliary gas* akan melalui tabung yang ada di tengah-tengah. Gas ini digunakan untuk membantu menghidupkan plasma dalam *torch* dan oleh karena itu salurannya terpisah. *Auxiliary gas* juga berfungsi untuk mencegah terbentuk / tercampurnya garam atau karbon (pada pelarut organik) pada ujung tabung injeksi.

Aerosol yang mengandung sampel bersama gas *carrier* akan mengalir melalui tabung *injector* (letaknya paling dalam) lalu muncul dan bergabung dengan plasma.

Atom-atom yang melewati tabung ini jumlahnya sedikit demi sedikit karena ukurannya yang kecil. Akibatnya emisi yang ditimbulkan persatuan volumenya akan tinggi dan hasil deteksi sensitifitasnya juga akan memuaskan. Ukuran diameter tabung *injector* ini juga bermacam-macam, yang besar untuk larutan garam dan yang kecil untuk larutan organik.

Beberapa dari *torch* harus menjamin dapat mendeteksi konsentrasi yang sangat kecil, temperatur eksitasinya sangat tinggi, kurva kalibrasinya linier serta wilayah analisisnya luas.

5. RF GENERATOR

Fungsi dari radio frekuensi generator adalah menyalurkan listrik arus bolak-balik sesuai frekuensi kebutuhan alat untuk membentuk dan membantu ICP. Ada dua tipe generator yaitu *free running* dan *Cristal controlled*. Tipe *free running* menghasilkan frekuensi berupa arus bolak-balik untuk mengubah impedansi plasma.

ICP secara umum membutuhkan 1-2kW maksimal output RF untuk menghidupkan plasma. Namun kebanyakan RF yang digunakan untuk *free running* adalah 40 MHz ± 2 MHz.

Dengan spektroskopi emisi optik ini dapat digunakan untuk menentukan komposisi dari suatu sampel padat, seperti baja, kayu, cat dan sampel cair seperti minyak dan susu serta gas seperti udara atau gas buangan kendaraan. Dapat pula menentukan kadar dari suatu materi, dapat memonitor keadaan lingkungan dan memperbaiki proses produksi dan barang hasil produksi seperti daya tahan pada korosi, kekuatan waktu pakai dan rupa/penampilan. Selain itu dapat pula berfungsi untuk memonitor endapan pada lapisan/permukaan alat yang digunakan pada industri semikonduktor dan endapan pada permukaan alat-alat berat.

3.6.1 Prosedur kerja alat instrumen *Inductively Coupled Plasma* (ICP)

1. Pemeliharaan rutin *inductively coupled plasma*

a. Pengecekan harian

Cek level air dalam *argon saturator accessory* (ASA) sebelum digunakan, dan setiap selesai analisa dilakukan pencucian minimal 2 menit menggunakan aquades, tubing sampel dan drain selalu dilepaskan dari pompa, kemudian kosongkan *spray chamber* dengan cara menjalankan pompa drain.

b. Pengecekan mingguan

Bersihkan torch, bersihkan Snout menggunakan AGM-2, bersihkan *bonnet*, lakukan *wavelength calibration*.

c. Pengecekan bulanan

Bersihkan *spray chamber*, bersihkan *nebulizer*, bersihkan filter udara pendingin yang ada di bagian atas alat, cek level air pada *water cooler*.

2. Yang perlu diperhatikan dalam pengoperasian ICP

a. VISTA PRO Camera Purge Gas Line

Yakinkan semua udara dalam kamera telah terdorong keluar oleh argon sebelum *camera peltier* dalam posisi On, minimal 20 menit sejak *software* diaktifkan. *Camera peltier interlock* dengan sensor tekanan gas dan flow air pendingin, jangan menyalakan *water cooler* sebelum proses *purging* selesai, lalu matikan setelah selesai menggunakan alat. Jika alat dalam posisi *stand by*, harus selalu ada *argon purging* 50ml/min.

b. Polichromator Heating

Polychromator mempunyai pemanas yang memanaskan Casting hingga 35°C, agar suhunya stabil, membutuhkan waktu minimum 1 menit jika alat dalam kondisi *stand by*, dan 1 jam jika *polychromator* sudah dingin.

3.6.2 Performance testing ICP

Siapkan *Tuning Solution* yang terdiri dari unsur-unsur Al, As, Ba, C, Co, Cr, Cu, Mn, Mo, Ni, Pb, Se, Sr, Zn sebanyak 5 ppm dan unsur K sebanyak 50 ppm. Siapkan larutan blanko dari *Deionized* dan *Destilled water* dengan 1% HNO₃

Performance Test terdiri dari 2 tahap :

1. Resolution Test

Tabel 1. Kondisi instrumen ICP OES

Power	1.2 kW
Plasma Gas	15 L/min
Auxiliary gas	1.5 L/min
Nebulizer flow setting	diperoleh sesuai cara diatas
Pump tubing	white-white/grey-grey (inlet)
Blue-blue (outlet)	
Pump speed	15 rpm
Horizontal/vertical position	diperoleh dengan cara run Mn 5 ppm
Points/peak	2
Replicate read time	3 sec
Replicates	10
Background corretion	none
Sampel delay	25 sec
Stabilization time	15 sec
Rinse time	60 sec
Polychromator boost purge	On
Snout purge	ON

Seluruh test dapat dilakukan dalam kondisi lingkungan yang stabil, yakinkan *torch-nebulizer-spray chamber-tubing* dan yang lainnya dalam kondisi bersih. Suhu *casting* dan *purging argon* dilakukan minimal setelah 2 jam sebelum test dilakukan. Plasma sudah dinyalakan minimum 30 menit, pendingin Peltier minimum 5 menit. Sudah dilakukan *dark current*, *wavelength calibration* dan *torch alignment*. Nebulizer dioptimalkan dengan cara mengalirkan larutan Yttrium/NaCl 1000 ppm. *Adjust flow nebulizer* hingga dihasilkan bulatan merah 1 mm diatas torch. Kondisi instrumen ICP OES dapat dilihat pada tabel 1 di bawah ini.

2. Analytical test

Pilih metode Vista_QC dari folder *Supplied Worksheets*. Cek *viewing height* dan *flow nebulizer* sudah pada kondisi optimum, yakinkan *delay time* sampel sudah sesuai sebelum menekan READ. Aspirate larutan multielement, pilih sebagai standart 1 dan tekan READ, aspirate larutan blank dan tekan READ, aspirate larutan multi element pilih sebagai sampel 1 lalu tekan READ.

Keterulangan pembacaan/presisi dari 10 kali pembacaan sampel dari larutan multielemen harus kurang dari :

Al (167) As, Pb, Se : 2.5 % RSD

Unsur lain : 1.5 % RSD

Larutan multielemen dibaca ulang sebagai sampel setelah dilakukan kalibrasi dengan batas hasil pembacaan $\pm 3\%$.

Untuk *detection limit test*, pilih metode VISTA_DL dari folder *Supplied Worksheets*, cek *viewing height* dan *flow nebulizer* pada kondisi optimum. Buka halaman analisis, yakinkan *delay time* sampel sudah sesuai sebelum menekan READ, *aspirate* larutan blank, pilih sebagai blank, tekan READ. Jika diminta standar, masukkan larutan standar multielemen. Ketika diminta sampel 1, masukkan Blank. ulangi pembacaan sampel 2 sampai

5 (blank yang dibaca sebagai sampel), *detection limit* (ppb) adalah $3000 \times \text{avg SDEV}$ 5 sampel tersebut (*rerun blank*)

yakinkan larutan blank tidak terkontaminasi, dan waktu *rinse* dilakukan secukupnya agar blank tidak terkontaminasi larutan standart. Jika menggunakan *nebulizer V-groove*, waktu *rinse* harus lebih lama dibandingkan jika menggunakan *nebulizer concentric glass*, khususnya untuk Ba dan Mn. Tes ini menggunakan waktu pengukuran sampel 10 detik.

Detection limit (10 sec) *specification* kurang dari atau sama dengan seperti yang dapat terlihat pada tabel 2 :

Tabel 2. Limit Deteksi

Line	(ppb)
Al (167.016)	13
As (188.979)	65
Se (196.026)	80
Mo (202.030)	11
Cd (214.438)	5.5
Pb (220.353)	65
Mn (257.610)	0.9
Cr (267.716)	5.5
Cu 9 324.754)	5.5
Al (396.152)	13
Ba (493.406)	0.9
K (766.490)	265

Dalam *instrument setting*, *power connection* 220V, *purge gas setting* 80 psi, *plasma gas setting* 80 psi. *Source gas pressure* >500 psi, *minimal* 100 psi. *Temperatur* 20 °C, *water pressure* 37 psi. *Sampel white/grey tubing*, *drain blue tubing*.

3.7 Analisa yang dilaksanakan

1. Dry analysis

Metode analisisnya hanya mencakup penimbangan dan penambahan reagen yang kemudian dianalisis menggunakan instrumen. Untuk analisis dengan X-Ray Fluorescence Spectrophotometer, mencakup penimbangan, pembuatan pellet lalu dianalisis. Contoh dry analysis penentuan % Ni menggunakan XRF Spectrophotometer.

2. Wet analysis

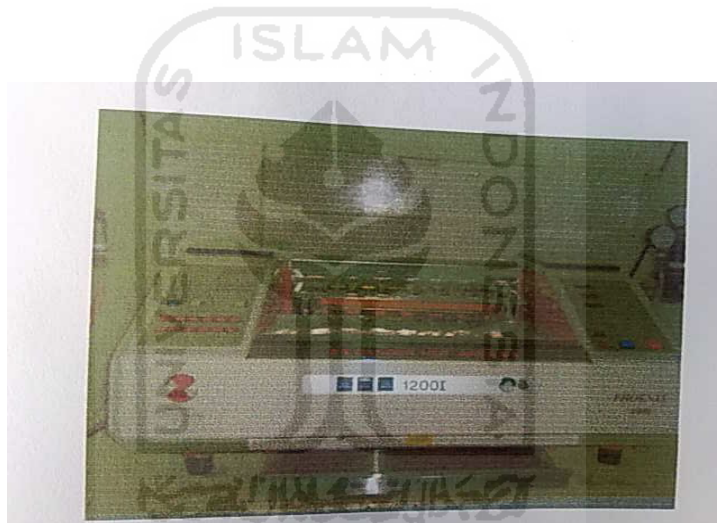
Mencakup penimbangan, penambahan reagen, pelarutan, pengenceran dan atau pengisatan lalu dianalisis dengan menggunakan instrumen, contoh wet analysis ialah penentuan % Ni dengan ICP-OES.

3.8 Metode peleburan sampel (metode Na_2O_2)

Pemilihan preparasi sampel praanalisa dengan peleburan dipilih sebagai cara terbaik, efektif dan efisien tentunya setelah dilakukan analisa dan pengujian secara mendalam. Secara fisik sampel yang belum dianalisa berwujud debu yang berwarna coklat, abu-abu, hitam dan sebagainya. Ini jelas menandakan masih adanya senyawa-senyawa organik, karbon, dan H_2O yang tidak diinginkan didalam sampel. Diketahui juga unsur Ni, Fe, MgO , SiO_2 , Cu, Mn, dan Co pada umumnya sukar atau tidak larut langsung dengan air.

Supaya unsur-unsur tadi bisa larut dalam air dan larut sempurna dalam asam maka harus dibuat dulu menjadi garamnya. Untuk itu sebelum peleburan sampel yang telah ditimbang diteliti (0.25 gr) ditambahkan natrium peroksida (Na_2O_2) sebanyak $\pm 5\text{gr}$. Antara sampel dan Na_2O_2 harus homogen dan diusahakan tidak terjadi kontak dengan udara, sebab sifat Na_2O_2 cukup higroskopis. Peleburan dilakukan dengan cawan zirkonium, suhu peleburan pada alat fluxer sekitar $\pm 300\text{-}400^\circ\text{C}$. Gambar alat fluxer dapat dilihat pada gambar 9.

Pada saat peleburan berlangsung, control sampel harus dilakukan terus-menerus. Sampel harus tepat melebur dan tidak terlalu lama (akan menyebabkan larutan menjadi keruh). Sampel dilarutkan dengan asam kuat yakni HNO_3 . Hati-hati reaksi ini menimbulkan panas, sehingga sebelum HNO_3 ditambahkan sampel harus direndam dalam aquadest. Tidak digunakan HCl karena akan membentuk garam NaCl yang sukar larut dan dikhawatirkan partikelnya akan menyumbat saluran kapiler dari alat ICP nantinya. Setelah itu larutan sampel diencerkan dalam labu ukur 500 ml, dihomogenkan dan dimasukkan dalam test tube untuk dianalisa secara teknik instrument dengan alat ICP-OES.



Gambar 9. Fluxer

3.9 Proses pengambilan dan penyiapan sampel

Proses penyiapan sampel ini adalah proses tahap awal yang umum dilakukan untuk sampel padatan, proses ini juga bergantung pada instrumen yang digunakan. Sampel yang umumnya masih berupa butiran-butiran kasar sebelum dianalisis perlu dipreparasi terlebih dahulu hingga menjadi serbuk (pulp). Proses preparasinya secara umum dapat diuraikan sebagai berikut:

1. Drying (oven)

Yaitu pengeringan sampel pada suhu 105°C yang lamanya tergantung dari jenis sampel. Sampel-sampel yang ditentukan kadar airnya juga harus melewati tahapan ini. Proses ini adalah tahap awal pra crushing yang sangat penting, agar sampel yang di olah tidak menemukan kesalahan-kesalahan pada proses selanjutnya.

Sampel yang masih basah akan lengket dan sulit di crushing, screening dan seterusnya. Sampel juga akan menempel pada alat sehingga proses kerja akan berantakan, sampel akan kehilangan % nikelnya dan mengacaukan proses laboratorium.

2. Crushing (crusher)

Yaitu peremukan terutama pada sampel-sampel plant yang masih berukuran besar +1, hasil dari alat crusher ini adalah sampel yang berukuran rata-rata -1/4. Tahapan ini belumah selesai karena ukuran sampel masih terlalu kasar dan perlu tahapan selanjutnya. Peremukan sampel dapat dilihat pada gambar 10.



Gambar 10. Peremukan sampel

3. Screening (vibrator Screen)

Yaitu pengayakan sampel sehingga menghasilkan ukuran sampel yang sesuai dengan jenis sampelnya. Untuk yang tidak lolos pada screen di crusher lalu di screen lg. Vibrator Screen ditunjukkan pada gambar 11.



Gambar 11. Vibrator Screen

4. Blending (blender/molen)

Yaitu pengadukan sehingga diperoleh sampel yang homogen. Alat yang ada dan digunakan pada sampel house ada 2 jenis yaitu molen untuk sampel tang berukuran $-\frac{1}{4}$ mesh dan blender untuk preparasi sampel yang berukuran -100 mesh pada analisa di ICP dan XRF yang diperlakukan sehari semalam. Gambar blender dan molen ditunjukkan pada gambar 12.



Gambar 12. Blender dan Molen

5. Splitting (splitter)

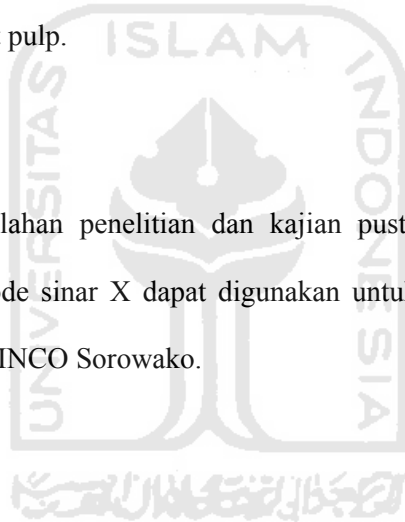
Yaitu pemisahan sampel dari volume/jumlah yang besar menjadi suatu jumlah yang representatif untuk dianalisis. Pada tahapan ini sampel yang berukuran -100 mesh displit beberapa kali hingga yang diambil hanya sampel seberat 100 gram.

6. Pulverizing (pulverizer)

Yaitu penyerbukan sampel yang pada umumnya menghasilkan serbuk dengan ukuran -100 mesh. Selanjutnya sampel seberat ± 100 gram dimasukkan ke dalam amplop kertas yang nantinya akan dikirim ke Laboratorium untuk dianalisa, sampel ini disebut pulp.

3.10 Hipotesis penelitian

Berdasarkan permasalahan penelitian dan kajian pustaka yang dilakukan, maka diajukan hipotesis yaitu metode sinar X dapat digunakan untuk analisis rutin nikel dalam sampel Converter Slag di PT. INCO Sorowako.



BAB IV

METODELOGI PENELITIAN

4.1 Alat dan bahan

4.1.1 Alat – alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain adalah Beaker Teflon, Tutup Teflon, Labu ukur 500 ml, Cawan zirconium, Gegep, *Fluxer*, *Test tube*, Labu semprot 500 ml, Pelat *button mould*, Corong plastic, Sarung tangan plastik, dan Neraca analitik.

4.1.2 Bahan – bahan

Bahan -bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain adalah Sampel dari Converter Slag, aquades, Na_2O_2 , dan HNO_3 pekat.

4.2 Cara kerja

4.2.1 Proses Penyiapan sampel

Mula-mula sampel yang masih berupa butiran kasar dikeringkan melalui oven pada suhu 105°C , kemudian sampel diremukkan dan diayak untuk mencari ukuran sampel yang sesuai yaitu -100 mesh. Setelah itu sampel diaduk sehingga homogen dengan alan blender lalu kemudian dipisahkan dalam jumlah yang representatif untuk dianalisis, sekitar 100g. Tahap akhir sampel kemudian dilakukan penyerbukan dengan ukuran -100 mesh kemudian diambil untuk dianalisa di ICP.

4.2.2 Preparasi sampel ICP OES

Sampel ditimbang 0.25 gram sampel ke dalam cawan Zirconium yang bersih dan kering. ditambahkan 5.0 gram Na_2O_2 ke cawan tadi. Digoyang – goyangkan cawan hingga Na_2O_2 dan sampel tercampur merata. Lalu ditambahkan 20 ml HNO_3 pekat melalui dinding beaker lalu digoyangkan hingga tercampur sempurna. Kemudian dilebur diatas *auto fluxer* dengan suhu mencapai 300°C sampai sempurna. Diturunkan dari fluxer, kemudian diletakkan diatas pelat buttom mould dan dibiarkan sampai temperatur ruangan. Dimasukkan cawan dan sampel (peletakan cawan pada posisi miring) menggunakan gepep ke dalam beaker Teflon yang sebelumnya telah di isi aquades sebanyak 50 ml. Tidak menggunakan alat gelas (dikhawatirkan silica dari gelas akan ikut terlarut mencemari sampel). Di tambahkan aquades hingga semua terendam, biarkan sampai bereaksi dengan aquades. Setelah dingin, dimasukkan secara kuantitatif kedalam labu ukur 500 ml. dipastikan sampel terlarut sempurna, jernih tidak keruh, encerkan dengan aquades hingga batas. Dikocok hingga homogen, diamkan ± 10 menit, lalu dipindahkan ke dalam tabung reaksi, sampel siap baca di ICP.

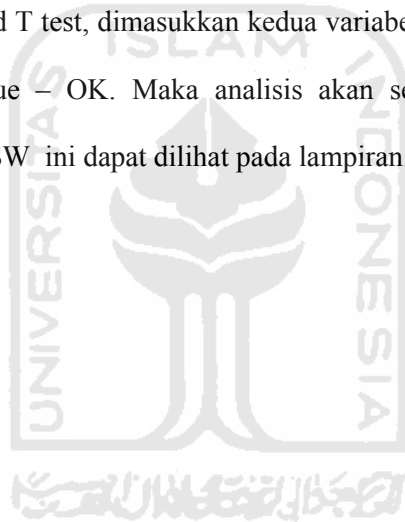
4.2.3 Pengkondisian ICP

Mula-mula dicek tekanan gas 80 psi, lalu tekan tombol ON pada ICP, dibiarkan sekitar 1 jam baru kemudian hidupkan ICP. Diaktifkan software dalam komputer, biarkan gas argon purging minimal 20 menit sampai argon purge complete. Status purging akan menunjukkan complete jika tidak ada lagi bar/garis berjalan yang menunjukkan status purging masih dalam proses. Tidak dinyalakan water chiller sebelum purging gas selesai. Setelah selesai diklik tombol on untuk menghidupkan water chiller, ditunggu hingga peltier cooling complete pada suhu -35°C dan suhu casting 35°C . Dipilih worksheet, pilih open worksheet kemudian pilih program yang akan digunakan. Dipilih tombol sequence,

kemudian tekan tombol sequence editor. Dimasukkan jumlah sampel yang akan dianalisa, lalu klik autosampler. Dipilih jenis rak yang digunakan, klik ok kemudian akan muncul pertanyaan pilih yes lalu tekan tanda X, maka akan kembali ke menu awal. Dipilih analisis lalu pilih kolom yang akan dianalisa hingga berwarna kuning, dinyalakan plasma lalu tekan tanda panah maka analisis akan segera dimulai.

4.2.4 Uji t -2 sampel independen

Dilakukan analisis data menggunakan program PASW SPSS 18, di input data kemudian dipilih Analyze- Compare Means – Paired Samples T Test. Setelah itu akan muncul kotak dialog Paired T test, dimasukkan kedua variabel ke kotak Paired Variables, kemudian di klik Continue – OK. Maka analisis akan segera dimulai. Tahap-tahap analisis menggunakan PASW ini dapat dilihat pada lampiran.



BAB V

HASIL DAN PEMBAHASAN

Sampel yang digunakan ialah sampel dari *Converter Slag*, yang mana sampel tersebut masih mempunyai presentasi kandungan Nikel yang masih memenuhi kualitas untuk diolah kembali. Selain itu juga berfungsi sebagai pendingin pada proses pemurnian.

Analisis rutin pada sampel *Converter Slag* dengan menggunakan alat XRF, dengan alasan metode ini lebih murah, simple, cepat dan tepat dalam penggunaannya. Standar untuk kalibrasi dibuat dari sampel *Converter Slag*, yang kesemuanya dibuat dalam bentuk pellet, dan dianalisis di X-Ray MAGIC FAST.

Hanya saja pada alat X-Ray dalam periode tertentu dilakukan pengkalibrasian alat dengan data dari alat ICP MISS VARIAN. Yang dilakukan adalah mencari harga dari Ni dan besi pada sampel dengan menggunakan alat fluxer dan ICP MISS VARIAN. Pengkalibrasian dilakukan dengan alat ICP ialah karena alat icp dalam hal penelitian lebih akurat melebihi alat lainnya yang terdapat pada laboratorium tersebut.

Uji yang dipakai dalam menentukan kualitas dari alat XRF dengan pembanding ICP ialah uji T 2 sampel independen, digunakan untuk menguji kesamaan rata-rata dari 2 sampel yang tidak saling berhubungan satu sama lain, dalam arti bahwa kedua sampel merupakan sampel yang tidak saling berkaitan namun merupakan sampel yang sama dalam penentuan kadar nikel dan besi.

Pada penelitian ini sampel converter slag tersebut masih berupa butiran – butiran kasar, yang kemudian dikeringkan menggunakan oven pada suhu 105°C. lama pengeringan ini tergantung pada jenis sampel. Proses ini adalah tahap awal pra crushing yang sangat

penting, agar sampel yang diolah tidak menyebabkan kesalahan-kesalahan analisis pada proses selanjutnya. Sampel yang masih basah akan lengket dan sulit untuk diremukkan, diayak dan seterusnya. Sampel juga akan menempel pada alat sehingga proses kerja jadi berantakan dan bahkan mungkin dapat menyebabkan kandungan logam yang akan dianalisis berkurang kadar dan % nikelnya.

Kemudian sampel tersebut diremukkan menggunakan alat crusher. Tujuan peremukkan ialah untuk mengurangi ukuran dari sampel tersebut agar lebih mudah untuk dianalisis. Tahapan kemudian dilanjutkan pada pengayakan sampel sehingga menghasilkan ukuran sampel yang sesuai dengan jenis sampelnya itu sendiri. Setelah itu lanjut kepada proses pengadukan dengan tujuan menghomogenkan sampel.

Proses selanjutnya ialah pemisahan sampel dari volume sampel yang besar menjadi suatu jumlah yang representative untuk dianalisis, kemudian tahap akhir yaitu penyerbukan sampel yang pada umumnya menghasilkan sampel dengan ukuran -100 mesh, yang kemudian sampel itulah yang akan dianalisis di dalam laboratorium.

Setelah melewati berbagai proses penyiapan sampel tersebut, kemudian sampel di preparasi terlebih dahulu untuk kemudian bias dianalisis menggunakan ICP. Sampel mula-mula ditimbang 0,25 gram kemudian dimasukkan ke dalam cawan zirconium, lalu ditambahkan Na_2O_2 lalu digoyang-goyangkan hingga tercampur merata. Setelah itu kemudian ditambahkan HNO_3 pekat sebanyak 20 ml.

Kemudian dilebur diatas fluxer hingga melebur sempurna. Maksudnya melebur sempurna ialah sampel benar-benar berubah menjadi cairan merah mendidih, apabila tidak melebur sempurna, pada cawan akan terlihat gumpalan hitam yang padat. Hal ini akan mempengaruhi pembacaan pada ICP nantinya sehingga kadar nikel yang akan di analisis tidak terbaca dengan sempurna.

Setelah melebur sempurna, kemudian diturunkan dari fluxer menggunakan gegep kemudian dibiarkan dalam temperature ruangan selama sekitar 5 menit. Lalu sampel kemudian dimasukkan dalam beaker Teflon yang telah diisi terlebih dahulu dengan aquades 50 ml. tujuan dari penggunaan beaker Teflon ialah agar sampel tidak bereaksi dengan gelas sehingga silica dari gelas akan mencemari sampel.

Setelah itu sampel dilarutkan dengan aquades hingga terlarut sempurna, disaring dan dimasukkan dalam labu ukur 500 ml. pastikan sampel jernih tidak keruh, diencerkan hingga batas dan kemudian sampel siap baca pada alat ICP. Setelah proses pengkondisian ICP selesai, kemudian sampel dianalisis menggunakan icp dan akan muncul data seperti pada tabel 3.

Dari data tersebut dibawah, kemudian dapat dianalisis data menggunakan PASW SPSS 18 sehingga dapat diketahui apakah nikel yang terdapat pada sampel masih memenuhi standar untuk dianalisis kembali yaitu sebesar $>2\%$ dan kandungan besinya $< 0,75\%$.

Pada tahap ini, kita bisa langsung melakukan analisis data dengan uji T-2 sampel independen.

Hipotesisnya adalah:

$$H_0 : \mu_{icp} - \mu_{xrf} = 0$$

$$H_1 : \mu_{icp} - \mu_{xrf} \neq 0$$

Dapat pula ditulis:

$$H_0 : \mu_{icp} = \mu_{xrf}$$

$$H_1 : \mu_{icp} \neq \mu_{xrf}$$

Untuk H_0 berarti rata-rata icp sama dengan xrf.

Tabel 3. Data hasil analisis kadar nikel menggunakan alat ICP dan XRF

No	Sampel	Ni (ppm)		Fe (ppm)		No	Sampel	Ni (ppm)		Fe (ppm)	
		icp	XRF	icp	XRF			icp	XRF	icp	XRF
1	CS 100	8.00	5.06	54.80	34.8	26	CS 125	0.79	0.79	60.17	45.1
2	CS 101	4.67	3.77	48.76	34.1	27	CS 126	2.19	2.10	58.94	44.0
3	CS 102	6.29	4.02	50.23	39.2	28	CS 127	2.25	2.11	56.77	43.9
4	CS 103	20.35	8.98	44.86	25.2	29	CS 128	2.14	2.27	59.68	43.8
5	CS 104	48.87	8.55	23.04	28.1	30	CS 129	2.10	2.13	58.46	40.5
6	CS 105	49.48	13.73	15.72	13.8	31	CS 130	3.32	2.88	56.68	40.3
7	CS 106	22.48	9.89	44.98	17.1	32	CS 131	3.39	3.02	59.01	43.6
8	CS 107	44.25	7.16	28.32	32.1	33	CS 132	2.62	2.79	60.44	43.7
9	CS 108	5.19	3.85	52.01	38.5	34	CS 133	2.65	2.52	59.56	42.5
10	CS 109	3.73	2.83	60.75	42.6	35	CS 134	3.28	2.79	58.84	42.5
11	CS 110	3.87	2.61	58.70	42.6	36	CS 135	3.24	2.63	59.09	42.7
12	CS 111	9.55	5.68	56.94	32.8	37	CS 136	1.92	1.93	55.70	42.8
13	CS 112	0.42	0.47	60.98	50.1	38	CS 137	1.97	2.01	56.54	45.2
14	CS 113	0.42	0.39	61.98	50.4	39	CS 138	2.78	2.50	60.33	45.1
15	CS 114	0.51	0.56	62.19	49.9	40	CS 139	2.78	2.46	60.14	47.0
16	CS 115	0.48	0.52	61.43	49.7	41	CS 140	2.15	1.89	61.08	46.5
17	CS 116	0.55	0.90	61.76	49.4	42	CS 141	2.23	2.03	60.98	48.9
18	CS 117	0.57	0.96	61.00	51.3	43	CS 142	1.13	1.32	60.95	49.0
19	CS 118	0.82	0.92	62.82	50.5	44	CS 143	1.25	1.39	62.14	48.7
20	CS 119	0.80	0.90	61.83	46.4	45	CS 144	1.38	1.35	60.90	48.6
21	CS 120	1.91	1.85	60.15	46.3	46	CS 145	1.24	1.32	60.55	44.2
22	CS 121	1.88	1.83	60.79	39.6	47	CS 146	2.63	2.43	59.62	44.1
23	CS 122	1.88	1.58	52.42	39.4	48	CS 147	2.72	2.45	59.45	49.3
24	CS 123	1.76	1.56	52.00	49.3	49	CS 148	0.73	0.72	59.72	49.7
25	CS 124	0.78	0.87	60.69	49.5	50	CS 149	0.69	0.68	59.74	48.0

Dari tabel data analisis SPSS yang dapat dilihat pada tabel dibawah ini, dapat dihitung sebagai berikut:

Tabel 4. Uji T pada sampel nikel

Group Statistics					
Jenis Alat		N	Mean	Std. Deviation	Std. Error Mean
Jumlah Kandungan	ICP	50	56.1484	9.63537	1.36265
	XRF	50	42.6480	8.15584	1.15341

Independent Samples Test										
		Levene's Test for Equality of Variances		t-test for Equality of Means						
		F	Sig.	t	df	Sig. (2-tailed)	Mean Difference	Std. Error Difference	95% Confidence Interval of the Difference	
									Lower	Upper
Jumlah Kandungan	Equal variances assumed	12.387	.001	1.843	98	.068	3.06260	1.66166	-.23491	6.36011
	Equal variances not assumed			1.843	54.293	.071	3.06260	1.66166	-.26842	6.39362

T –Test untuk Ni, nilai t-hitung yang dihasilkan adalah 1,843 pada derajat bebas 98, lebih besar daripada nilai t-tabel sebesar 1.664. nilai signifikansi 2-tailed lebih besar daripada nilai kritik 0.05 ($0.068 > 0.05$) berarti kita dapat menerima H_0 , dimana perbedaan sama dengan 0. Artinya tidak terdapat perbedaan yang signifikan antara alat ICP dan XRF untuk analisis kadar nikel.

Tabel 5. Uji T pada sampel besi (Fe)

Group Statistics					
Jenis Alat		N	Mean	Std. Deviation	Std. Error Mean
Jumlah Kandungan	ICP	50	56.1484	9.63537	1.36265
	XRF	50	42.6480	8.15584	1.15341

Independent Samples Test										
		Levene's Test for Equality of Variances		t-test for Equality of Means						
		F	Sig.	t	df	Sig. (2-tailed)	Mean Difference	Std. Error Difference	95% Confidence Interval of the Difference	
									Lower	Upper
Jumlah Kandungan	Equal variances assumed	.034	.855	7.562	98	.000	13.50040	1.78526	9.95761	17.04319
	Equal variances not assumed			7.562	95.397	.000	13.50040	1.78526	9.95640	17.04440

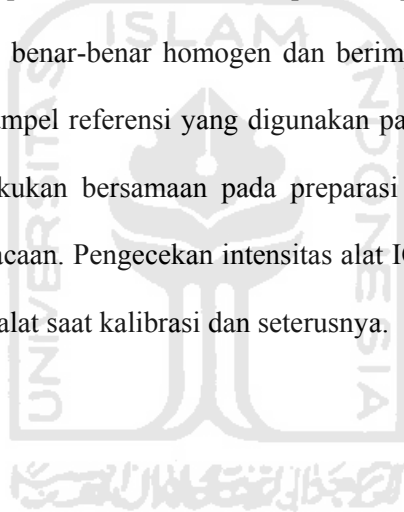
T – Test untuk Fe, nilai nilai t-hitung yang dihasilkan adalah 7,562 pada derajat bebas 98, lebih besar daripada nilai t-tabel sebesar 1.664. nilai signifikansi 2-tailed lebih kecil daripada nilai kritik 0.05 ($0.00 > 0.05$) berarti kita tolak H_0 , dimana perbedaan tidak sama dengan 0. Artinya terdapat perbedaan yang signifikan antara alat ICP dan XRF untuk analisis kadar besi (Fe).

Dari uji T-2 sampel independen tersebut maka dapat diketahui bahwa alat XRF masih layak pakai dalam pengaplikasiannya pada analisis sampel nikel rutin pada metode *Converter Slag*. Tetapi sebaliknya, alat XRF tidak layak pakai dalam pengaplikasiannya pada analisis sampel besi (Fe) pada metode *Converter Slag*.

Faktor-faktor yang menjadi penyebab perbedaan hasil analisa yang diperoleh dengan XRF yang mungkin terjadi salah satunya ialah kesalahan saat menganalisa di laboratorium, peralatan yang kurang bersih, kurang teliti dalam menimbang sampel, hilangnya sampel /

terpercik saat peleburan diatas *fluxer*, peleburan yang kurang teliti, kurang hati-hati dalam melarutkan dan membilas sampel, larutan yang kurang homogen, referensi yang kurang baik pada saat analisa di ICP dan kesalahan pada alat ICP sehingga menyebabkan menurunnya kadar elemen sampel pada pembacaan sehingga tidak sesuai dengan yang diharapkan.

Tindakan pencegahan yang dapat dilakukan dan perlu diperhatikan sebelum melakukan analisa di laboratorium ialah sebelum melakukan analisa, peralatan yang digunakan harus bersih, penimbangan dengan teliti, peleburan yang hati-hati agar tidak terpercik dan dengan memperhatikan pengaturan gas pada *fluxer* sehingga menghasilkan nyala yang baik. Selalu memperhatikan kondisi sampel saat peleburan dan pendinginan, dilarutkan dengan baik, harus benar-benar homogen dan berimpit sampai tanda garis pada labu ukur yang digunakan. Sampel referensi yang digunakan pada analisa harus selalu baru dan sebaiknya preparasi dilakukan bersamaan pada preparasi sampel sehingga diperoleh kondisi yang sama saat pembacaan. Pengecekan intensitas alat ICP sebelum analisa dimulai, disesuaikan dengan intensitas alat saat kalibrasi dan seterusnya.



BAB VI

KESIMPULAN DAN SARAN

6.1 Kesimpulan

Berdasarkan pada data hasil penelitian dan pembahasan yang telah diuraikan pada Bab sebelumnya dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Hasil analisis sampel *Converter Slag* dengan metode X-Ray dapat diketahui bahwa kadar nikel dan besi yang terdapat pada sampel converter slag relatif sama dengan analisis menggunakan ICP, sehingga dapat disimpulkan bahwa alat X-Ray MAGIC FAST masih layak pakai dalam pengaplikasiannya dalam metode *Converter Slag*.
2. Kadar sampel yang diperoleh pada dua alat tersebut masih memiliki kadar nikel yang ekonomis yaitu kadar nikel $> 2\%$ dan kadar besinya $< 0,75\%$, sehingga masih dapat diproses kembali pada proses pemurnian.

6.2 Saran

Untuk melengkapi penelitian ini perlu diteliti lebih lanjut mengenai:

1. Kalibrasi alat/instrument dengan jadwal yang tetap.
2. Ketelitian dalam mempersiapkan sampel untuk analisa sebaiknya ditingkatkan.

DAFTAR PUSTAKA

- Alimonti, A., 1994, *Determination Of Chromium and Nickel in human blood by means of inductively coupled plasma mass spectrometry*, Rome, Italy
- American Public Health Association And American Water Work Association, 1992, *Standart Methods For The Examination Of Water And Waste Water*, 18th edition
- Anonim, 2000, *Petunjuk Pembuatan Larutan Standar Peroxida*, Sorowako
- Anonim, 1997, *Prosedur Kerja Standar*, Process Technology Laboratory, PT INCO, Sorowako, Sulawesi Selatan.
- Anonim, 1994, *analisis perbandingan pemakaian alat*, Laporan kerja praktek, Universitas Muslim Indonesia, Fakultas Teknik Industri, Universitas Muslim Indonesia, Makassar
- Ariyoso, 1995, *Statistical computing, R foundation for Statistical computing*, Vienna, Austria
- Brown, C.C. 1978, *Unit Operation, Modern Asia edition*, John Willey and Son Inc, Newyork
- Fitri, N, 2008, *Diferensiasi dan distribusi spesi magnesium, kalsium, mangan, seng, molibden dan kadmium dalam cairan floem tanaman jarak (Ricinus communis L)*, Disertasi, Institut Teknologi Bandung, Bandung
- Fitton, G., 1997, X-Ray spektrometri fluoresensi, dalam Gill, R. (ed.), *Modern Analytical Geokimia: Sebuah Pengantar Analisis Kimia Kuantitatif untuk Bumi, Lingkungan Hidup dan Ilmuwan Bahan*, Addison Wesley Longman, Inggris.

Jansen, Walfried, 1992, *Sodium Peroxide Fusion*, In *Laboratory Procedures Manual*, p 23-24, Manitoba Division, INCO Limited

Kurniawan, Deny., 2008, *Uji T 2-sampel independen*, Jakarta

Perry, R.H, 1984, *Chemical Engineer's Handbook*, 6th Edition, Mc Graw Hill Co, Singapore

PT INCO, 1979, *Operating Manual Rotary Dryer, Reduction Kiln, Electric Furnace, Converter and Granulation*, Sorowako

Potts, PJ, 1987, *Buku Pegangan Analisis Rock Silikat*, Chapman dan Hall

Rollinson, H., 1993, *Menggunakan Data geokimia: Evaluasi, Presentasi, Interpretasi*, John Wiley, NY

Sahali, Imron, 2003, *Prosedur Kerja "Inductively Coupled Plasma"*, INCO Wet Analysis Laboratory, Sorowako

Umar, 2003, *Optimalisasi analisis X-Ray Fluorescence Spectrophotometer dengan menggunakan metode preparasi sampel Fused Bead (pussed pellet)*, Universitas Hasanuddin, Makassar

Walpole, R.E. 1995, *Pengantar Statistika*, Gramedia Pustaka Utama, Jakarta.