

Pengaruh Variasi Wadah Penyimpanan dan Kondisi Lingkungan Terhadap Ketahanan dan Hasil Pengujian Sampel Nickel Ore Menggunakan XRF

Sri Anriana¹, Irham Pratama²

Program Studi Teknik Kimia, Universitas Fajar, Makassar

Koresponden email: andrianasri123@gmail.com¹; irhampratama@unifa.ac.id²

Diterima: 13 Juni 2026

Disetujui: 21 Juni 2026

Abstract

This study aims to analyze the effect of storage container type and environmental conditions on the stability of nickel ore samples and the results of XRF analysis. The containers used included plastic and glass bottles, while storage conditions consisted of room and outdoor temperatures for 0–14 days. Parameters observed included Ni, Fe, MgO, and SiO₂ levels. The results showed that Ni and MgO levels tended to decrease, while Fe and SiO₂ levels increased with increasing storage time. The largest compositional changes occurred in samples stored outdoors due to higher and fluctuating temperatures, which accelerated the oxidation process and changes in water content. Storage at room temperature showed better stability, while the use of glass bottles resulted in smaller compositional changes compared to plastic containers due to their more inert nature. The Relative Standard Deviation (%RSD) values for room temperature samples were generally below 1%, while outdoor samples showed greater variation, especially for Outdoor Plastic Pellets (PPLR). Based on these results, the optimal shelf-life of the samples was determined to be up to 3 days for outdoor storage and up to 7 days for storage at room temperature. The use of glass bottles and storage at room temperature is recommended to maintain sample stability and increase the accuracy and precision of XRF analysis results.

Keywords: XRF, storage container, temperature, element stability

Abstrak

Penelitian ini bertujuan menganalisis pengaruh jenis wadah penyimpanan dan kondisi lingkungan terhadap kestabilan sampel bijih nikel serta hasil analisis XRF. Variasi wadah yang digunakan meliputi plastik dan botol kaca, sedangkan kondisi penyimpanan terdiri atas suhu ruang dan luar ruangan selama 0–14 hari. Parameter yang diamati meliputi kadar Ni, Fe, MgO, dan SiO₂. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kadar Ni dan MgO cenderung menurun, sedangkan Fe dan SiO₂ meningkat seiring bertambahnya waktu penyimpanan. Perubahan komposisi paling besar terjadi pada sampel yang disimpan di luar ruangan akibat suhu yang lebih tinggi dan fluktuatif, yang mempercepat proses oksidasi dan perubahan kadar air. Penyimpanan pada suhu ruang menunjukkan kestabilan yang lebih baik, sementara penggunaan botol kaca menghasilkan perubahan komposisi yang lebih kecil dibandingkan wadah plastik karena sifatnya yang lebih inert. Nilai *Relative Standard Deviation* (%RSD) pada sampel suhu ruang umumnya berada di bawah 1%, sedangkan sampel luar ruangan menunjukkan variasi yang lebih besar, terutama pada Pellet Plastik Luar Ruang (PPLR). Berdasarkan hasil tersebut, masa simpan (*shelf-life*) optimal sampel ditetapkan hingga 3 hari untuk penyimpanan luar ruangan dan hingga 7 hari untuk penyimpanan pada suhu ruang. Penggunaan botol kaca dan penyimpanan pada suhu ruang direkomendasikan untuk mempertahankan kestabilan sampel serta meningkatkan akurasi dan presisi hasil analisis XRF.

Kata Kunci: XRF, wadah penyimpanan, suhu, kestabilan unsur

1. Pendahuluan

X-Ray Fluorescence (XRF) merupakan metode analisis unsur yang digunakan dalam karakterisasi material karena memiliki keunggulan berupa proses yang cepat, non-destruktif, serta mampu mendeteksi unsur mayor maupun minor secara simultan. Namun, keakuratan hasil analisis XRF sangat dipengaruhi oleh kondisi sampel, terutama homogenitas, ukuran partikel, kadar air, serta stabilitas komposisi kimia sebelum pengujian dilakukan. Oleh karena itu, tahapan preparasi sampel menjadi faktor krusial dalam menghasilkan data yang akurat dan presisi [1].

Preparasi sampel umumnya melibatkan proses pengeringan, pengecilan ukuran, serta homogenisasi untuk memperoleh ukuran partikel yang seragam dan representatif. Pengeringan pada suhu 105°C bertujuan

menghilangkan kadar air yang dapat mempengaruhi intensitas sinyal XRF. Selanjutnya, proses pengecilan ukuran menggunakan *jaw crusher*, *disc mill*, dan *pulverizer* hingga mencapai ukuran ± 200 mesh dilakukan untuk meningkatkan homogenitas sampel. Tahap mixing dan reduksi sampel memastikan distribusi unsur yang merata, kemudian dilanjutkan dengan pembentukan pellet sebagai bentuk analisis yang stabil.

Selain preparasi, faktor penyimpanan sampel juga sangat berpengaruh terhadap kestabilan komposisi material. Penelitian yang dilakukan oleh Mubarak (2022) [2] pada sampel bijih nikel menunjukkan bahwa jenis wadah penyimpanan dapat mempengaruhi hasil analisis unsur. Wadah yang tidak kedap udara, seperti plastik tertentu, memungkinkan terjadinya interaksi antara sampel dengan lingkungan, terutama melalui penyerapan kelembaban dan proses oksidasi [3]. Pada sampel nikel, kondisi ini dapat menyebabkan perubahan komposisi permukaan, seperti peningkatan kadar oksida atau perubahan kadar air, yang berdampak langsung pada intensitas sinyal unsur saat analisis XRF dilakukan. Sebaliknya, wadah yang lebih inert dan tertutup rapat cenderung mampu mempertahankan kestabilan komposisi sampel lebih baik.

Selain jenis wadah, kondisi lingkungan penyimpanan seperti suhu dan kelembaban relatif juga turut mempengaruhi kualitas sampel. Penyimpanan di luar ruangan dengan fluktuasi suhu dan kelembaban tinggi berpotensi mempercepat perubahan fisik dan kimia pada sampel dibandingkan dengan penyimpanan pada suhu ruang yang lebih stabil. Hal ini dapat menyebabkan perbedaan hasil analisis yang tidak lagi merepresentasikan kondisi awal material [4].

Berdasarkan hal tersebut, penelitian ini dilakukan untuk mengevaluasi pengaruh variasi wadah penyimpanan (plastik dan botol), bentuk sampel (serbuk dan *pellet*), serta kondisi lingkungan penyimpanan (suhu ruang dan luar ruangan) terhadap kestabilan sampel yang telah dipreparasi. Sampel yang telah melalui tahapan pengeringan, pengecilan ukuran hingga 200 mesh, homogenisasi, serta pembentukan pellet kemudian disimpan dalam delapan variasi perlakuan sebelum dianalisis menggunakan alat Epsilon 4 X-Ray Fluorescence.

Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi mengenai metode penyimpanan sampel yang paling optimal, sehingga kestabilan sampel tetap terjaga dan hasil analisis XRF tetap akurat serta presisi. Selain itu, penelitian ini juga dapat menjadi acuan dalam penyusunan prosedur standar penanganan dan penyimpanan sampel di laboratorium analisis material.

2. Metode Penelitian

Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan kurang lebih 3 bulan selama bulan Februari – April 2026, di Laboratorium PT Anugerah Bangun Makmur.

Bahan dan Alat

1. Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah sampel nikel ore yang digunakan merupakan sampel bijih nikel laterit yang berasal dari area tambang PT Anugerah Bangun Makmur, Kabupaten Luwuk Banggai, Provinsi Sulawesi Tengah. Sampel diperoleh dari hasil kegiatan quality control dan digunakan sebagai sampel komposit untuk penelitian.

2. Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah alat *xrf epsilon 4*, oven, timbangan, alat *press pellet*, plastik zip, botol kaca tertutup, *jaw crusher*, *discmill*, *pulverizer*, *scoop 10D*, talang, alat *mixing*, cup aluminium

Proses Penelitian

1. Preparasi Sampel

Sampel *nickel ore* yang digunakan merupakan bijih nikel laterit yang berasal dari area tambang PT Anugerah Bangun Makmur, Kabupaten Banggai, Provinsi Sulawesi Tengah. Sampel diperoleh dari kegiatan *quality control* dan digunakan sebagai sampel komposit untuk penelitian. Sampel terlebih dahulu dikeringkan menggunakan oven pada suhu 105°C selama kurang lebih 8 jam untuk menghilangkan kadar air yang dapat memengaruhi hasil analisis. Setelah proses pengeringan, sampel direduksi ukurannya menggunakan *jaw crusher* hingga mencapai ukuran -3 mm. Sampel kemudian dilakukan proses pencampuran (*mixing*) dan reduksi menggunakan metode matriks 4×5 dengan bantuan *scoop 10D* untuk memperoleh sampel yang representatif. Sampel selanjutnya digerus menggunakan *disc mill* hingga mencapai ukuran 100 mesh, kemudian dilanjutkan dengan proses penghalusan menggunakan *pulverizer* hingga mencapai ukuran 200 mesh. Setelah seluruh tahapan pengecilan

ukuran selesai, sampel kembali dilakukan proses *mixing* untuk memastikan homogenitas sampel sebelum tahap analisis dan penyimpanan.

2. Pembagian dan Penyimpanan Sampel
Sampel dibagi sesuai kombinasi perlakuan:

1. serbuk plastik luar ruangan
2. serbuk plastik suhu ruang
3. serbuk botol kaca luar ruang
4. serbuk botol kaca suhu ruang
5. pellet plastik luar ruang
6. pellet plastik suhu ruang
7. pellet botol kaca luar ruang
8. pellet botol kaca suhu ruang

Sampel yang berbentuk pellet dibuat menggunakan alat *pellet press* dengan tekanan sebesar 20 ton sehingga diperoleh pellet yang padat dan seragam. Sampel kemudian disimpan pada dua kondisi lingkungan, yaitu suhu ruang dan luar ruangan. Selama penyimpanan, suhu dan kelembaban relatif (*relative humidity*) lingkungan dicatat secara berkala untuk mengetahui pengaruh kondisi lingkungan terhadap kestabilan sampel.

Masing-masing disimpan selama 0, 1, 3, 7, dan 14 hari.

3. Pengujian Menggunakan XRF

Analisis unsur dilakukan menggunakan instrumen *Energy Dispersive X-Ray Fluorescence* (EDXRF) Epsilon 4. Kalibrasi instrumen dilakukan menggunakan metode *empirical calibration* yang tersedia pada perangkat lunak Epsilon 4. Verifikasi kalibrasi dilakukan secara berkala menggunakan *Certified Reference Material* (CRM) sebelum analisis sampel dilaksanakan. CRM yang digunakan terdiri atas OREAS 183, OREAS 192, dan OREAS 193 yang merupakan standar bijih nikel laterit dengan nilai sertifikat untuk unsur Ni, Fe, MgO, dan SiO₂. Penggunaan CRM bertujuan untuk memastikan akurasi dan ketertelusuran hasil pengukuran. Pengujian dilakukan pada hari ke-0 sebagai kontrol dan diulang pada setiap interval waktu penyimpanan dengan parameter instrumen yang sama. Unsur yang dianalisis meliputi Ni, Fe, MgO, dan SiO₂ dengan kelembapan *relative* 79%.

4. Analisis Data

Data hasil analisis XRF diolah untuk mengevaluasi perubahan komposisi kimia sampel selama penyimpanan. Analisis dilakukan terhadap:

1. Perubahan kadar Ni, Fe, MgO, dan SiO₂ pada setiap perlakuan dan waktu penyimpanan.
2. Tren perubahan kadar unsur akibat perbedaan jenis wadah dan kondisi penyimpanan.
3. Nilai *Relative Standard Deviation* (%RSD) sebagai indikator kestabilan hasil analisis.
4. Perbandingan kestabilan antara sampel serbuk dan pellet selama penyimpanan.
5. Penentuan *shelf-life* sampel berdasarkan kestabilan kadar Ni, Fe, MgO, dan SiO₂ selama periode penyimpanan serta kecenderungan peningkatan nilai %RSD.
6. Penyusunan rancangan Standar Operasional Prosedur (SOP) penyimpanan sampel berdasarkan kombinasi perlakuan yang memberikan kestabilan terbaik.

Analisis dilakukan satu kali pada setiap sampel sehingga penelitian ini bersifat evaluasi tren perubahan kadar selama penyimpanan dan tidak menggunakan ulangan analisis laboratorium. Data yang diperoleh digunakan untuk mengidentifikasi kondisi penyimpanan yang paling efektif dalam mempertahankan kestabilan sampel bijih nikel untuk analisis XRF.

Perubahan (%) hari ke-14 terhadap hari ke-0 yang dihitung dengan rumus:

$$\% \text{Perubahan} = \frac{C_{14} - C_0}{C_0} \times 100\%$$

Nilai *Relative Standard Deviation* (%RSD) untuk seluruh parameter yang dianalisis, yaitu Ni, Fe, MgO, dan SiO₂, sebagai indikator kestabilan hasil analisis selama penyimpanan. Nilai %RSD dihitung menggunakan persamaan:

$$\%RSD = \frac{\sigma}{\bar{x}} \times 100\%$$

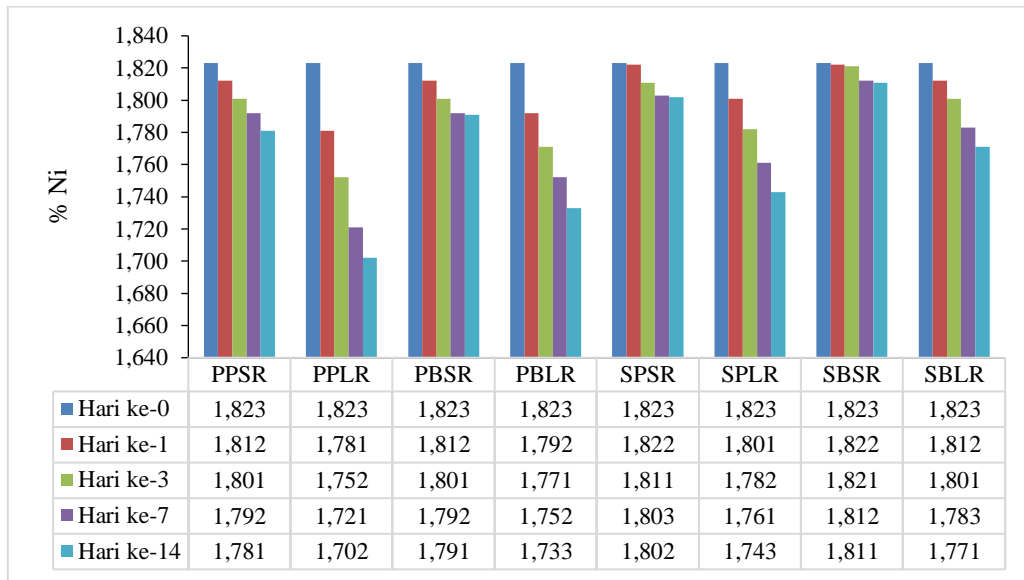
dimana σ adalah standar deviasi dan \bar{x} adalah nilai rata-rata hasil pengukuran.

3. Hasil dan Pembahasan

Kondisi penyimpanan sampel merupakan salah satu faktor penting yang dapat memengaruhi hasil analisis laboratorium. Penelitian ini bertujuan untuk mengevaluasi pengaruh variasi wadah penyimpanan dan kondisi lingkungan terhadap ketahanan sampel serta hasil pengujian XRF

Kode sampel:

Pellet Plastik Suhu Ruang	: PPSR
Pellet Plastik Luar Ruang	: PPLR
Pellet Botol Suhu Ruang	: PBSR
Pellet Botol Luar Ruang	: PBLR
Serbuk Plastik Suhu Ruang	: SPSR
Serbuk Plastik Luar Ruang	: SPLR
Serbuk Botol Suhu Ruang	: SBSR
Serbuk Botol Luar Ruang	: SBLR



Gambar 1. Hasil Analisis Kadar Ni

Tabel 1. Persentase Perubahan Kadar Ni

Sampel	Hari ke-0 (%)	Hari ke-14 (%)	% Perubahan
PPSR	1,823	1,781	-2,30
PPLR	1,823	1,702	-6,64
PBSR	1,823	1,791	-1,76
PBLR	1,823	1,733	-4,94
SPSR	1,823	1,802	-1,15
SPLR	1,823	1,743	-4,39
SBSR	1,823	1,811	-0,66
SBLR	1,823	1,771	-2,85

Perubahan kadar Ni terbesar terjadi pada PPLR sebesar -6,64%, sedangkan perubahan terkecil terjadi pada SBSR sebesar -0,66%. Hasil ini menunjukkan bahwa kombinasi wadah plastik dan penyimpanan luar ruangan menghasilkan ketidakstabilan tertinggi, sedangkan botol kaca pada suhu ruang memberikan kestabilan terbaik.

Pada parameter Ni, nilai %RSD berkisar antara 0,29–2,68%. Sampel SBSR (Serbuk Botol Suhu Ruang) menunjukkan nilai % RSD terendah sebesar 0,29%, sedangkan nilai tertinggi ditemukan pada PPLR (Pellet Plastik Luar Ruang) sebesar 2,68%. Hasil ini menunjukkan bahwa penyimpanan dalam botol kaca pada suhu ruang mampu mempertahankan kestabilan kadar Ni dengan lebih baik dibandingkan penyimpanan dalam wadah plastik di luar ruangan. Nilai %RSD yang lebih tinggi pada PPLR mengindikasikan bahwa kombinasi suhu yang fluktuatif dan wadah plastik menyebabkan perubahan kadar Ni yang lebih besar selama penyimpanan [5].

Tabel 2. Hasil %RSD Ni

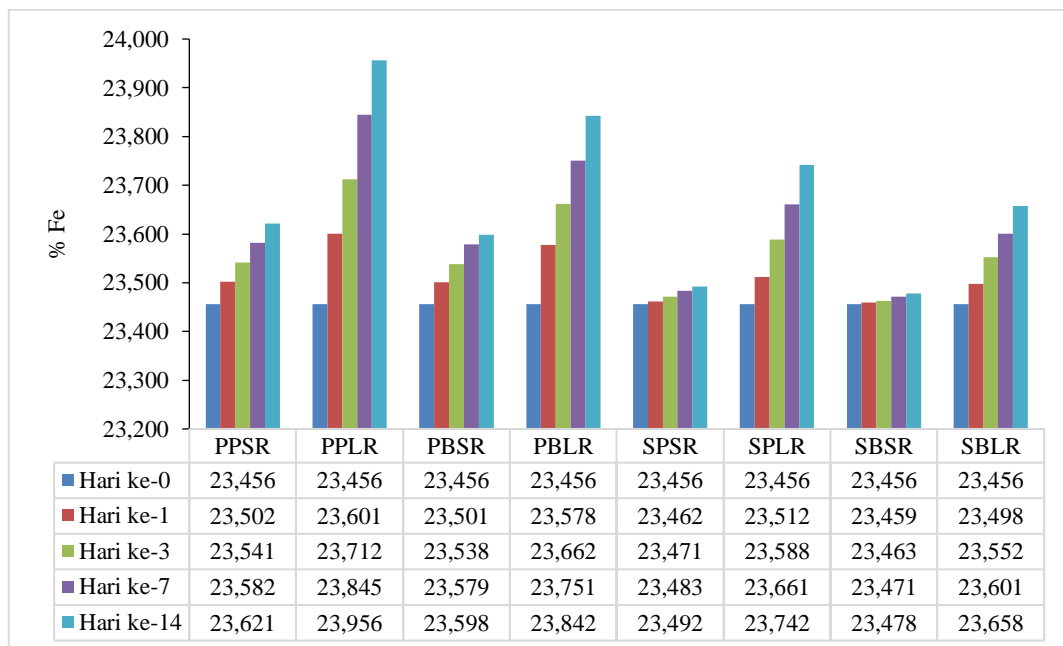
Sampel	%RSD
PPSR	0,94
PPLR	2,68
PBSR	0,70
PBLR	1,96
SPSR	0,48
SPLR	1,71
SBSR	0,29
SBLR	1,13

Mekanisme Fisika

Penurunan kadar Ni yang terukur selama penyimpanan diduga berkaitan dengan perubahan kadar air pada sampel. Kelembapan udara yang tinggi menyebabkan adsorpsi uap air pada permukaan partikel bijih. Air yang terserap dapat menyerap (*absorption*) dan menghamburkan (*scattering*) sinar-X sehingga intensitas fluoresens unsur yang diterima detektor menjadi lebih rendah. Akibatnya, konsentrasi Ni yang terbaca oleh instrumen EDXRF cenderung menurun meskipun kandungan Ni aktual dalam sampel relatif tetap. Pengaruh kadar air terhadap analisis XRF telah dilaporkan oleh [6], yang menunjukkan bahwa peningkatan kadar air menyebabkan penurunan intensitas sinar-X karakteristik karena efek absorpsi dan hamburan radiasi. Hasil serupa juga dilaporkan oleh Bader et al (2018)[7] yang menemukan bahwa kadar air yang tinggi dapat menurunkan konsentrasi Ni, Fe, dan unsur lainnya yang terukur menggunakan XRF.

Mekanisme Kimia

Penurunan kadar Ni yang terukur juga dapat dipengaruhi oleh proses oksidasi yang berlangsung selama penyimpanan. Paparan oksigen dan kelembapan menyebabkan Fe^{2+} teroksidasi menjadi Fe^{3+} dan membentuk mineral oksida maupun oksihidroksida besi seperti goetit ($FeOOH$) dan hematit (Fe_2O_3). Pada bijih nikel laterit, Ni diketahui banyak berasosiasi dengan mineral goetit sehingga perubahan fase besi akibat oksidasi dapat memengaruhi distribusi Ni dalam matriks sampel. Pembentukan lapisan oksida besi pada permukaan partikel juga dapat meningkatkan efek matriks (*matrix effect*) yang memengaruhi emisi fluoresensi Ni saat analisis EDXRF. Akibatnya, intensitas sinyal Ni yang diterima detektor menjadi lebih rendah sehingga kadar Ni terukur mengalami penurunan. Fenomena asosiasi Ni dengan goetit dan perubahan mineral oksida besi pada laterit telah dijelaskan oleh [8] serta [9].



Gambar 2. Hasil Analisis Kadar Fe

Tabel 3. Persentase Perubahan Kadar Fe

Sampel	Hari ke-0 (%)	Hari ke-14 (%)	% Perubahan
PPSR	23,456	23,621	+0,70
PPLR	23,456	23,956	+2,13
PBSR	23,456	23,598	+0,61
PBLR	23,456	23,842	+1,65
SPSR	23,456	23,492	+0,15
SPLR	23,456	23,742	+1,22
SBSR	23,456	23,478	+0,09
SBLR	23,456	23,658	+0,86

Berdasarkan persentase perubahan kadar Fe selama 14 hari penyimpanan, seluruh sampel menunjukkan kecenderungan peningkatan kadar Fe. Peningkatan terbesar terjadi pada sampel Pellet Plastik Luar Ruang (PPLR) sebesar 2,13%, diikuti oleh Pellet Botol Luar Ruang (PBLR) sebesar 1,65%. Sebaliknya, peningkatan terkecil terjadi pada Serbuk Botol Suhu Ruang (SBSR) sebesar 0,09%. Hasil ini menunjukkan bahwa kondisi luar ruangan dan penggunaan wadah plastik menyebabkan perubahan kadar Fe yang lebih besar dibandingkan penyimpanan pada suhu ruang dan penggunaan botol kaca. Peningkatan kadar Fe diduga berkaitan dengan proses oksidasi mineral besi yang berlangsung lebih cepat pada suhu dan kelembapan yang lebih tinggi, sehingga memengaruhi komposisi permukaan sampel yang dianalisis menggunakan XRF [10].

Tabel 4. Hasil %RSD Fe

Sampel	%RSD
PPSR	0,26
PPLR	0,80
PBSR	0,22
PBLR	0,62
SPSR	0,06
SPLR	0,43
SBSR	0,04
SBLR	0,29

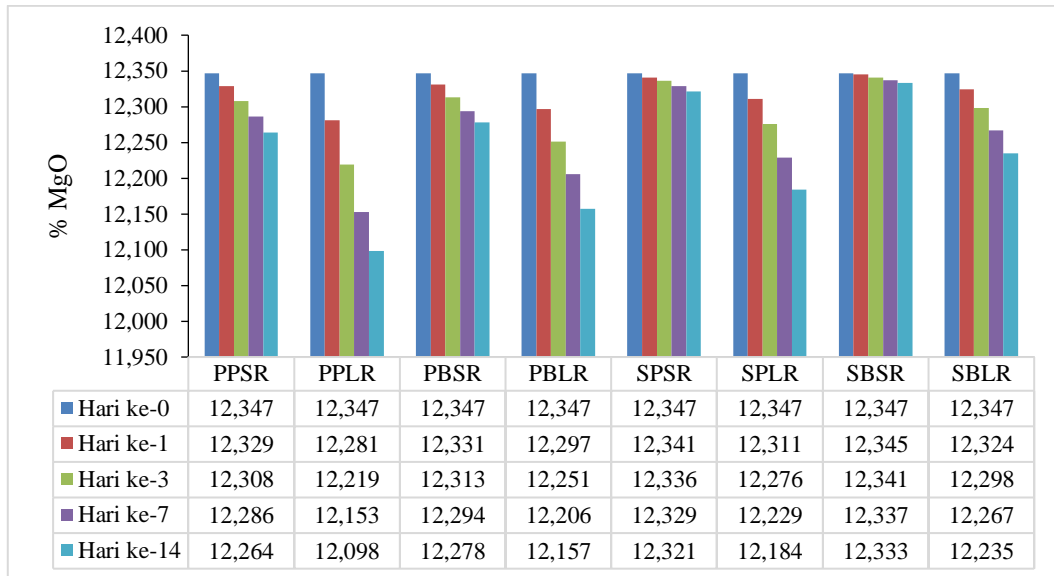
Pada parameter Fe, nilai %RSD berada pada rentang 0,04–0,80%. Sampel SBSR kembali menunjukkan kestabilan terbaik dengan nilai %RSD sebesar 0,04%, sedangkan nilai tertinggi terdapat pada PPLR sebesar 0,80%. Nilai %RSD Fe yang relatif rendah menunjukkan bahwa unsur Fe memiliki kestabilan yang lebih baik dibandingkan Ni selama penyimpanan. Meskipun demikian, peningkatan kadar Fe yang terjadi pada sampel luar ruangan menunjukkan adanya pengaruh proses oksidasi yang berlangsung selama penyimpanan.

Mekanisme Fisika

Berdasarkan grafik, kadar Fe cenderung meningkat selama penyimpanan pada seluruh perlakuan, terutama pada sampel yang disimpan di luar ruang (PPLR dan PBLR). Peningkatan kadar Fe yang terukur dapat disebabkan oleh berkurangnya kadar air dalam sampel akibat proses evaporasi selama penyimpanan. Ketika air berkurang, konsentrasi relatif unsur padatan dalam sampel menjadi lebih tinggi sehingga kadar Fe yang terbaca oleh EDXRF meningkat. Selain itu, perubahan kadar air dapat mengurangi efek absorpsi dan hamburan sinar-X oleh molekul air sehingga sinyal fluoresensi Fe yang diterima detektor menjadi lebih kuat. Sampel yang disimpan di luar ruang mengalami fluktuasi suhu yang lebih besar sehingga proses penguapan air berlangsung lebih intensif dan menyebabkan peningkatan kadar Fe yang lebih tinggi dibandingkan sampel yang disimpan pada suhu ruang. Pengaruh kadar air terhadap intensitas sinar-X telah dilaporkan oleh [11] dan penelitian terbaru menunjukkan bahwa kadar air dapat memengaruhi akurasi pengukuran unsur menggunakan XRF.

Mekanisme Kimia

Peningkatan kadar Fe yang terukur juga dapat dikaitkan dengan proses oksidasi selama penyimpanan. Paparan oksigen dan kelembapan menyebabkan Fe^{2+} mengalami oksidasi menjadi Fe^{3+} yang kemudian membentuk mineral oksihidroksida besi seperti goetit ($FeOOH$) dan oksida besi seperti hematit (Fe_2O_3). Pada bijih nikel laterit, pembentukan fase Fe^{3+} yang lebih stabil dapat meningkatkan dominasi mineral besi pada permukaan partikel sehingga intensitas fluoresens Fe yang dihasilkan menjadi lebih tinggi. Sampel yang disimpan di luar ruang memiliki kontak lebih besar dengan oksigen, kelembapan, dan perubahan suhu sehingga laju oksidasi berlangsung lebih cepat. Akibatnya, peningkatan kadar Fe yang terukur pada PPLR dan PBLR lebih besar dibandingkan perlakuan lainnya. Proses transformasi Fe menjadi goetit dan hematit merupakan mekanisme umum pada pelapukan laterit dan telah banyak dilaporkan pada penelitian bijih nikel laterit [12].



Gambar 3. Hasil Analisis MgO

Tabel 5. Persentase Perubahan Kadar MgO

Sampel	Hari ke-0 (%)	Hari ke-14 (%)	% Perubahan
PPSR	12,347	12,264	-0,67
PPLR	12,347	12,098	-2,02
PBSR	12,347	12,278	-0,56
PBLR	12,347	12,157	-1,54
SPSR	12,347	12,321	-0,21
SPLR	12,347	12,184	-1,32
SBSR	12,347	12,333	-0,11
SBLR	12,347	12,235	-0,91

Penurunan MgO terbesar terjadi pada PPLR sebesar -2,02%, sedangkan yang paling stabil adalah SBSR dengan perubahan hanya -0,11%.

Tabel 5. Hasil %RSD MgO

Sampel	%RSD
PPSR	0,24
PPLR	0,71
PBSR	0,20
PBLR	0,54
SPSR	0,08
SPLR	0,45
SBSR	0,04
SBLR	0,31

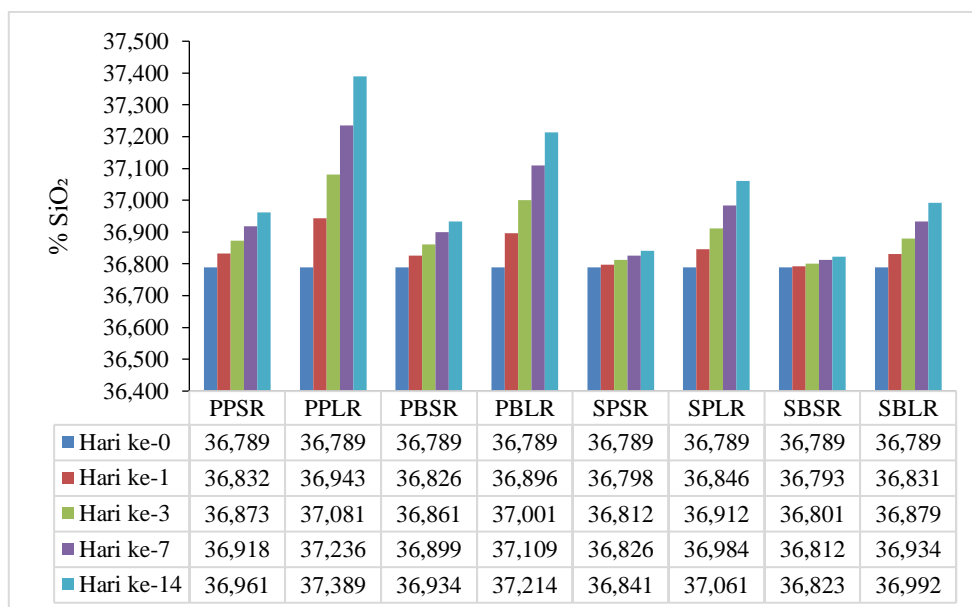
Parameter MgO menunjukkan nilai %RSD antara 0,04–0,71%. Nilai terendah diperoleh pada SBSR sebesar 0,04%, sedangkan nilai tertinggi terdapat pada PPLR sebesar 0,71%. Hasil ini menunjukkan bahwa MgO relatif stabil selama penyimpanan, namun tetap mengalami variasi yang lebih besar pada kondisi luar ruangan akibat perubahan kadar air dan kondisi lingkungan yang lebih fluktuatif.

Mekanisme Fisika

Berdasarkan grafik, kadar MgO pada seluruh sampel cenderung mengalami penurunan selama penyimpanan, terutama pada sampel yang disimpan di luar ruang seperti PPLR, PBLR, dan SPLR. Penurunan ini dapat disebabkan oleh perubahan kadar air dan kondisi fisik sampel akibat fluktuasi suhu serta kelembapan lingkungan. Variasi kadar air dapat mengubah densitas dan homogenitas sampel sehingga memengaruhi interaksi sinar-X dengan matriks sampel selama analisis EDXRF. Selain itu, perubahan distribusi partikel dan terjadinya pepadatan atau penggumpalan selama penyimpanan dapat menyebabkan intensitas fluoresensi Mg yang diterima detektor menjadi lebih rendah. Unsur Mg memiliki nomor atom yang relatif rendah sehingga sinyal fluoresensinya lebih mudah mengalami atenuasi dibandingkan unsur yang lebih berat seperti Fe dan Ni. Akibatnya, perubahan kondisi fisik sampel selama penyimpanan dapat menyebabkan kadar MgO yang terukur cenderung menurun. Pengaruh kadar air terhadap intensitas fluoresensi unsur dalam analisis XRF telah dilaporkan oleh [13].

Mekanisme Kimia

Secara kimia, penurunan kadar MgO berkaitan dengan perubahan mineralogi yang terjadi selama proses oksidasi dan pelapukan lanjutan pada sampel laterit. Magnesium pada bijih nikel laterit umumnya berada dalam mineral silikat seperti serpentin dan olivin yang dominan pada zona saprolit. Paparan oksigen, kelembapan, dan perubahan suhu selama penyimpanan dapat mempercepat proses alterasi mineral sehingga sebagian Mg menjadi lebih mudah terlepas dari struktur mineral dibandingkan Fe yang cenderung membentuk fase oksida stabil. Proses oksidasi yang menghasilkan pembentukan goetit dan hematit juga menyebabkan dominasi fase besi dalam matriks sampel meningkat, sehingga proporsi relatif MgO yang terdeteksi menjadi lebih rendah. Kondisi ini terlihat jelas pada sampel luar ruang yang mengalami penurunan MgO lebih besar dibandingkan sampel suhu ruang. Transformasi mineral silikat dan oksida pada bijih nikel laterit telah dijelaskan oleh [8] dan [9], yang menunjukkan bahwa perubahan fase mineral dapat memengaruhi distribusi unsur Mg, Fe, dan Ni dalam matriks laterit [14].



Gambar 4. Hasil Analisis SiO₂

Tabel 6. Persentase Perubahan Kadar SiO₂

Sampel	Hari ke-0 (%)	Hari ke-14 (%)	% Perubahan
PPSR	36,789	36,961	+0,47
PPLR	36,789	37,389	+1,63
PBSR	36,789	36,934	+0,39

Sampel	Hari ke-0 (%)	Hari ke-14 (%)	% Perubahan
PBLR	36,789	37,214	+1,15
SPSR	36,789	36,841	+0,14
SPLR	36,789	37,061	+0,74
SBSR	36,789	36,823	+0,09
SBLR	36,789	36,992	+0,55

Peningkatan SiO₂ terbesar terjadi pada PPLR sebesar 1,63%, sedangkan peningkatan terkecil terjadi pada SBSR sebesar 0,09%.

Tabel 7. Hasil %RSD SiO₂

Sampel	%RSD
PPSR	0,19
PPLR	0,64
PBSR	0,15
PBLR	0,46
SPSR	0,06
SPLR	0,29
SBSR	0,03
SBLR	0,21

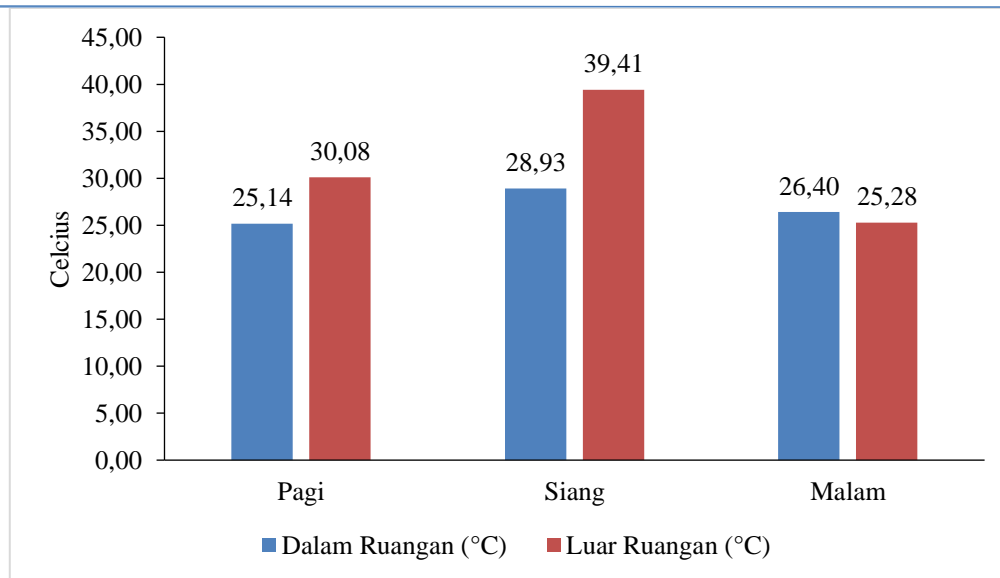
Pada parameter SiO₂, nilai %RSD berkisar antara 0,03–0,64%. Sampel SBSR memiliki nilai %RSD paling rendah yaitu 0,03%, sedangkan PPLR memiliki nilai tertinggi sebesar 0,64%. Rendahnya nilai %RSD SiO₂ menunjukkan bahwa unsur ini merupakan parameter yang paling stabil selama penyimpanan. Peningkatan kadar SiO₂ yang teramati selama penyimpanan terjadi secara bertahap dan relatif konsisten sehingga menghasilkan variasi yang kecil [15].

Mekanisme Fisika

Berdasarkan grafik, kadar SiO₂ menunjukkan tren peningkatan selama penyimpanan pada hampir seluruh perlakuan, terutama pada sampel Pellet Plastik Luar Ruang (PPLR) dan Pellet Botol Luar Ruang (PBLR). Peningkatan kadar SiO₂ yang terukur dapat disebabkan oleh perubahan kadar air dalam sampel akibat paparan suhu dan kelembapan lingkungan. Penguapan air selama penyimpanan menyebabkan fraksi padatan dalam sampel menjadi lebih dominan sehingga konsentrasi relatif SiO₂ meningkat. Selain itu, berkurangnya kadar air mengurangi efek absorpsi dan hamburan sinar-X yang dapat menghalangi deteksi unsur oleh instrumen EDXRF. Akibatnya, intensitas fluoresensi Si menjadi lebih tinggi dan kadar SiO₂ yang terukur cenderung meningkat. Pengaruh kadar air terhadap hasil analisis XRF telah dilaporkan oleh [16], yang menunjukkan bahwa kelembapan dapat memengaruhi intensitas sinar-X dan akurasi pengukuran unsur.

Mekanisme Kimia

Secara kimia, peningkatan kadar SiO₂ dapat dikaitkan dengan perubahan mineralogi selama penyimpanan. Pada bijih nikel laterit, silika umumnya berada dalam mineral silikat seperti serpentin, kuarsa, dan olivin. Selama penyimpanan, terutama pada kondisi luar ruang, proses oksidasi lebih dominan terjadi pada mineral yang mengandung Fe dibandingkan mineral silikat. Pembentukan oksida dan oksihidroksida besi akibat oksidasi menyebabkan perubahan komposisi matriks sampel sehingga proporsi relatif SiO₂ menjadi lebih tinggi. Selain itu, mineral silikat cenderung lebih stabil terhadap oksidasi atmosfer dibandingkan mineral pembawa Fe, sehingga kandungan SiO₂ yang terukur relatif meningkat seiring waktu penyimpanan. Kondisi ini terlihat pada sampel PPLR dan PBLR yang menunjukkan kenaikan SiO₂ paling besar akibat paparan suhu, kelembapan, dan oksigen yang lebih intensif. Transformasi mineral pada laterit serta hubungan antara fase silikat dan oksida besi telah dijelaskan oleh [17] dan [10].



Gambar 5. Hasil Analisis Suhu

Data suhu menunjukkan perbedaan yang cukup jelas antara kondisi dalam ruangan dan luar ruangan pada tiga waktu pengamatan. Pada pagi hari, suhu dalam ruangan sebesar 25,14°C sedangkan luar ruangan mencapai 30,08°C. Pada siang hari, suhu meningkat signifikan menjadi 28,93°C di dalam ruangan dan 39,41°C di luar ruangan, yang merupakan kondisi paling ekstrem. Pada malam hari, suhu dalam ruangan sebesar 26,40°C dan luar ruangan 25,28°C, di mana suhu luar mulai menurun dan bahkan sedikit lebih rendah dari dalam ruangan.

Variasi suhu ini berkaitan langsung dengan perubahan komposisi sampel yang telah diamati. Suhu luar ruangan yang lebih tinggi, terutama pada siang hari (39,41°C), mempercepat proses fisik dan kimia seperti penguapan kadar air dan oksidasi mineral. Kondisi ini menyebabkan penurunan kadar Ni dan MgO serta peningkatan kadar Fe dan SiO₂ pada sampel yang disimpan di luar ruangan. Fluktuasi suhu yang besar dari pagi ke siang juga meningkatkan ketidakstabilan sampel [11].

Sebaliknya, suhu dalam ruangan relatif lebih stabil dengan rentang yang lebih sempit (25,14–28,93°C), sehingga perubahan komposisi sampel berlangsung lebih lambat. Stabilitas suhu ini mendukung kestabilan kadar unsur, sehingga hasil analisis XRF menjadi lebih akurat dan presisi. Dengan demikian, semakin tinggi dan fluktuatif suhu lingkungan penyimpanan, terutama pada kondisi luar ruangan, maka semakin besar pula perubahan komposisi sampel yang dapat mempengaruhi hasil analisis [18].

Penentuan *shelf-life*

Berdasarkan kestabilan kadar unsur, *shelf-life* terbaik berada pada rentang hingga 3 hari untuk kondisi luar ruangan karena setelah hari ke-3 mulai terlihat perubahan signifikan pada Ni, Fe, dan SiO₂. Pada suhu ruang, sampel masih relatif stabil hingga 7 hari, terutama pada bentuk serbuk dan wadah botol kaca. Setelah hari ke-7, mulai terjadi perubahan yang lebih jelas sehingga kurang direkomendasikan untuk analisis yang membutuhkan akurasi tinggi. Dengan demikian, *shelf-life* optimal adalah ≤3 hari (luar ruangan) dan ≤7 hari (suhu ruang)

Draft SOP penyimpanan terbaik

Sampel disimpan dalam wadah botol kaca tertutup rapat untuk meminimalkan interaksi dengan lingkungan. Penyimpanan dilakukan pada suhu ruang yang stabil (±25–28°C) dan dihindarkan dari paparan langsung sinar matahari serta fluktuasi suhu tinggi. Sampel sebaiknya disimpan dalam kondisi kering untuk mencegah perubahan kadar air dan oksidasi. Waktu penyimpanan sebelum analisis XRF dibatasi maksimal 7 hari, dengan rekomendasi terbaik dilakukan analisis dalam 1–3 hari setelah preparasi. Hindari penyimpanan di luar ruangan karena dapat meningkatkan ketidakstabilan komposisi. Sebelum analisis, sampel dihomogenkan kembali untuk memastikan distribusi unsur merata.

4. Kesimpulan

Jenis wadah penyimpanan memengaruhi kestabilan sampel. Botol kaca memberikan kestabilan yang lebih baik dibandingkan plastik karena lebih inert dan memiliki perubahan kadar unsur yang lebih kecil. Sampel paling stabil adalah SBSR dengan rata-rata %RSD 0,10%, sedangkan sampel paling tidak stabil

adalah PPLR dengan rata-rata %RSD 1,21%. Kondisi penyimpanan berpengaruh terhadap perubahan komposisi sampel. Penyimpanan luar ruangan dengan suhu lebih tinggi dan fluktuatif (30,08–39,41°C) menyebabkan penurunan Ni dan MgO serta peningkatan Fe dan SiO₂ yang lebih besar dibandingkan suhu ruang (25,14–28,93°C). Perubahan terbesar terjadi pada kadar Ni sampel PPLR sebesar 6,64%. Berdasarkan perubahan kadar unsur dan nilai %RSD, shelf-life optimal sampel adalah 3 hari untuk penyimpanan luar ruangan dan 7 hari untuk penyimpanan pada suhu ruang.

5. Referensi

- [1] L. Lintjewas, I. Setiawan, and A. Al Kausar, “Profil Endapan Nikel Laterit di Daerah Palangga, Provinsi Sulawesi Tenggara,” *Ris. Geol. dan Pertamb.*, vol. 29, no. 1, p. 91, Jun. 2019, doi: 10.14203/risetgeotam2019.v29.970.
- [2] dan R. Mubarak, A.M.N., Ariani, F., “Pengaruh Moisture Content Terhadap Zona Gradasi Tanah Tambang Di Morowali Utara,” *Saintis*, vol. 3, no. April, pp. 50–57, 2022.
- [3] A. Eljoudiani *et al.*, “Technological Characterization of Cobalt and Nickel Ores from Greece for Metal Recovery,” *Separations*, vol. 11, no. 12, p. 345, Dec. 2024, doi: 10.3390/sep11120345.
- [4] A. Hernanto, J. Pitulima, and D. E. Andini, “Analisis Pengaruh Perubahan Nilai Total Moisture Dan Ash Content Terhadap Nilai Kalori Batubara Di Unit Pelabuhan Pt Bukit Asam Tbk Tarahan Bandar Lampung,” *Mineral*, vol. 5, no. 1, pp. 7–12, 2020, doi: 10.33019/mineral.v5i1.3053.
- [5] D. Idamayanti, A. Siswanto, R. Widodo, and A. B. Iskandar, “Wet Reclamation for Improving Properties of Waste Silica Sand from Foundry,” *Int. J. Eng. Appl. Sci.*, vol. 5, no. 5, 2018.
- [6] A. Carreras, J. Trincavelli, R. Bonetto, and G. Castellano, “Determination of L-shell intensity ratios for Yb, Hf and Ta by a parameter refinement method,” *X-Ray Spectrom.*, vol. 34, no. 2, pp. 124–127, Mar. 2005, doi: 10.1002/xrs.772.
- [7] C. Bader, M. Müller, S. Szidat, R. Schulin, and J. Leifeld, “Response of peat decomposition to corn straw addition in managed organic soils,” *Geoderma*, vol. 309, pp. 75–83, Jan. 2018, doi: 10.1016/j.geoderma.2017.09.001.
- [8] M. A. Rhamdhani, P. C. Hayes, and E. Jak, “Nickel laterite Part 1 – microstructure and phase characterisations during reduction roasting and leaching,” *Miner. Process. Extr. Metall.*, vol. 118, no. 3, pp. 129–145, Sep. 2009, doi: 10.1179/174328509X431391.
- [9] L. Santoro, F. Putzolu, N. Mondillo, M. Boni, and R. Herrington, “Trace element geochemistry of iron-(oxy)-hydroxides in Ni(Co)-laterites: Review, new data and implications for ore forming processes,” *Ore Geol. Rev.*, vol. 140, p. 104501, 2022, doi: <https://doi.org/10.1016/j.oregeorev.2021.104501>.
- [10] N. Mijatović, M. Vasić, L. Miličić, M. Radomirović, and Z. Radojević, “Fired pressed pellet as a sample preparation technique of choice for an energy dispersive X-ray fluorescence analysis of raw clays,” *Talanta*, vol. 252, no. August 2022, 2023, doi: 10.1016/j.talanta.2022.123844.
- [11] & L. Zhu, Zheng, Zhu, Pan, Li, AN, “Utilization of Limonitic Nickel Laterite to Produce Ferronickel Concentrate by The Selective Reduction-Magnetic Separation Process. 1-11,” 2018.
- [12] G. P. Tindall and D. M. Muir, “Effect of Eh on the rate and mechanism of the transformation of goethite into hematite in a high temperature acid leach process,” *Hydrometallurgy*, vol. 47, no. 2–3, pp. 377–381, Jan. 1998, doi: 10.1016/S0304-386X(97)00047-9.
- [13] W. Wahab, D. Deniyatno, W. Ismayanti, and Y. I. Supriatna, “Pengaruh Variabel Pelindian Terhadap Ekstraksi Nikel Dalam Pelindian Bijih Nikel Laterit,” *JST (Jurnal Sains dan Teknol.)*, vol. 10, no. 2, pp. 127–134, 2021, doi: 10.23887/jstundiksha.v10i2.33125.
- [14] S. Hidayat, S. Yulianti, D. Anggreini, and S. Bahtiar, “Study of Nickel Leaching Using Sulfuric Acid and Phosphoric Acid on The Selectivity Nickel Ore,” *J. Pijar Mipa*, vol. 16, no. 3, pp. 393–396, Jun. 2021, doi: 10.29303/jpm.v16i3.2602.
- [15] N. Wahab, I. Ramli, and H. Azis, “Analysis Of Laterite Nickel Ore Quality Control Using X-Ray Fluorescence Method Analisis Pengendalian Kualitas Biji Nikel Laterit Dengan Menggunakan Metode X-,” vol. 4, no. 2, pp. 39–49, 2024.
- [16] M. R. Rikal and S. Gala, “Analisis Nikel dan Besi pada Bijih Nikel Laterit Menggunakan XRF dengan Metode Pressed Powder dan Pressed Pellet,” *J. Res. Educ. Chem.*, vol. 7, no. 2, pp. 336–347, 2025.
- [17] B. Nurul and H. Kambuna, “Pengujian Pengaruh Temperatur dan Waktu Pemanasan Terhadap Nilai Indeks Shatter Pelet Debu Pabrik Feronikel,” vol. IV, no. 2, pp. 63–67, 2018.
- [18] F. Guo, W. Liu, Y. He, X. Li, and H. Zhang, “Study on the combustion characteristics and pollutant emissions of cold-pressed pellets and pellet powders in fluidized-bed,” *Renew. Energy*, vol. 220, no. September 2023, 2024, doi: 10.1016/j.renene.2023.119689.