

**Akurasi dan Presisi Analisis Kadar Nikel (Ni) pada Sampel Nikel Laterit Menggunakan X-Ray Fluorescence Spectrometry (XRF)**Yulianti Malik^{1*}¹Program Studi Teknik Kimia Mineral Politeknik Industri Logam Morowali(*) Corresponding author: yuliantimalik04pilm@gmail.com**Abstract**

Testing laboratories are required to be able to produce reliable and accountable analysis results. In order to fulfill this, it is necessary to verify the method. Method verification has been carried out for accuracy and precision parameters for the analysis of nickel elements in laterite nickel ore using XRF based on the ASTM E1085-16 analysis method. The test results show that these two parameters meet the acceptance requirements, with an accuracy rate (TA) of 99.43%, and a low error rate of only around 0.57% and meet the acceptance test requirements with the Horwitz equation, namely $0.0100 \leq 0.0156$. Meanwhile, the precision (repeatability) test carried out also met the acceptance requirements which met the test requirements using the Horwitz equation with a ratio of $\%RSD < \frac{1}{2} CV$ Horwitz ($0.4693 < 1.84005$).

Keywords: Accuracy, precision, nikel laterit ore, XRF

1. PENDAHULUAN

Permintaan global dan fluktuasi harga logam nikel di pasar komersial, serta penurunan cadangan bijih nikel sulfida, menjadikan industri metalurgi mulai beralih ke penggunaan bijih nikel laterit sebagai bahan baku (Tong et al., 2013; McDonald dan Whittington, 2008). Bijih laterit nikel saat ini sangat menguntungkan untuk dikelola atau dikembangkan dikarenakan cadangannya yang berlimpah dan endapan terjadi di permukaan sehingga dapat ditambang dari permukaan (Bunjaku dkk., 2012; Pickles dan Elliott, 2015). Bijih nikel laterit memiliki tingkat kompleksitas tinggi dengan kadar rendah (<1,5%), mencakup sekitar 70% dari cadangan global, tetapi hanya berkontribusi sebesar 40% dari produksi nikel (Marrero et al., 2015). Kandungan unsur maupun senyawa pada nikel laterit akan mempengaruhi biaya dalam pertambangan sehingga diperlukan pembobotan untuk membandingkan nilai ekonomis logam yang terkandung dalam bijih. Oleh karena itu, setiap bijih diperlukan analisis terhadap kandungan unsur dalam bijih sebelum dilakukan pengolahan.

Analisis unsur di lakukan secara kualitatif maupun kuantitatif. Analisis kualitatif dilakukan untuk menganalisis jenis unsur yang terkandung dalam bahan sedangkan analisis kuantitatif dilakukan untuk menentukan konsentrasi unsur dalam bahan (Wahyu, 2009). *X-ray fluorescence* (XRF) yaitu teknik analisis non-destruktif yang digunakan untuk mengidentifikasi dan menentukan kadar elemen yang ada dalam sampel padat, bubuk, atau cair. Umumnya, XRF mengukur panjang gelombang setiap komponen bahan berdasarkan radiasi *fluorescence* yang dihasilkan oleh sampel ketika dikenai sinar-X (Panalytical, 2009). Sinar-X yang dipancarkan oleh bahan selanjutnya ditangkap detektor untuk dianalisis kadar unsur dalam bahan (Sumantry, 2002). Dengan mengidentifikasi panjang gelombang dari radiasi yang dipancarkan, akan dapat dilakukan analisis kualitatif untuk menentukan jenis unsur yang terkandung dalam sebuah sampel (Khairani, 2022). Metode XRF ini tidak merusak sampel dan hasilnya cepat, sehingga sering dipilih untuk aplikasi di lapangan dan industri (Jamaluddin, 2016).

Meskipun aplikasi XRF pada pengujian bahan mudah dan cepat, akan tetapi hasil analisis yang berikan harus benar-benar terpercaya. Hal tersebut dapat dicapai melalui sistem manajemen mutu sehingga laboratorium memiliki kemampuan dan kepercayaan yang baik serta hasil pengujian dapat dipertanggungjawabkan (Supriyanto dan Samin, 2007). Standar uji laboratorium harus mempunyai mutu yang berkualitas dan personil yang handal sehingga perlu dilakukan validasi maupun verifikasi metode pengujian yang dilakukan. Ini merupakan persyaratan umum kompetensi laboratorium pengujian dan laboratorium kalibrasi, yang ditetapkan dalam sistem manajemen mutu SNI ISO/IEC 17025: 2008. Validasi dan verifikasi perlu dilakukan pada metode tidak baku, metode yang didesain/dikembangkan sendiri,

metode baku di luar lingkup penggunaannya, metode baku yang dimodifikasi, maupun konfirmasi terhadap metode baku. Verifikasi metode bertujuan untuk memastikan bahwa laboratorium yang bersangkutan mampu melakukan pengujian dengan metode uji dengan hasil yang valid dan sesuai dengan tujuan penggunaannya (Sukaryono, 2017). Selain itu, verifikasi sebuah metode uji bermaksud untuk membuktikan bahwa laboratorium yang bersangkutan mampu melakukan pengujian metode tersebut dengan hasil yang valid (Riyanto, 2014). Berhubungan dengan manajemen alat ukur, verifikasi memberikan suatu cara untuk memeriksa bahwa penyimpangan antara nilai yang ditunjuk oleh suatu alat ukur dan nilai berkaitan yang diketahui dari suatu besaran yang diukur adalah secara konsisten lebih kecil daripada kesalahan maksimum yang dapat diperbolehkan yang ditetapkan oleh standar, peraturan atau spesifikasi yang khusus untuk manajemen alat ukur (Siregar, 2017).

Validasi metode analisis juga bertujuan untuk mengkonfirmasi bahwa metode analisis tersebut dapat sesuai untuk peruntukannya (Gandjar dan Rohman. A, 2007), hal tersebut merupakan langkah penting dalam mengontrol kualitas analisis kuantitatif (Abarca dkk., 2001). Upaya dalam memperoleh suatu metode yang valid dibutuhkan beberapa parameter yang perlu dilakukan yang meliputi presisi atau ketelitian, akurasi atau ketepatan, linieritas, limit deteksi, limit kuantifikasi dan ketangguhan atau uji kekuatan metode (*robustness*). Menurut EUROCHEM (2003) parameter tersebut yaitu presisi, akurasi, *limit of detection* (LoD) dan *limit of quantitation* (LoQ). Pemilihan parameter yang akan diuji tergantung dari jenis dan metode pengujian yang akan divalidasi (Chan, 2004). Suatu laboratorium yang berkualitas harus dapat mengeluarkan data yang handal dan dapat dipercaya dengan Tingkat akurasi dan presisi yang tinggi. Selain itu, Akurasi (ketelitian) dan presisi (ketepatan) dapat digunakan untuk mengevaluasi suatu hasil analisis. (Djuhariningrum. T, 2014). Oleh karena itu, dilakukan pengujian akurasi dan presisi terhadap analisis unsur Ni dalam bijih nikel laterit dengan XRF menggunakan metode pengujian standar ASTM E1085-16, untuk memberikan luaran hasil pengujian yang terpercaya dan dapat dipertanggungjawabkan.

2. METODE PENELITIAN

2.1 Dasar Teori

Validasi perlu dilakukan oleh laboratorium terhadap: Metode non standar, Metode yang dikembangkan sendiri, Metode standar yang digunakan diluar ruang lingkup, Metode standar yang dimodifikasi, Metode standar untuk menegaskan dan mengkonfirmasi bahwa metode tersebut sesuai dengan penggunaannya. Validasi metode analisis laboratorium adalah proses pengujian atau penilaian suatu hasil analisis laboratorium berdasarkan parameter-parameter: akurasi/ketelitian (*accuracy*), presisi/ketepatan (*precision*), selektivitas (*specificity*), linieritas dan rentang (*linearity and range*), ketangguhan metode (*ruggedness*), kekuatan (*robustness*) (Djuhariningrum, 2014) termasuk juga *limit of detection* (LoD) dan *Limit of Quantitation* (LoQ) (EUROCHEM, 2003). Validasi metode analisis bertujuan untuk memastikan dan mengkonfirmasi bahwa metode analisis tersebut sudah sesuai peruntukannya. Hal tersebut sangat penting dalam menjamin keandalan data hasil analisis suatu laboratorium. Validasi metode analisis kimia menunjang penerapan Standar Nasional Indonesia (SNI) No.19-17025-2000 laboratorium dan dapat memberikan manfaat bagi siapa saja yang bergerak dalam usaha jasa analisis kimia, penelitian, serta para produsen komoditi dimana salah satu penilaian kualitas produknya adalah hasil analisis kimia.

Ketelitian/akurasi (*accuracy*) adalah kesamaan atau kedekatan suatu hasil pengukuran kuantitas untuk dibandingkan terhadap nilai yang sebenarnya (*true value/correct result*). Hasil analisis terdapat penyimpangan yang signifikan (bias) tingkat akurasi rendah yang disebabkan oleh adanya kesalahan sistematis. Ketelitian hasil analisis yang baik dengan nilai deviasi rendah. Semakin tinggi akurasi hasil analisis, semakin rendah RSD (*Relative Standard Deviation*) tidak terjadi bias. Sumber kesalahan yang terjadi pada Tingkat akurasi adalah kesalahan sistematis terdapat pada alat dapat dihilangkan dengan kalibrasi (Djuhariningrum. T, 2014). Penentuan tingkat akurasi dapat dilakukan dengan 3 cara yaitu uji tingkat akurasi (TA) hasil berdasarkan kesalahan, uji akurasi presisi berdasarkan persamaan Horwitz dan uji akurasi dan presisi berdasarkan tingkat kepercayaan (*t-student*). Apabila CRM/SRM sulit didapatkan atau tidak memadai, maka dapat diganti dengan bahan yang karakteristiknya mirip contoh uji yang diperkaya analit dengan kemurnian tingkat tinggi, ditentukan dengan melakukan perbandingan metode dan/atau menggunakan standar adisi (Harmita, 2004). Hasil akurasi atau kecermatan yang kurang baik merupakan indikator kesalahan sistematis dalam metode seperti pada tahap preparasi maupun tahap analisis (Sabrina, 2020).

1. Uji Tingkat akurasi (TA) berdasarkan kesalahan sistematik dihitung dengan persamaan:

$$D = \frac{C_{srm} - C_s}{C_{srm}} \times 100\% \quad (1)$$

$$TA = (100 - D)\% \quad (2)$$

dimana:

- D = kesalahan/simpangan baku
 C_{SRM} = Konsentrasi U dalam contoh CRM
 C_s = Konsentrasi U hasil analisis
 TA = Tingkat akurasi hasil analisis U

Simpangan baku ditentukan dengan persamaan:

$$S = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{(n-1)}} \quad (3)$$

2. Uji akurasi berdasarkan persamaan Horwitz, digunakan rumus:

$$[N_{srtf} - N_{ana}] \leq 1,95 \times \sqrt{(U_{srtf}^2 + U_{ana}^2)} \quad (4)$$

Dengan:

- N_{srt} = kadar sertifikat,
 N_{anal} = kadar hasil analisis.
 U_{srt} = Standar deviasi SRM,
 U_{ana} = Standar deviasi hasil analisis.

Akurasi dinyatakan baik jika memenuhi persamaan (4)

3. Uji akurasi berdasarkan *t-student*, dihitung dengan:

$$\mu = \bar{x} \pm \frac{tS}{\sqrt{n}} \quad \text{dengan} \quad S = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{(n-1)}} \quad (5)$$

dimana:

- S = Standar deviasi
 μ = Konsentrasi U dalam CRM
 \bar{x} = Konsentrasi U rata hasil analisis
 n = Jumlah pengamatan
 t = Pengujian hipotesa data (Djuhariningrum. T, 2014)

Presisi (ketepatan) kesesuaian beberapa data pengukuran yang sama yang dilakukan secara berulang. Dengan kata lain presisi disebut sebagai kedekatan hasil yang diterima baik sebagai nilai teoritis maupun sebagai nilai rujukan yang diterima dengan nilai yang diperoleh dari hasil pengukuran (ICH, 1995). Presisi juga merupakan keadaan kedekatan antara hasil tes yang diperoleh di bawah kondisi yang ditetapkan (Fleming dan Williams, 1996). Semakin dekat nilai-nilai hasil pengulangan pengukuran maka semakin tinggi presisi pengukuran tersebut. Presisi menggambarkan kesalahan acak dari suatu hasil pengukuran. Kesalahan acak berasal dari pengaruh-pengaruh yang tidak dapat diperkirakan, bervariasi terhadap ruang dan bersifat sementara. Kesalahan acak sulit untuk dihindari, banyak berhubungan dengan instrumen ukur, peralatan contoh yang diukur, prosedur kerja dan lingkungan (Aprilia, 2018).

Penentuan presisi dapat dibedakan atas 3 kategori yaitu *Repeatabilty*, *Precision Intermediate*, dan *Reproducibility*. Kedapatulangan (*repeatability*) adalah ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian

antara hasil uji individual, diukur melalui penyebaran hasil individual dari rata-rata jika prosedur diterapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogen. Uji kedapatulangan ini dilakukan dengan cara keterulangan yang dilakukan oleh penguji yang sama. (Panggabean.AS, Rahman. A, 2016). *Repeatability* dinilai melalui pelaksanaan penetapan terpisah lengkap terhadap sampel-sampel identik yang terpisah dalam jumlah yang sama yang dapat memberikan ukuran keseksamaan pada kondisi yang normal. *Precision intermediate* diperoleh saat analisis dilakukan dalam satu laboratorium oleh analis yang berbeda selama beberapa hari atau minggu, menggunakan peralatan, reagen yang sama. *Reproducibility* adalah keseksamaan metode jika dikerjakan pada kondisi yang berbeda. Biasanya analisis dilakukan dalam laboratorium-laboratorium. Uji presisi dapat dilakukan berdasarkan persamaan Horwitz:

$$SD = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \text{ dan } RSD = \left(\frac{S}{\bar{x}}\right) 100\% \quad (6)$$

Keterangan :

- SD = Standar Deviasi
- x_i = pengukuran Tunggal
- \bar{x} = rata-rata
- n = jumlah pengukuran
- RSD = *Relative Standar Deviation*

CV Horwitz adalah kurva yang menghubungkan reproduksibilitas dengan konsentrasi analit yang terkandung dalam sampel yang dinyatakan dengan rumus (Riyanto, 2014). Nilai %RSD yang diperoleh kemudian dibandingkan dengan CV Hortwartz :

$$CV \text{ Horwitz} = 2^{1-0,5\log C} \quad (7)$$

C diasumsikan sebagai fraksi konsentrasi yang dinyatakan sebagai pangkat 10. Presisi *repeatability* suatu metode pengujian dinyatakan dapat diterima apabila nilai %RSD yang diperoleh dari pengujian, kurang dari 1/2 nilai CV Hortwartz

$$\frac{1}{2} CV \text{ Hortwartz} = \frac{1}{2} (2^{1-0,5\log C}) \quad (8)$$

Reproducibility suatu metode pengujian dinyatakan dapat diterima apabila nilai %RSD yang diperoleh dari pengujian, kurang dari 2/3 nilai CV Hortwartz

$$\frac{2}{3} CV \text{ Hortwartz} = \frac{2}{3} (2^{1-0,5\log C}) \quad (9)$$

Standar praktikum untuk melakukan study antar laboratorium dalam mengevaluasi kinerja dari metode analisis dinyatakan bahwa, nilai presisi *repeatability* dan *reproducibility* memenuhi persyaratan jika nilai $RSD < 5\%$. (Cahyadi., dkk, 2019).

2.2 Alat dan Bahan Penelitian

Peralatan yang digunakan pada penelitian antara lain, crusher, ball mill, sieving, oven, mesin press, pegangan stainless (dies), spatula, bola tiup, instrumen WD-XRF Panalytical Zetium.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sampel nikel laterit, kertas saring, tissue, label, aluminium cup dan alkohol.

2.3 Prosedur Penelitian

2.3.1 Penyiapan Sampel

Bijih nikel/*ore* yang digunakan sebagai sampel terlebih dihaluskan menggunakan crusher dan ball mill, lalu diayak menggunakan sieving hingga diperoleh ukuran 200 mesh. Setelah itu sampel dikeringkan menggunakan oven pada suhu 105-110°C selama 3 jam. Selanjutnya disiapkan peralatan untuk proses cetak sampel dengan membersihkan aluminium cup menggunakan alcohol, kemudian sampel dituangkan ke dalam aluminium cup untuk dicetak pada mesin press hingga diperoleh kepingan sampel siap uji.

2.3.2 Uji Akurasi

Uji akurasi dilakukan dengan menyiapkan sampel standar Oreas191 dan sampel press nikel laterit untuk diuji menggunakan *X-Ray Fluorescence*. Pengujian dilakukan sebanyak 7 kali pengulangan. Setelah diperoleh data, selanjutnya dilakukan analisis akurasi menggunakan persamaan (1) dan (2). Selanjutnya Tingkat keberterimaan dianalisis menggunakan persamaan Horwitz (pers. 4). Hasil analisis kemudian dibahas menggunakan standar yang ditetapkan.

2.3.3 Uji Presisi

Uji presisi yang dilakukan yaitu *repeatability*, terhadap 7 sampel identic dalam waktu yang berdekatan menggunakan X-Ray Fluorescence. Data yang dikumpulkan selanjutnya dihitung nilai rata-rata kadar Ni dalam sampel agar diperoleh simpangan deviasinya (SD) maupun nilai dari persentase simpangan deviasi relatifnya (RSD). Kemudian dilakukan analisis presisi dengan Horwitz (pers. 8) untuk dibahas.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1. Hasil Uji Akurasi

Pengujian dilakukan dengan XRF untuk menentukan kadar nikel pada Oreas dan sampel nikel laterit. Adapun data hasil pengukuran dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Data Hasil Uji Kadar Nikel pada Oreas dan Laterit Menggunakan XRF

Pengulangan	Konsentrasi Ni (%)	
	Oreas	Laterit
1	1.75	1.73
2	1.75	1.74
3	1.76	1.74
4	1.75	1.75
5	1.75	1.75
6	1.75	1.73
7	1.74	1.74

Selanjutnya dilakukan perhitungan pada data tersebut untuk menentukan ttingkat akurasi (TA) berdasarkan kesalahan sistematik, yakni sebagai berikut:

$$D = \frac{C_{srm} - C_s}{C_{srm}} \times 100\%$$

$$D_1 = \frac{(1.75 - 1.73)}{1.75} \times 100\% = 1,14\%$$

$$TA_1 = (100 - 1,14)\% = 98,86\%$$

Hasil selengkapnya untuk hasil perhitungan Tingkat akurasi, ditampilkan pada Tabel 2.

Tabel 2. Hasil Perhitungan Kesalahan Sistematik dan Tingkat Akurasi Kadar Nikel

Pengulangan	Konsentrasi Ni (%)		Kesalahan D (%)	Tingkat Akurasi, TA (%)
	Oreas	Laterit		
1	1.75	1.73	1.14	98.857
2	1.74	1.67	0.57	99.429
3	1.74	1.67	1.14	98.864
4	1.75	1.73	0.00	100.000
5	1.75	1.73	0.00	100.000
6	1.75	1.73	1.14	98.857
7	1.74	1.67	0.00	100.000

Rerata	1.7457	1.7043	0.57	99.43
--------	--------	--------	------	-------

Setelah Tingkat akurasi dihitung, selanjutnya akan ditentukan keberterimaan akurasi dari metode analisis yang dilakukan dengan menggunakan persamaan Horwitz (pers. 4), yang mana selain nilai kadar nikel hasil pengukuran, juga dibutuhkan data berupa nilai standar deviasi baik pada Oreas maupun sampel bijih nikel laterit. Hasil tersebut dapat dilihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Hasil Uji Akurasi Nikel dengan Oreas dan Laterit

Pengulangan	Oreas			Laterit		
	Kadar (N_{srtf})	$(x-\bar{x})$	$(x-\bar{x})^2$	Kadar (Nanl)	$(x-\bar{x})$	$(x-\bar{x})^2$
1	1.75	0.000000	-	1.73	-0.010000	0.000100
2	1.74	0.000000	-	1.74	0.000000	0.000000
3	1.74	0.010000	0.000100	1.74	0.000000	0.000000
4	1.75	0.000000	-	1.75	0.010000	0.000100
5	1.75	0.000000	-	1.75	0.010000	0.000100
6	1.75	0.000000	-	1.73	-0.010000	0.000100
7	1.74	-0.010000	0.000100	1.74	0.000000	0.000000
Rerata	1.75		0.00002857	1.7400		0.000200
Jumlah			0.000200			0.000400
SD (U)			0.002357			0.003333
U^2			0.000006			1.11111E-05

Uji akurasi dengan persamaan Horwitz diperoleh:

$$[N_{srtf} - N_{ana}] \leq 1,95 \times \sqrt{(U_{srtf}^2 + U_{ana}^2)}$$

$$[1,75 - 1,74] \leq 1,95 \times \sqrt{(0.000006 + 1.1 \times 10^{-5})}$$

$$0,0100 \leq (1,95 \times 0.00796)$$

$$0,0100 \leq 0,0156$$

Hasil uji akurasi berdasarkan persamaan Horwitz tersebut menunjukkan nilai yang tak jauh berbeda dan memenuhi syarat keberterimaan uji akurasi.

3.2. Hasil Uji Presisi

Verifikasi selanjutnya yang dilakukan adalah menentukan kepresisian hasil pengujian bijih nikel laterit menggunakan XRF. Analisis presisi dilakukan pada data hasil pengukuran yang ditampilkan pada Tabel 4 berikut:

Tabel 4 Data Pengujian Sampel Nikel Laterit untuk Uji Presisi

Pengulangan	Kadar Ni (%)	$(x-\bar{x})$	$(x-\bar{x})^2$
1	1.73	-0.010000	0.000100
2	1.74	0.000000	0.000000
3	1.74	0.000000	0.000000
4	1.75	0.010000	0.000100
5	1.75	0.010000	0.000100
6	1.73	-0.010000	0.000100
7	1.74	0.000000	0.000000
Rerata			1.74
Jumlah			0.000400

SD

0.008165

Uji presisi yang dipilih berupa *repeatability* (keterulangan) dilakukan dengan menggunakan persamaan Horwitz (pers. 8), dimana uji keberterimaannya harus memenuhi syarat yakni % RSD < ½ CV Horwitz. Berdasarkan data pada Tabel 3, hasil untuk uji presisi adalah:

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

$$\%RSD = \frac{0,008165}{1,7400} \times 100 = 0,4693$$

$$\begin{aligned} \frac{1}{2} \text{ CV Horwitz} &= \frac{1}{2} (2^{1-0,5\log C}), \text{ dengan } C = 0,0174 \\ &= \frac{1}{2} (2^{1-0,5\log 0,0174}) = \frac{1}{2} (3,68005) \\ &= 1,84002 \end{aligned}$$

Berdasarkan hasil perhitungan tersebut, diketahui bahwa uji presisi metode analisis yang digunakan memenuhi syarat keberterimaan dengan %RSD < ½ CV Horwitz (0,4693 < 1,84002).

4. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil analisis yang telah dilakukan untuk verifikasi metode analisis yang mengacu pada ASTM E1085-16 dengan meninjau akurasi serta presisi pada uji kadar nikel menggunakan XRF disimpulkan bahwa parameter akurasi dan presisi metode tersebut memenuhi syarat keberterimaan. Tingkat akurasi diperoleh sebesar 99.43% yang memiliki tingkat kesalahan rendah yakni 0,57% serta memenuhi syarat uji keberterimaan dengan persamaan Horwitz yaitu $0,0100 \leq 0,0156$. Sementara uji presisi (*repeatability*) yang dilakukan juga memenuhi syarat keberterimaan yang menehi syarat uji dengan persamaan Horwitz dengan perbandingan %RSD < ½ CV Horwitz (0,4693 < 1,84005).

REFERENSI

- Abarca, A., Canfranc, E., Sierra, I. and Marina, M.L. 2001. A Validated Flame AAS Method for Determining Magnesium in a Multivitamin Pharmaceutical Preparation. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*. 25(5-6): 941-945.
- Aprilia, A.C. 2018. Validasi Metode Penentuan Nilai Kalori Batu Bara Menggunakan Bom Kalorimeter di Balai Pengujian dan Identifikasi Barang Tipe A Jakarta. Laporan Akhir Studi. *Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Islam Indonesia* .Yogyakarta.
- Bunjaku, A., Kekkonen, M., Pietilä, K. dan Taskinen, P. 2012. Effect of Mineralogy and Reducing Agent on Reduction of Sprolitic Nickel Ores,” *Mineral Processing and Extractive Metallurgy*, 121(3), 156–165. doi: 10.1179/1743285512Y.0000000010.
- Cahyadi, D., Hadiwijaya, I., dan Arsyansyah, M. 2019. Verifikasi Pengujian Kandungan Perak Nitrat dalam Tinta Pemilu dengan Titrasi Argentometri Metode Volhard. *Prosiding PPIIS*. Hal. 75-82. Semarang
- Chan, C.C., Lam, H. and Lee, Y.C. 2004. *Analytical Method Validation and Instrument Performance Verification*. John Wiley and Sons, Inc. Hoboken. New Jersey.
- Djuhariningrum, T., Sarip, U., Rosiana, I. 2014. Uji Validasi Metode Analisis XRF untuk Unsur-Unsur Cu dan Th dalam SRM di Laboratorium Eksplorasi. *Prosiding Seminar Nasional Geologi Nuklir dan Sumber Daya Tambang*. Pusat Teknologi Bahan Galian Nuklir-BATAN.
- Eurochem. 2003. Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement. Edited by S L R El-lison, Rosslein, dan A Williams. *Journal of Analytical Chemistry*. 2nd ed. London. <https://doi.org/10.1023/A:1022374509064>
- Fleming, I dan Williams, D.H. 1996. *Spectroscopic Methods in Organic Chemistry*. New York: Mc Graw-Hill.
- Gandjar, I.G., dan Rohman, A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. *Pustaka Pelajar*. Yogyakarta.
- Harmita. 2004. Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian*. 1(3), 117–135.
- Internasional Conference on Harmonization Expert Working Group. 2005. ICH Harmonised Tripartite Guideline Validation of Analytical Procedures: *Text and Methodology* Q2(R1). 1-17

- Jamaluddin. 2016. Analisis Kandungan Logam Oksida Menggunakan Metode XRF (X-Ray Fluorescence). *Jurnal Geofisika FMIPA Universitas Hasanuddin*, (Online). (<http://repository.unhas.ac.id/handle/123456789/17783>, diakses 30 Januari 2018).
- Khairani, T.B. 2022. Sintesis Kalsium Ortofosfat Scaffold Berbasis Bahan Alam Sumatera Barat. Skripsi Sarjana Kimia. Padang. *Program Studi Sarjana Jurusan Kimia. Universitas Andalas*. Padang.
- Marrero, J., Coto, O., Goldmann, S., Graupner, T., dan Schippers, A. 2015. Recovery of Nickel and Cobalt from Laterite Tailings by Reductive Dissolution under Aerobic Conditions Using Acidithiobacillus Species. *Environmental Science dan Technology*, 49(11), 6674–6682. <https://doi.org/10.1021/acs.est.5b00944>.
- McDonald, R.G., Whittington, B.I., 2008. Atmospheric acid leaching of nickel laterites review: Part I. Sulphuric acid technologies”, *Hydrometallurgy*, 91,35-55.
- Panalytical. 2009. Definition of X-Rays Fluorescence and Application. *Kangaroo Book*. Bris-bane.
- Panggabean, A.S, Rahman, A. 2016. Validasi Metode X-Ray Fluorescence untuk Analisis Ion Fe dalam activated Methyl Diethanol Amine (aMDEA). *Ind. J. Chem. Res.*, 3(2), 302-307
- Riyanto. 2014. Validasi dan Verifikasi Metode Uji Sesuai dengan ISO/IEC 17025 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi. *Deepublish*. Yogyakarta.
- Rohman, A. 2018. Validasi dan Penjaminan Mutu Metode Analisis Kimia. *Gajah Mada University Press*. Yogyakarta.
- Sabrina, A.N. 2020. Validasi Metode Mangan (Mn) dalam Tanah secara Toxicity Characteristic Leaching Procedure (TCLP) menggunakan ICP-OES di PT Karsa Buana Lestrai Jakarta. Laporan Tugas Akhir. Yogyakarta. *Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam*. Universitas Islam Indonesia.
- Siregar, C. J. P. 2007. Praktek Sistem Manajemen Laboratorium Pengujian yang Baik. *EGC*. Jakarta.
- Sukaryono, I.D., Hadinoto, S. Fasa, L.R. (2017). Verifikasi Metode Pengujian Cemaran Logam pada Air Minum Dalam Kemasan (AMDK) dengan Metode AAS-GFA, *Majalah Biam-Kementerian Perindustrian*. 8-16.
- Supriyanto, C., dan Samin. 2007. Unjuk Kerja Metode Flame Atomic Absorption Spectrometry (F-AAS) Pasca Akreditasi. *Prosiding PPI-PDIPTN*. 246–50.
- Tong, L, Klein, B., Zanin, M., Quast, K., Skinner, W., Addai-Mensah, J., dan Robinson, D., 2013. Stirred milling kinetics of siliceous goethitic nickel laterite for selective comminution. *Minerals Engineering*, 49, 109–115. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2013.05.013>.