

JMI Vol. 43 No. 1, Juni 2021

METAL INDONESIA



Journal Homepage:

<http://www.jurnalmetal.or.id/index.php/jmi>

p-issn: 0126-3463

e-issn: 2548-673X



PENGARUH KARAKTERISTIK BIJIH PADA EKSTRAKSI NIKEL DARI BIJIH LIMONIT INDONESIA MENGGUNAKAN PELINDIAN ATMOSFERIK

EFFECT OF ORE CHARACTERISTIC ON THE EXTRACTION OF NICKEL FROM INDONESIAN LIMONITE ORES USING ATMOSPHERIC LEACHING

Widi Astuti^{1*}, Fika Rofiek Mufakhir^{1*}, Fajar Nurjaman^{1*}, Slamet Sumardi^{1*}, Ulin Herlina^{1*}, Fathan Bahfie^{1*}, Himawan Tri Bayu Murti Petrus^{2*}

¹Balai Penelitian Teknologi Mineral – LIPI, Jl. Ir. Sutami Km. 15, Tanjung Bintang, Lampung Selatan, Lampung

²Departemen Teknik Kimia, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta

Email: widi.mineral@gmail.com

*Kontributor Utama

Abstrak

Kebutuhan ekstraksi nikel dari bijih nikel laterit khususnya jenis bijih limonit dengan kadar nikel yang rendah sangat diperlukan karena kebutuhan nikel yang terus meningkat dengan adanya pengembangan kendaraan bermotor listrik berbasis baterai. Jenis dan karakteristik bijih laterit yang berbeda akan memberikan pengaruh pada hasil ekstraksi nikel. Pada penelitian ini dilakukan ekstraksi nikel dari bijih laterit jenis limonit yang berasal dari Pulau Halmahera (LH) dan Pulau Sulawesi (LS) menggunakan pelindian atmosferik. Asam sulfat digunakan sebagai agen pelindian. Penelitian dilakukan untuk mengetahui pengaruh karakteristik bijih limonit (LH dan LS) pada berbagai variabel pelindian yaitu suhu (30°C, 50°C dan 80°C), konsentrasi asam sulfat (0,5M; 1M; dan 2M), waktu pelindian (15, 30, 60, 120, dan 240 menit), serta rasio bijih terhadap reagen pelindian (5, 10, dan 20% w/v) terhadap ekstraksi nikel dari bijih limonit. Hasil penelitian menunjukkan bahwa karakteristik bijih laterit sangat berpengaruh pada hasil pelindian dan persentase *recovery* nikel. Nikel dari bijih LH yaitu jenis limonit dari Pulau Halmahera dapat diekstrak secara maksimal (100%) pada konsentrasi asam sulfat 0,5M, suhu 80°C, rasio bijih/larutan asam sulfat 10%, dan waktu pelindian 2 jam. Sedangkan persen ekstraksi nikel dari bijih LS yang terbesar adalah 95% yang diperoleh pada konsentrasi asam sulfat 2M, suhu 80°C, rasio bijih/larutan asam sulfat 5%, dan waktu pelindian 4 jam.

Kata Kunci: karakteristik bijih, nikel, bijih laterit, limonit, pelindian atmosferik

Abstract

Nickel extraction from nickel laterite ores particularly low-grade limonite ore is needed along with the increase of nickel consumption on the development of battery electric vehicle. Types and characteristics of nickel laterite ores affect greatly on the nickel extraction from these ores. This research conducted the extraction of nickel from limonite ore from different areas i.e. Halmahera Island (LH) and Sulawesi Island (LS) using atmospheric leaching. Sulfuric acid (1M) was used as leaching reagent. Leaching processes were carried out for investigating the effects of limonite ore characteristics (LH and LS), leaching temperatures

(30°C, 50°C dan 80°C), concentration of sulfuric acid (0.5M; 1M; 2M), leaching time (15, 30, 60, 120, and 240 minutes), and ratio of ore amount to volume of leaching reagent on the nickel extraction from limonite ores. Experimental results showed that ore characteristic affected greatly on the leaching result and nickel leaching recovery. Nickel from LH ore could be extracted maximum (100%) using sulfuric acid 0.5M, temperature of 80°C, and leaching time 120 minutes (2 hours). Whereas, the highest nickel extraction percentage from LS ore is 95% using sulfuric acid 2M, temperature of 80°C, and leaching time 240 minutes (4 hours).

Keywords : Ore characteristic, nickel, laterite ores, limonite, atmospheric leaching

PENDAHULUAN

Nikel merupakan salah satu unsur logam yang paling dibutuhkan saat ini seiring dengan cepatnya perkembangan kendaraan bermotor listrik berbasis baterai karena nikel merupakan salah satu unsur utama dalam katode baterai litium jenis NMC (*nickel manganese cobalt*) maupun NCA (*Nickel Cobalt Alumina*). Katode baterai litium jenis NMC diperkirakan akan mendominasi baterai kendaraan bermotor listrik di dunia sampai beberapa tahun ke depan karena kandungan nikel dipercaya meningkatkan densitas energi baterai lithium.

Nikel dapat diperoleh di alam terutama dari bijih jenis laterit. Saat ini, Indonesia merupakan negara dengan cadangan bijih nikel laterit terbesar di dunia yang tersebar di berbagai lokasi diantaranya Pulau Sulawesi, Pulau Halmahera, Papua, dan Pulau Gag sehingga potensial menjadi produsen nikel terbesar di dunia (W. Astuti et al. 2015). Nikel yang digunakan sebagai bahan baku katode baterai dapat diekstrak dari bijih nikel laterit menggunakan metode hidrometalurgi, yaitu: melalui tahapan pelindian baik atmosferik maupun menggunakan tekanan serta proses pemurnian nikel dengan berbagai metode seperti: ekstraksi pelarut, pengendapan pengotor, pertukaran ion, dan sebagainya.

Proses pelindian nikel dari bijih nikel laterit dapat dilakukan pada kondisi atmosferik dan pada umumnya menggunakan asam sulfat sebagai agen pelindian (Büyükkinci dan Topkaya 2009; Astuti et al. 2016b). Beberapa penelitian tentang pelindian bijih nikel laterit menggunakan asam sulfat pada tekanan atmosferik telah banyak dilakukan. Tetapi perbedaan jenis bijih serta sumber bijih ternyata berpengaruh pada karakteristik bijih di mana hal ini juga sangat memengaruhi kondisi operasi pelindian serta hasil pelindian (Fan dan Gerson 2013; Widi Astuti et al. 2016a; Valix, Tang, dan Cheung 2001).

Untuk mempelajari pengaruh karakteristik bijih dan mineralogi bijih terhadap kondisi operasi serta hasil pelindian, dilakukan penelitian tentang pelindian bijih nikel jenis limonit dari Pulau Sulawesi dan Pulau Halmahera menggunakan asam sulfat pada tekanan atmosferik. Melalui penelitian ini, akan dihasilkan kondisi operasi yang menghasilkan *recovery* nikel maksimum untuk setiap jenis bijih yang berbeda.

METODOLOGI

Bahan

Bijih laterit jenis limonit diperoleh dari Pulau Sulawesi (kode LS) dan Pulau Halmahera (kode LH). Asam sulfat (H₂SO₄) jenis pro analis dari Merck digunakan sebagai reagen pelindian dan akuades sebagai pelarut.



Gambar 1. Bijih limonit LS dan LH

Karakterisasi Bijih Limonit

Bijih limonit sebagai bahan baku dikarakterisasi menggunakan peralatan X-Ray Fluorescence (XRF, PANalytical, Epsilon 3XLE) dan X-Ray Diffraction (XRD, PANalytical X'pert 3 Powder).

Proses Pelindian

Proses pelindian dilakukan pada tekanan atmosferik, menggunakan peralatan *orbital shaker*

pada kedua bahan baku (LS dan LH) dengan parameter kondisi operasi yang bervariasi yaitu suhu (30 °C, 50 °C, dan 80 °C), waktu pelindian (15 menit, 30 menit, 1 jam, 2 jam, dan 4 jam), konsentrasi asam sulfat (0,5M; 1M; dan 2M), dan rasio bijih terhadap larutan asam sulfat (5%, 10%, dan 20% w/v), sedangkan ukuran partikel yaitu <200 mesh dan kecepatan pengadukan (200 rpm) merupakan parameter tetap. Konsentrasi nikel dalam larutan hasil pelindian dianalisis menggunakan Induced Couple Plasma-Optical Electron Spectroscopy (ICP-OES, Vanadia, PQ9000).

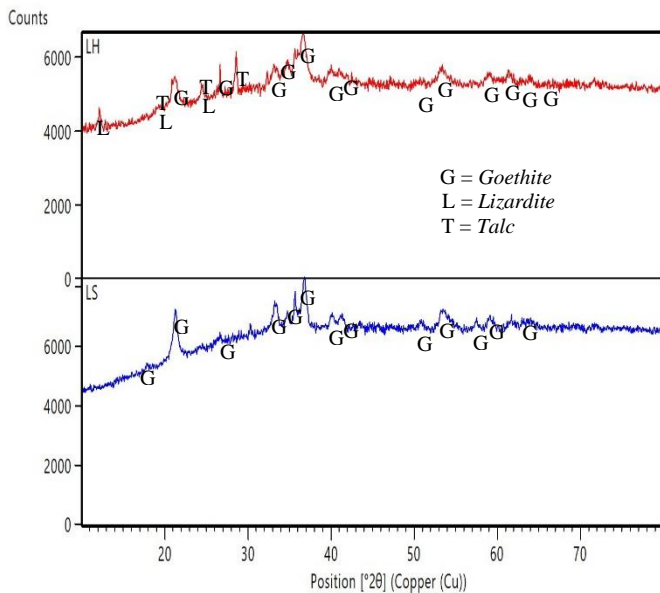
HASIL DAN PEMBAHASAN

Karakteristik Bijih Limonit

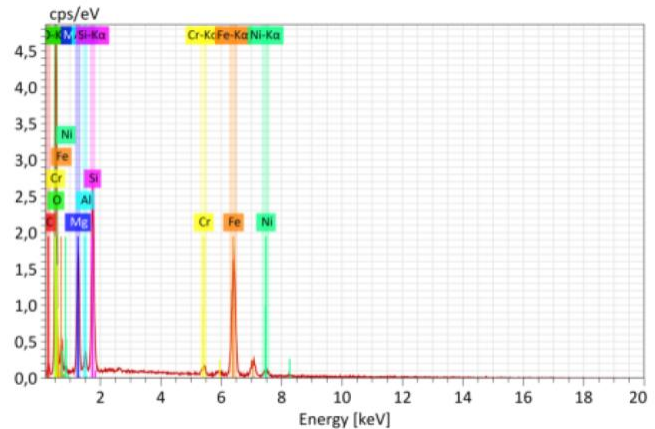
Komposisi bijih limonit yang digunakan dapat dilihat pada Tabel 1 yang merupakan hasil analisis XRF. Sedangkan Gambar 1 dan 2 menunjukkan pola XRD bijih yang menggambarkan senyawa yang terkandung dalam bijih tersebut.

Tabel 1. Komposisi bijih limonit

Bijih	Unsur (%)						
	Ni	Co	Fe	Sc	Mn	Si	Al
LS	1,12	-	47,15	0,0075	0,94	1,3	1,92
LH	1,73	0,12	34,12	-	0,99	3,46	1,46



Gambar 2. Pola XRD bijih LH dan bijih LS



Gambar 3. Data EDS Bijih LH

Tabel 2. Komposisi bijih LH dan LS berdasarkan analisis EDS

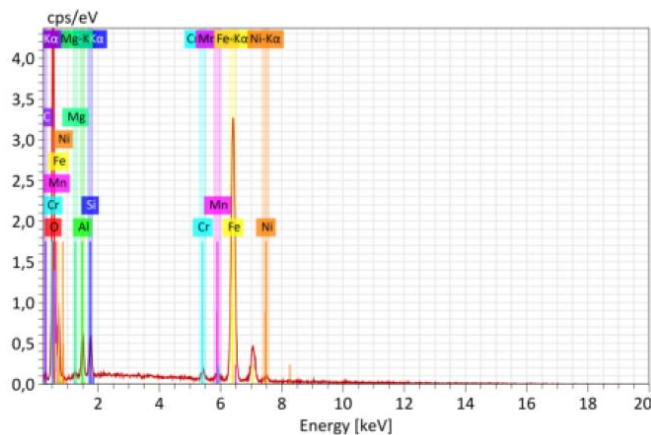
Unsur	%Berat	
	LH	LS
Mg	10,8	0,59
Al	1,39	3,22
Si	10,19	2,3
Cr	1,15	0,85
Fe	26,17	50,26
Ni	1,78	1,39
Mn	-	1,22

Dari data XRF pada Tabel 1 maupun data EDS (Gambar 3 dan 4) diketahui bahwa baik bijih LS maupun LH merupakan bijih laterit kadar rendah dengan kadar Nikel (Ni) < 1,8%. Dari Tabel 1 terlihat bahwa bijih LS tidak mengandung *cobalt* (Co) tetapi ada kandungan *scandium* (Sc) sekitar 75 ppm. Bijih LH mengandung Co sekitar 0,12% dan tidak mengandung unsur Sc. Kandungan besi (Fe) dalam bijih LS lebih tinggi dibandingkan dengan bijih LH. Dari pola XRD pada Gambar 2 terlihat bahwa kedua bijih mengandung mineral *goethite* (FeOOH) dan tidak terlihat adanya puncak untuk nikel sehingga dapat diprediksi bahwa nikel terasosiasi dalam *goethite*. Tetapi data XRD menunjukkan adanya perbedaan beberapa puncak yang muncul pada bijih LH selain puncak mineral *goethite*, yaitu mineral *lizardite* dan *talc*. Hal ini menunjukkan bahwa kedua bijih memiliki kandungan senyawa mineral yang berbeda. Data XRD yang ditunjukkan pada Gambar 2 juga sesuai dengan hasil analisa EDS

(Tabel 2), di mana untuk bijih LH yang tersusun oleh mineral *goethite*, *lizardite* dan *talca* mengandung Magnesium (Mn) yang tinggi, di mana magnesium merupakan unsur penyusun *lizardite* dan *talca*.

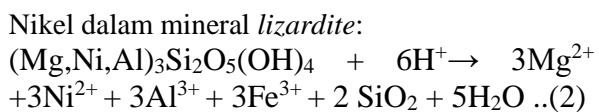
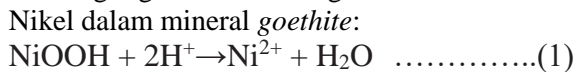
Dari Gambar 1 juga terlihat perbedaan warna bijih LS dan LH di mana bijih LS berwarna lebih merah karena kandungan besi (Fe) yang lebih besar, sedangkan bijih LH berwarna coklat kekuningan karena kandungan besi (Fe) lebih kecil tetapi mengandung Mg dan Si yang lebih besar.

Sebagian besar literatur menunjukkan bahwa nikel dalam bijih nikel laterit terasosiasi dalam mineral *goethite* (Senanayake et al. 2011, Svana, n.d., McDonald dan Whittington 2008, Liu et al. 2010). Tetapi menurut Astuti et al. (2016a), nikel pada bijih laterit selain berasosiasi dengan *goethite*, biasanya juga berasosiasi dengan mineral *lizardite*, sehingga dapat disimpulkan bahwa pada bijih LH, nikel berasosiasi dengan *goethite* dan *lizardite*.



Gambar 4. Data EDS bijih LS

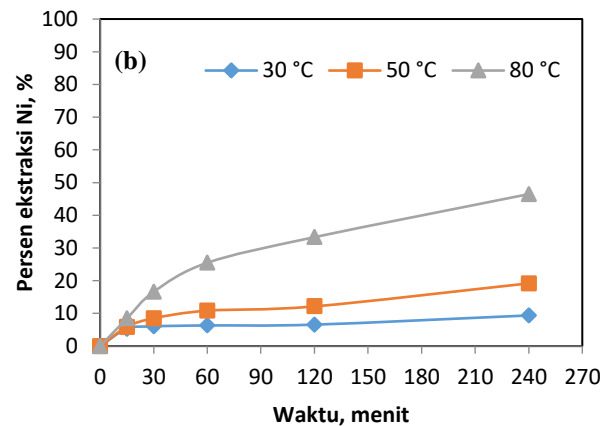
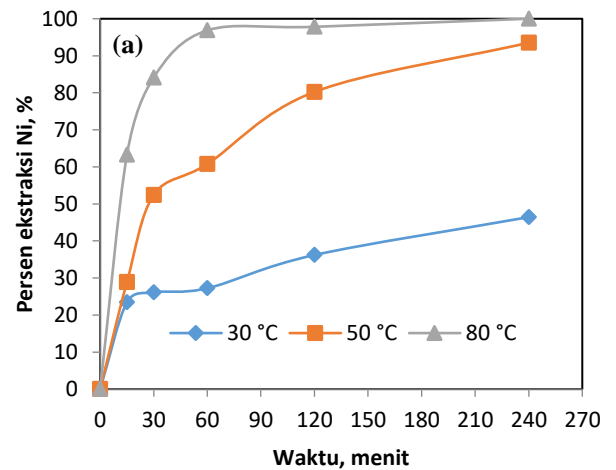
Reaksi yang terjadi pada saat proses leaching digambarkan sebagai berikut.



Pengaruh Suhu Pelindian terhadap Ekstraksi Nikel pada LH dan LS.

Suhu sangat berpengaruh pada proses pelindian karena peningkatan suhu akan

mempercepat laju reaksi yang terjadi pada proses pelindian. Gambar 5 menunjukkan bahwa persen ekstraksi nikel baik pada bijih LH dan LS sangat terpengaruh oleh suhu pelindian. Semakin tinggi suhu yang digunakan, semakin besar persen ekstraksi nikel yang dihasilkan, di mana suhu pelindian yang menghasilkan persen ekstraksi nikel tertinggi adalah pada suhu 80°C.



Gambar 5. Persen ekstraksi Nikel pada berbagai suhu pelindian (a) Bijih LH; (b) Bijih LS dengan kondisi operasi konsentrasi asam sulfat 0,5M dan rasio bijih terhadap larutan asam sulfat 10%.

Gambar 5 juga menunjukkan bahwa bijih yang berbeda menghasilkan persen ekstraksi yang berbeda. Bijih LH menghasilkan persen ekstraksi nikel yang lebih besar dari bijih LS. Hal ini disebabkan karena kandungan Fe dalam bijih LS lebih besar sehingga diprediksi bahwa asam sulfat pada bijih LS juga lebih banyak melarutkan besi

(Fe) dan menyebabkan rendahnya persen ekstraksi nikel pada bijih LS. Selain itu, menurut Astuti et al. (2016a), nikel dalam mineral *lizardite* lebih mudah bereaksi dengan asam sehingga lebih mudah dilindi. Persen ekstraksi nikel pada bijih LH lebih besar daripada bijih LS karena nikel pada bijih LH tidak hanya berada pada mineral goethite tetapi juga berada pada mineral *lizardite* yang lebih mudah bereaksi dengan asam.

Pada konsentrasi asam sulfat 0,5M, suhu 80°C, rasio bijih terhadap larutan asam sulfat 10%, dan waktu pelindian 4 jam diperoleh persen ekstraksi Ni terbesar 100% dari bijih LH, sedangkan persen ekstraksi Ni maksimum dari bijih LS adalah sebesar 46%.

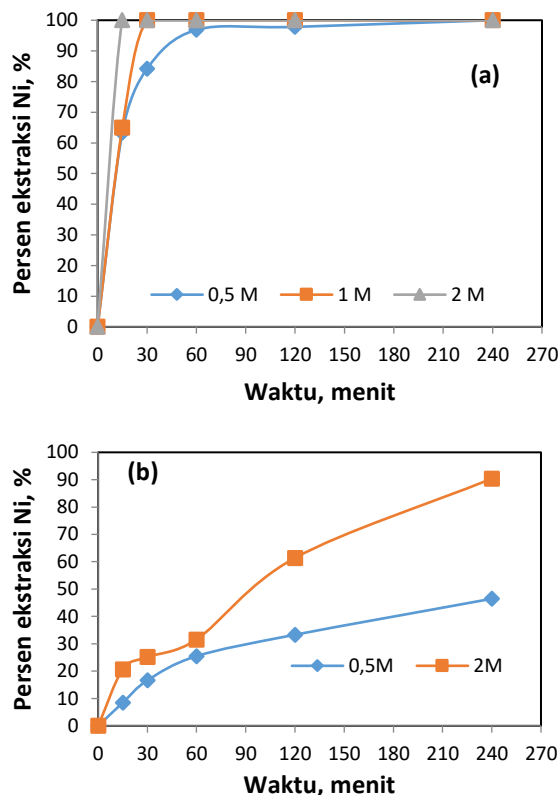
Pengaruh Waktu Pelindian terhadap Ekstraksi Nikel pada LH dan LS

Dari Gambar 5 juga dapat dilihat pengaruh waktu pelindian pada ekstraksi nikel. Waktu pelindian memberikan pengaruh pada ekstraksi nikel baik bijih LS dan bijih LH. Pada bijih LH pada suhu 80°C, konsentrasi asam sulfat 0,5M dan rasio bijih terhadap larutan asam sulfat 10%, dalam waktu 4 jam pelindian sudah diperoleh ekstraksi nikel sebesar 100%. Pada bijih LS, waktu pelindian juga memberikan pengaruh, tetapi dari Gambar 5 (b) terlihat bahwa pada suhu pelindian 80°C, persen ekstraksi yang diperoleh pada waktu pelindian 4 jam hanya sekitar 46%. Dari hasil tersebut dapat diprediksi bahwa jika waktu pelindian diperpanjang, persen ekstraksi nikel dari bijih LS kemungkinan akan meningkat tetapi tetap dibatasi oleh ketersediaan ion H⁺ dari asam sulfat yang berfungsi untuk melarutkan logam-logam yang terkandung di dalam bijih.

Pengaruh Konsentrasi Asam Sulfat terhadap Ekstraksi Nikel pada LH dan LS

Konsentrasi reagen pelindian juga sangat berpengaruh pada proses pelindian karena ketersediaan ion-ion H⁺ pada reagen asam yang digunakan akan berpengaruh terhadap seberapa besar ion logam yang terkandung dalam bijih dapat dilarutkan oleh reagen asam tersebut. Gambar 6 dan 7 menunjukkan bahwa persen ekstraksi nikel baik pada bijih LH dan LS sangat terpengaruh oleh konsentrasi reagen pelindian dalam hal ini adalah konsentrasi asam sulfat. Semakin besar konsentrasi asam sulfat yang digunakan, semakin besar persen ekstraksi nikel

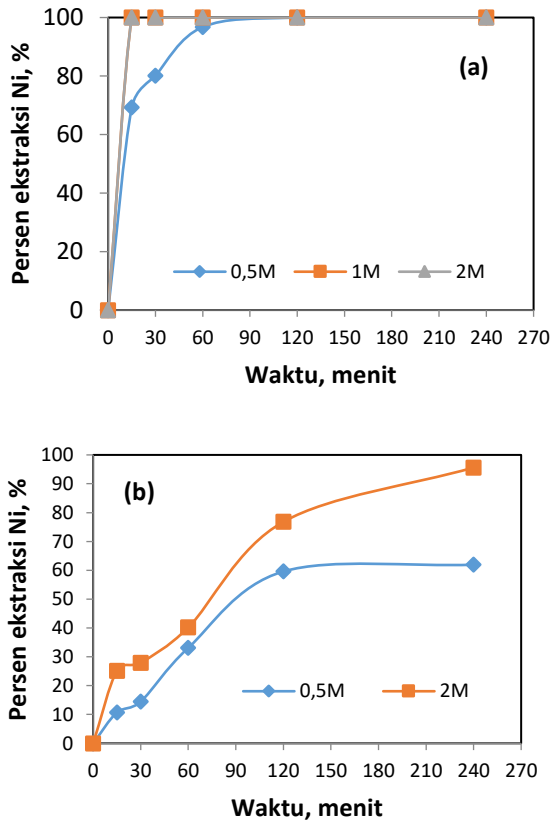
yang dihasilkan pada waktu yang lebih cepat. Gambar 6 dan 7 juga menunjukkan bahwa bijih yang berbeda menghasilkan persen ekstraksi nikel yang berbeda.



Gambar 6. Persen ekstraksi Nikel pada berbagai konsentrasi asam sulfat (a) Bijih LH; (b) Bijih LS dengan kondisi operasi suhu pelindian 80°C dan rasio bijih terhadap larutan asam sulfat 10%.

Ekstraksi nikel dari bijih LH dapat diperoleh hingga 100% baik menggunakan konsentrasi asam sulfat 0,5M, 1M, maupun 2M, tetapi pada konsentrasi asam sulfat yang paling besar yaitu 2M, ekstraksi nikel 100% dapat diperoleh pada waktu yang lebih cepat yaitu dalam waktu 15 menit pada suhu 80°C dan rasio bijih/larutan asam sulfat 10%. Sedangkan dengan konsentrasi 1M dan 0,5M, diperoleh ekstraksi nikel maksimum pada waktu pelindian 30 menit dan 4 jam. Pada bijih LS, persen ekstraksi nikel dapat tercapai 90% pada konsentrasi asam sulfat 2M, suhu pelindian 80°C, rasio bijih/larutan asam sulfat 10%, dan waktu pelindian 4 jam. Kemudian persen ekstraksi nikel dapat meningkat menjadi 95% pada konsentrasi asam 2M, suhu pelindian

80°C, rasio bijih/larutan asam sulfat 5%, dan waktu pelindian 4 jam. Dari percobaan ini diketahui bahwa dengan menggunakan konsentrasi asam sulfat yang sama dan kondisi operasi yang sama, laju reaksi pelindian nikel dari bijih LH lebih cepat daripada laju reaksi pelindian nikel dari bijih LS.

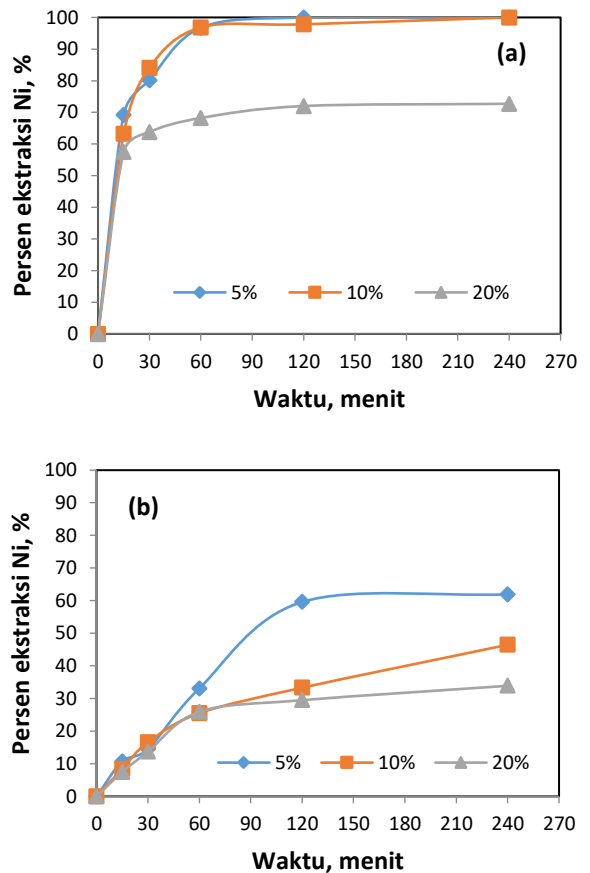


Gambar 7. Persen ekstraksi Nikel pada berbagai konsentrasi asam sulfat (a) Bijih LH; (b) Bijih LS dengan kondisi operasi suhu pelindian 80°C dan rasio bijih terhadap larutan asam sulfat 5%.

Pengaruh Rasio Bijih/Larutan Asam Sulfat terhadap Ekstraksi Nikel pada LH dan LS

Rasio berat bijih terhadap volume larutan asam sulfat juga salah satu parameter yang berpengaruh pada proses pelindian. Secara umum diketahui bahwa rasio berat bijih terhadap volume larutan yang semakin besar akan menghasilkan persen ekstraksi pelindian yang lebih kecil karena ketersediaan pelarut terhadap logam yang akan direaksikan lebih sedikit. Gambar 8 menunjukkan bahwa rasio berat bijih terhadap volume larutan asam sulfat berpengaruh terhadap persen ekstraksi

nikel baik pada bijih LH dan LS. Semakin besar rasio berat bijih terhadap volume larutan asam sulfat, semakin kecil persen ekstraksi pelindian nikel. Gambar 8 juga menunjukkan ada perbedaan fenomena yang terjadi terhadap bijih LH dan LS. Pada bijih LH dengan konsentrasi asam sulfat 0,5M dan suhu pelindian 80°C, persen ekstraksi pelindian nikel dapat tercapai 100% pada waktu pelindian 2 jam untuk pada rasio bijih/volume larutan asam sulfat 5% dan pada waktu pelindian 4 jam untuk pada rasio bijih/volume larutan asam sulfat 10%. Sedangkan pada rasio bijih/volume larutan asam sulfat 20%, persen ekstraksi pelindian nikel tertinggi sekitar 70% pada waktu pelindian 2 jam dan tidak terjadi peningkatan persen ekstraksi pelindian yang signifikan ketika waktu pelindian diperpanjang hingga 4 jam.



Gambar 8. Persen ekstraksi Nikel pada berbagai rasio bijih/larutan asam sulfat (a) Bijih LH; (b) Bijih LS dengan kondisi operasi suhu pelindian 80°C dan konsentrasi asam sulfat 0,5M.

Sedangkan pada bijih LS, persen ekstraksi pelindian nikel terbesar pada kondisi operasi yang sama dengan bijih LH adalah sekitar 60% diperoleh untuk rasio bijih/volume larutan asam sulfat 5%; sedangkan pada rasio bijih/volume larutan asam sulfat 10% dan 20%, persen ekstraksi pelindian nikel terbesar diperoleh sebesar 46% dan 33%. Hal ini menunjukkan bahwa semakin besar rasio bijih/volume larutan asam sulfat, maka persen ekstraksi pelindian nikel semakin kecil.

KESIMPULAN

Dari penelitian yang dilakukan dapat disimpulkan bahwa karakteristik bijih nikel laterit sangat berpengaruh pada hasil pelindian dan persen ekstraksi pelindian nikel. Nikel dari bijih LH yaitu jenis limonit dari Pulau Halmahera dapat diekstrak secara maksimal (100%) pada konsentrasi asam sulfat 0,5M, suhu 80°C, waktu pelindian 2 jam baik pada rasio bijih/volume larutan asam sulfat 5% maupun 10%. Jika konsentrasi asam sulfat diperbesar menjadi 1M atau 2M, waktu pelindian untuk mencapai persen ekstraksi 100% menjadi lebih cepat yaitu 15 menit. Sedangkan persen ekstraksi nikel dari bijih LS yang terbesar adalah 95% yang diperoleh pada konsentrasi asam sulfat 2M, suhu 80°C, rasio bijih/volume larutan asam sulfat 5%, dan waktu pelindian 4 jam.

UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih kepada Kemenristek/BRIN atas pembiayaan kegiatan ini melalui Program Insinas Pratama 2020, kepada Balai Penelitian Teknologi Mineral – LIPI atas fasilitas laboratorium serta bahan baku yang digunakan dalam penelitian, dan kepada Pusat Pemanfaatan dan Inovasi IPTEK LIPI atas layanan fasilitas laboratorium LIPI.

DAFTAR PUSTAKA

Astuti, W., T. Hirajima, K. Sasaki, dan N. Okibe. 2015. "Kinetics of Nickel Extraction from Indonesian Saprolitic Ore by Citric Acid Leaching under Atmospheric Pressure." *Minerals and Metallurgical Processing* 32 (3).

Astuti, Widi, Tsuyoshi Hirajima, Keiko Sasaki, dan Naoko Okibe. 2016a. "Comparison of Atmospheric Citric Acid Leaching Kinetics of Nickel from Different Indonesian

Saprolitic Ores." *Hydrometallurgy* 161: 138–51.

<https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2015.12.015>.

———. 2016b. "Comparison of Effectiveness of Citric Acid and Other Acids in Leaching of Low-Grade Indonesian Saprolitic Ores." *Minerals Engineering* 85: 1–16. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2015.10.001>.

Büyükkakinci, E, dan Y A Topkaya. 2009. "Hydrometallurgy Extraction of Nickel from Lateritic Ores at Atmospheric Pressure with Agitation Leaching." *Hydrometallurgy* 97 (1–2): 33–38. <https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2008.12.014>.

Fan, Rong, dan Andrea R. Gerson. 2013. "Mineralogical Characterisation of Indonesian Laterites Prior to and Post Atmospheric Leaching." *Hydrometallurgy* 134–135: 102–9. <https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2013.02.004>.

Liu, Kui, Qiyuan Chen, Huiping Hu, Zhoulan Yin, dan Boke Wu. 2010. "Pressure Acid Leaching of a Chinese Laterite Ore Containing Mainly Maghemite and Magnetite." *Hydrometallurgy* 104 (1): 32–38. <https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2010.04.008>.

McDonald, R. G., dan B. I. Whittington. 2008. "Atmospheric Acid Leaching of Nickel Laterites Review. Part II. Chloride and Bio-Technologies." *Hydrometallurgy* 91 (1–4): 56–69. <https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2007.11.010>.

Senanayake, G., J. Childs, B. D. Akerstrom, dan D. Pugaev. 2011. "Reductive Acid Leaching of Laterite and Metal Oxides - A Review with New Data for Fe(Ni,Co)OOH and a Limonitic Ore." *Hydrometallurgy* 110 (1–4): 13–32. <https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2011.07.011>.

Svana, Erik. n.d. "Production of FeNi from High Iron Nickel Ores Co CO Type Start-Up," 51–62.

Valix, M., J. Y. Tang, dan W. H. Cheung. 2001.

“The Effects of Mineralogy on the Biological Leaching of Nickel Laterite Ores.” *Minerals Engineering* 14 (12): 1629–35. [https://doi.org/10.1016/S0892-6875\(01\)00181-9](https://doi.org/10.1016/S0892-6875(01)00181-9).