

**PENGARUH VARIASI TEMPERATUR DAN WAKTU TAHAN
TERHADAP REDUKSI KARBOTERMIC BIJIH MANGAN
MENGUNAKAN REDUKTOR GRAFIT**

(Skripsi)

Oleh

**HILYA SOFWATUZ ZAHRA
1917041067**



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2024**

ABSTRAK

PENGARUH VARIASI TEMPERATUR DAN WAKTU TAHAN TERHADAP REDUKSI KARBOTERMIC BIJIH MANGAN MENGUNAKAN REDUKTOR GRAFIT

Oleh

HILYA SOFWATUZ ZAHRA

Mangan merupakan salah satu mineral yang banyak ditemukan di Indonesia. Salah satu metode pengolahan bijih mangan adalah pirometalurgi dengan proses reduksi karbotermik. Proses reduksi ini memerlukan temperatur dan waktu tahan yang tepat agar energi yang digunakan selama proses reduksi bijih mangan dapat berlangsung secara optimal. Untuk itu perlu dilakukan penelitian lebih lanjut tentang bagaimana pengaruh dari kedua hal tersebut. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh variasi temperatur dan waktu tahan reduksi karbotermik bijih mangan terhadap *recovery* (pemulihan), perubahan fasa yang terjadi serta morfologi dan komposisi unsur pada bijih mangan. Pada penelitian ini, metode yang digunakan adalah pirometalurgi dengan variasi temperatur dan waktu tahan 950 °C, 1050 °C, 1150 °C dan 30, 60, 90 menit dengan menggunakan reduktor grafit dan aditif Na₂SO₄. Sampel dikarakterisasi dengan menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF), *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Scanning Electron Microscopy–Energy Dispersive Spectroscopy* (SEM-EDS). Hasil analisa menunjukkan bahwa pemulihan mangan tertinggi terjadi pada temperatur 950 °C dengan waktu tahan 90 menit dengan kadar mangan sebesar 84,432 %. Perubahan fasa yang terjadi menunjukkan bahwa bijih mangan tereduksi secara bertahap pada setiap peningkatan temperatur dan waktu tahan. Dimana perubahan fasa ini didasarkan pada kinetika reduksi oksida mangan ($MnO_2 \rightarrow Mn_3O_4 \rightarrow MnO$) dan oksida besi ($Fe_2O_3 \rightarrow Fe_3O_4 \rightarrow Fe$). Adanya variasi temperatur dan waktu tahan juga mempengaruhi morfologi dan komposisi unsur pada bijih mangan.

Kata Kunci: bijih mangan, reduksi karbotermik, temperatur, waktu tahan

ABSTRACT

EFFECT OF TEMPERATURE AND HOLDING TIME ON CARBOTERMIC REDUCTION OF MANGANESE ORE USING GRAPHITE AS REDUCTOR

By

HILYA SOFWATUZ ZAHRA

Manganese is one of the minerals found in Indonesia. One method of processing manganese ore is called pyrometallurgy with carbothermic reduction process. This reduction process requires the right temperature and the right holding time so that the energy used during the reduction process of manganese ore can be done optimally. It is necessary to conduct further research on how temperature and holding time affect the processing of manganese ore. The purpose of this study is to determine the effect of temperature variation and resistance time of manganese ore carbothermic reduction on recovery, phase changes that occur as well as morphology and elemental composition in manganese ore. The methodology used in this research was called pyrometallurgy with some variations in temperature (950 °C, 1050 °C, 1150 °C) and the holding time (30, 60, 90 minutes) using graphite reductant and Na₂SO₄ additive. The samples were characterized using X-Ray Fluorescence (XRF), X-Ray Diffraction (XRD) and Scanning Electron Microscopy –Energy Dispersive Spectroscopy (SEM-EDS). The analysis showed that the highest manganese recovery occurred at a temperature of 950 °C with a holding time of 90 minutes with a manganese content of 84.432 %. The phase changes that occur indicate that manganese ore is gradually reduced at each increase in temperature and holding time. This phase change is based on the reduction kinetics of manganese oxide ($\text{MnO}_2 \rightarrow \text{Mn}_3\text{O}_4 \rightarrow \text{MnO}$) and iron oxide ($\text{Fe}_2\text{O}_3 \rightarrow \text{Fe}_3\text{O}_4 \rightarrow \text{Fe}$). Variations of temperature and holding time also affect the morphology and elemental composition of manganese ore.

Keywords: manganese ore, carbothermic reduction, temperature, holding time

**PENGARUH VARIASI TEMPERATUR DAN WAKTU TAHAN
TERHADAP REDUKSI KARBOTERMIC BIJIH MANGAN
MENGUNAKAN REDUKTOR GRAFIT**

**Oleh
HILYA SOFWATUZ ZAHRA**

(Skripsi)

**Sebagai Salah Satu Syarat untuk Mencapai Gelar
SARJANA SAINS**

Pada

**Jurusan Fisika
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2024**

Judul Skripsi : **PENGARUH VARIASI TEMPERATUR DAN WAKTU TAHAN TERHADAP REDUKSI KARBOTERMIK BIJIH MANGAN MENGGUNAKAN REDUKTOR GRAFIT**

Nama : **Hilya Sofwatuz Zahra**

NPM : 1917041067

Jurusan : Fisika

Bidang Keahlian : Material

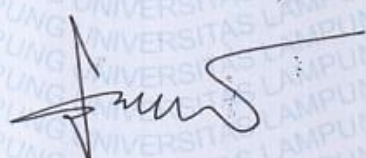
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam




Drs. Pulung Karo Karo, M.Si.
NIP. 196107231986031003


Anton Sapto Handoko, S.T., M.T.
NIP. 197902142003121005

2. Ketua Jurusan Fisika FMIPA

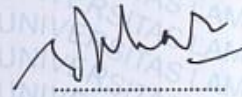

Gurum Ahmad Pauzi, S.Si., M.T.
NIP. 198010102005011002

MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

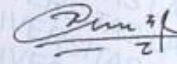
Ketua

Drs. Pulung Karo Karo, M.Si.



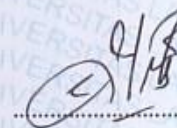
Sekretaris

Anton Sapto Handoko, S.T., M.T.



Penguji
Bukan Pembimbing

Dra. Dwi Asmi, M.Si., Ph.D.



2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



Dr. Eng. Heri Satria, S.Si., M.Si.
NIP. 197110012005011002



Tanggal Lulus Ujian Skripsi: **15 Januari 2024**

PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa di dalam skripsi ini tidak terdapat karya orang lain dan tidak terdapat pendapat atau karya yang ditulis oleh orang lain kecuali secara tertulis diacu dalam naskah ini sebagaimana disebutkan dalam daftar pustaka, selain itu saya menyatakan pula bahwa skripsi ini dibuat oleh saya sendiri.

Apabila pernyataan ini tidak benar maka saya bersedia dikenai sanksi sesuai dengan hukum yang berlaku.

Bandar Lampung, 15 Januari 2024



Hilya Sofwatuz Zahra
NPM. 1917041067

RIWAYAT HIDUP



Penulis bernama Hilya Sofwatuz Zahra, dilahirkan pada 22 Agustus 2000 di Bogor. Penulis merupakan anak ketiga dari empat bersaudara dari pasangan Bapak Falahudin dan Ibu Mujenah. Penulis menyelesaikan pendidikan Sekolah Dasar di MI Az -Zein pada tahun 2013. Selanjutnya penulis menyelesaikan pendidikan Sekolah Menengah Pertama di SMP Negeri 4 Bogor pada tahun 2016 dan menyelesaikan pendidikan Sekolah Menengah Atas di SMAIT Insantama Bogor pada tahun 2019. Pada tahun 2019 penulis diterima sebagai mahasiswi Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung Lampung melalui jalur SBMPTN dan mengambil konsentrasi bidang Material Fisika. Penulis aktif dalam organisasi Himpunan Mahasiswa Fisika (HIMAFI) sebagai pengurus di bidang Kominfo pada tahun 2020-2021. Penulis telah menyelesaikan kegiatan Praktik Kerja Lapangan (PKL) di Pusat Riset Metalurgi dan Material. Badan Riset dan Inovasi Nasional (BRIN) Tangerang Selatan pada tahun 2022. Penulis juga telah mengikuti program pengabdian masyarakat dengan mengikuti Kuliah Kerja Nyata (KKN) pada tahun 2022 di Desa Adirejo, Kecamatan Jabung, Kabupaten Lampung Timur. Penulis memiliki pengalaman menulis karya tulis ilmiah yakni berupa laporan PKL pada tahun 2022 dengan judul “Pengaruh Media Pendingin (Air, Air Es, Oli dan Udara) pada Proses *Hot Forging* 75 Ton terhadap Nilai Kekerasan dan Mikrostruktur pada Baja Mangan Medium”. Selanjutnya penulis melakukan penelitian bidang material bijih mangan sebagai topik skripsi di Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung dengan judul “Pengaruh Variasi Teemperatur dan Waktu Tahan terhadap Reduksi Karbotermik Bijih Mangan Menggunakan Reduktor Grafit” di Balai Penelitian Teknologi Mineral – Badan Riset dan Inovasi Nasional (BRIN) Tanjung Bintang, Sindangsari, Lampung Selatan.

MOTTO

La haula wala quwwata illa billah

**Whatever befalls a person could not have been avoided, and whatever does
not happen to a person could not have been made to happen**

**Angin tidak berhembus untuk menggoyangkan pepohonan, melainkan untuk
menguji kekuatan akarnya**

-Ali bin Abi Thalib-

**Kian kamu mendalami ilmu sains, saat itulah kian bertambah
keimananmu kepada Allah SWT**

-Hilya Sofwatuz Zahra-

PERSEMBAHAN

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Dengan Penuh Rasa Syukur Kepada Allah Subhanahu Wa Ta'ala, karya ini
dipersembahkan kepada:

Kedua orangtuaku

Ayahanda Ir. Falahudin dan Ibunda Ir. Mujenah

Dan kakakku tercinta

Hanifah Nur'aini, S.Hut., M.Si.

Terima kasih atas segala doa yang selalu dipanjatkan, atas cinta dan kasih sayang
yang mungkin tak pernah diperlihatkan, atas dukungan pada setiap noktah dari
langkah yang telah kulalui. Terima kasih, semoga Allah SWT selalu
membersamaimu.

Almamater Tercinta

UNIVERSITAS LAMPUNG

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT atas segala nikmat, rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Pengaruh Variasi Temperatur dan Waktu Tahan terhadap Reduksi Karbotermik Bijih Mangan Menggunakan Reduktor Grafit”** yang merupakan syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains (S.Si) pada Bidang Material Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.

Penulis menyadari bahwa dalam penyajian skripsi ini masih terdapat banyak kekurangan secara isi maupun cara penyajian. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun guna perbaikan di masa mendatang. Akhir kata, semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi penulis khususnya dan pembaca umumnya. Aamiin ya Rabbal Alamin.

Bandar Lampung, 15 Januari 2024
Penulis,

Hilya Sofwatuz Zahra

SANWACANA

Alhamdulillahirobbil'alamin, segala puji bagi Allah Rabb semesta alam atas segala nikmat, rahmat dan karunianya yang tak terhingga. Dengan segala Ridho – Nya penulis dapat menyusun dan menyelesaikan laporan skripsi yang bertempat di Balai Penelitian Teknologi Mineral – Badan Riset dan Inovasi Nasional (BRIN), Lampung Selatan. Laporan dengan judul **“Pengaruh Variasi Temperatur dan Waktu Tahan terhadap Reduksi Karbotermik Bijih Mangan Menggunakan Reduktor Grafit.”** ini sebagai salah satu syarat untuk mencapai gelar Sarjana Sains pada Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung.

Sholawat beriring salam selalu tercurah kepada suri tauladan terbaik pengubah peradaban umat manusia, nabi Muhammad Shalallahu ‘Allaihi Wassalam beserta para sahabat dan keluarganya. Semoga kita termasuk umatnya yang mendapatkan syafa’at beliau di yaumul akhir nanti, aamiin yarabbal'alamin. Penulisan Skripsi ini tidak dapat terwujud tanpa adanya bantuan dari berbagai pihak baik berupa tenaga maupun pemikiran, untuk itu teriring doa yang tulus *jazaakumullah khaiiran* pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Bapak Drs. Pulung Karo Karo, M.Si. selaku dosen pembimbing I Skripsi di jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung.

2. Bapak Anton Sapto Handoko, S.T., M.T. selaku dosen pembimbing II Skripsi di Balai Penelitian Teknologi Mineral – Badan Riset dan Inovasi Nasional (BRIN), Lampung Selatan.
3. Ibu Dra. Dwi Asmi, M.Si., Ph.D. selaku dosen penguji di jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung.
4. Bapak Gurum Ahmad Pauzi, S.Si., M.T. selaku Ketua Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.
5. Bapak Dr. Eng. Heri Satria, S.Si., M.Si. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.
6. Peneliti, staf dan karyawan BPTM-BRIN yang telah membantu dalam melakukan penelitian untuk menyelesaikan tugas akhir.
7. Orangtua dan keluarga tercinta yang telah mendoakan dan memberikan semangat kepada penulis dalam pelaksanaan ini.
8. Teman – teman seperjuangan Vivi Savitri, Frila Dwi Untari, Monica Calista, Windi dan Nur Annisa atas kebersamaan, kerjasama dan bantuannya.
9. Serta keluarga besar Fisika 2019 FMIPA Universitas Lampung dan teman – teman yang tidak bisa saya sebutkan satu persatu.

Penulis menyadari bahwa dalam penyusunan laporan ini masih kurang dari kesempurnaan, untuk itu penulis mengharapkan saran dan kritik yang bersifat membangun. Akhir kata penulis berharap semoga skripsi yang sederhana ini dapat berguna dan memberikan manfaat bagi semua pihak. Amin.

Bandar Lampung, 15 Januari 2024

Hilya Sofwatuz Zahra

DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRAK	i
ABSTRACT	ii
HALAMAN JUDUL	iii
LEMBAR PENGESAHAN	iv
MENGESAHKAN	v
PERNYATAAN	vi
RIWAYAT HIDUP	vii
MOTTO	viii
PERSEMBAHAN	ix
KATA PENGANTAR	x
SANWACANA	xi
DAFTAR ISI	xiii
DAFTAR GAMBAR	xvi
DAFTAR TABEL	xviii
I. PENDAHULUAN	1
1.2. Latar Belakang	1
1.2. Rumusan Masalah	3
1.3. Tujuan	4
1.4. Batasan Masalah	4
1.5. Manfaat	5

II. TINJAUAN PUSTAKA	6
2.1. Bijih Mangan	6
2.2. Manfaat dan Kegunaan Mangan	9
2.3. Metode Pengolahan Bijih Mangan.....	11
2.4. Reduktor Grafit	12
2.5. Struktur Mineral pada Bijih Mangan	14
2.6. Metode Analisis	15
2.6.1. <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF).....	15
2.6.2. <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	17
2.6.3. <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM)	23
III. METODE PENELITIAN	25
3.1. Waktu dan Tempat Penelitian	25
3.2. Alat dan Bahan	25
3.3. Prosedur Penelitian	27
3.3.1. Preparasi Sampel.....	27
3.3.2. Optimasi	28
3.4. Diagram Alir	30
3.4.1. Preparasi Sampel.....	31
3.4.2. Optimasi	32
IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	33
4.1. Karakterisasi Bijih Mangan	33
4.2. Kinetika Reduksi Karbotermik	35
4.3. <i>Recovery Mn</i>	36
4.4. Pengaruh Variasi Temperatur dan Waktu Tahan pada Proses Reduksi Karbotermik Bijih Mangan terhadap Pemulihan Mangan.....	39
4.5. Hasil Karakterisasi Bijih Mangan menggunakan <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD) Setelah Proses Reduksi	41
4.6. Hasil Karakterisasi Bijih Mangan Menggunakan <i>Scanning Electron</i> <i>Microscopy–Energy Dispersive Spectroscopy</i> (SEM-EDS).....	52

V. KESIMPULAN DAN SARAN	66
5.1. Kesimpulan	66
5.2. Saran	67

DAFTAR PUSTAKA

LAMPIRAN

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
2.1 Bijih Mangan Way Kanan, Lampung.....	8
2.2 Kemampuan LiMn_2O_4 Sebagai Katode (Perdana, 2020).....	10
2.3 Struktur Kristal pada Oksida Mangan dan Oksida Besi (Gautam <i>and</i> Carter, 2018).....	14
2.4 Skema Mekanisme XRF (Potts, 2005).....	17
2.5 Skema Tingkat Energi Atom dan Pancaran Radiasi Sinar-X Karakteristik (Schwartz <i>and</i> Cohen, 1987).....	19
2.6 Distribusi Intensitas terhadap Panjang Gelombang dari Radiasi Sinar-X yang Menunjukkan Spektrum Kontinu dan Karakteristik (Epp, 2016).....	20
2.7 Prinsip Kerja <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD) (Cullity, 1959).....	21
2.8 Peristiwa Difraksi Sinar-X yang Memenuhi Hukum Bragg (Cullity, 1959).....	22
3.1 Diagram Alir pada Proses Preparasi Sampel.....	31
3.2 Diagram Alir pada Proses Optimasi.....	32
4.1 Difraktogram XRD Bijih Mangan Way Kanan, Lampung.....	34
4.2 Pengaruh Variasi Waktu Tahan terhadap Pemulihan Mangan.....	40
4.3 Difraktogram XRD Bijih Mangan pada Temperatur 950 °C.....	42
4.4 Difraktogram XRD Bijih Mangan pada Temperatur 1050 °C.....	46
4.5 Difraktogram XRD Bijih Mangan pada Temperatur 1150 °C.....	49
4.6 Hasil Karakterisasi SEM-EDS pada Suhu 950 °C dan Waktu Tahan 30 Menit dengan Perbesaran 1000x.....	53
4.7 Hasil Karakterisasi SEM-EDS pada Suhu 950 °C dan Waktu Tahan 60 Menit dengan Perbesaran 1000x.....	54
4.8 Hasil Karakterisasi SEM-EDS pada Suhu 950 °C dan Waktu Tahan 90 Menit dengan Perbesaran 1000x.....	56

4.9 Hasil Karakterisasi SEM-EDS pada Suhu 1050 °C dan Waktu Tahan 30 Menit dengan Perbesaran 1000x.....	57
4.10 Hasil Karakterisasi SEM-EDS pada Suhu 1050 °C dan Waktu Tahan 60 Menit dengan Perbesaran 1000x.....	58
4.11 Hasil Karakterisasi SEM-EDS pada Suhu 1050 °C dan Waktu Tahan 90 Menit dengan Perbesaran 1000x.....	60
4.12 Hasil Karakterisasi SEM-EDS pada suhu 1150 °C dan Waktu Tahan 30 Menit dengan Perbesaran 1000x.....	61
4.13 Hasil Karakterisasi SEM-EDS pada Suhu 1150 °C dan Waktu Tahan 60 Menit dengan Perbesaran 1000x.....	63
4.14 Hasil Karakterisasi SEM-EDS pada Suhu 1150 °C dan Waktu Tahan 90 Menit dengan Perbesaran 1000x.....	64

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
2.1 Jenis Mineral Mangan.....	8
2.2 Karakteristik Grafit.....	13
3.1 Alat.....	25
3.2 Bahan.....	26
3.3 Sampel Kode dengan Variasi Temperatur dan Waktu Tahan.....	28
4.1 Hasil Karakterisasi XRF Bijih Mangan Way Kanan, Lampung.....	34
4.2 Hasil Karakterisasi XRF Unsur Sebelum dan Setelah Reduksi.....	37
4.3 Hasil <i>Recovery</i> Mn	38
4.4 Pengaruh Variasi Temperatur terhadap Pemulihan Mangan.....	39
4.5 Fasa XRD Bijih Mangan pada Temperatur 950 °C.....	43
4.6 Posisi Fasa (2θ) pada XRD Bijih Mangan Temperatur 950 °C.....	43
4.7 Transformasi Fasa XRD pada Bijih Mangan Temperatur 950 °C.....	44
4.8 Fasa XRD Bijih Mangan pada Temperatur 1050 °C.....	47
4.9 Posisi Fasa (2θ) pada XRD Bijih Mangan Temperatur 1050 °C.....	47
4.10 Transformasi Fasa XRD Bijih Mangan pada Temperatur 1050 °C.....	48
4.11 Fasa XRD Bijih Mangan pada Temperatur 1150 °C.....	50
4.12 Posisi Fasa (2θ) pada XRD Bijih Mangan Temperatur 1150 °C.....	50
4.13 Transformasi Fasa XRD Bijih Mangan pada Temperatur 1150 °C.....	51
4.14 Komposisi Unsur pada Reduksi Karbotermik Bijih Mangan pada Suhu 950 °C dan Waktu Tahan 30 Menit.....	54
4.15 Komposisi Unsur pada Reduksi Karbotermik Bijih Mangan pada Suhu 950 °C dan Waktu Tahan 60 Menit.....	55
4.16 Komposisi Unsur pada Reduksi Karbotermik Bijih Mangan pada Suhu 950 °C dan Waktu Tahan 90 Menit.....	57

4.17	Komposisi Unsur pada Reduksi Karbotermik Bijih Mangan pada Suhu 1050 °C dan Waktu Tahan 30 Menit.....	58
4.18	Komposisi Unsur pada Reduksi Karbotermik Bijih Mangan pada Suhu 1050 °C dan Waktu Tahan 60 Menit.....	59
4.19	Komposisi Unsur pada Reduksi Karbotermik Bijih Mangan pada Suhu 1050 °C dan Waktu Tahan 90 Menit.....	61
4.20	Komposisi Unsur pada Reduksi Karbotermik Bijih Mangan pada Suhu 1150 °C dan Waktu Tahan 30 Menit.....	62
4.21	Komposisi Unsur pada Reduksi Karbotermik Bijih Mangan pada Suhu 1150 °C dan Waktu Tahan 60 Menit.....	64
4.22	Komposisi Unsur pada Reduksi Karbotermik Bijih Mangan pada Suhu 1150 °C dan Waktu Tahan 90 Menit.....	65

I. PENDAHULUAN

1.2. Latar Belakang

Mangan (Mn) merupakan salah satu logam berat dengan dengan ciri khas warna putih keabu – abuan. Mineral mangan dapat ditemukan dalam berbagai bentuk, antara lain silikat, karbonat dan oksida (Svehla, 1985). Salah satu dari jenis mineral mangan oksida adalah *pyrolusite* dengan rumus kimia MnO_2 . *Pyrolusite* merupakan bijih mangan yang banyak ditemukan di Indonesia. Menurut Kementerian ESDM pada tahun 2017, potensi bijih mangan yang tersebar di berbagai wilayah Indonesia antara lain yaitu di Pulau Sumatra, Kepulauan Riau, Jawa, Kalimantan, Sulawesi, Nusa Tenggara, Maluku serta Papua.

Bijih mangan dalam penggunaan utamanya terletak pada industri baja dengan mangan yang ditambahkan menjadi bentuk ferromangan (Olsen *et al.*, 2007). Selain itu salah satu pemanfaatan bijih mangan yang bukan merupakan industri baja terletak pada produksi keramik, senyawa kimia dan juga baterai (Zhang *and* Cheng, 2007). Baterai dengan bahan katode jenis lithium mangan oksida ($LiMn_2O_4$) merupakan salah satu baterai yang paling menjanjikan. Hal ini dikarenakan $LiMn_2O_4$ merupakan bahan yang dapat menghasilkan tegangan tinggi dengan biaya yang rendah, ramah lingkungan serta keberadaannya lebih melimpah di alam (Rao, 2013). Untuk dapat memanfaatkan bijih mangan menjadi salah satu unsur penyusun

katode baterai, diperlukan metode yang tepat dalam pengolahan bijih mangan menjadi bahan yang siap digunakan.

Seiring dengan perkembangan teknologi saat ini, metode dalam pengolahan bijih mangan pun terus dikembangkan. Secara umum, metode pengolahan bijih mangan dapat dilakukan dengan pirometalurgi dan hidrometalurgi. Pirometalurgi adalah ilmu dan teknologi yang memanfaatkan energi panas pada suhu tinggi untuk mengekstraksi atau memurnikan logam dari bahan metalurgi (Ma, 2019). Sedangkan hidrometalurgi merupakan metode pengolahan bijih mangan dengan menggunakan pelarut asam dan zat pereduksi (Zhang *et al.*, 2013). Metode pengolahan bijih mangan biasanya dilakukan berdasarkan pada kadar bijih tersebut. Pirometalurgi biasanya digunakan untuk mengolah bijih mangan kadar tinggi untuk menghasilkan ferromangan (FeMn) dan silikomangan (SiMn). Sedangkan hidrometalurgi digunakan untuk mengolah bijih dengan kadar rendah menjadi mangan dioksida kimia dengan proses leaching (Amalia dkk., 2016). Apabila dibandingkan dengan metode hidrometalurgi, metode pirometalurgi merupakan metode yang dapat menghasilkan pemulihan mangan yang cukup tinggi (Zhang *et al.*, 2013). Oleh karena itu, pada penelitian ini metode pengolahan bijih mangan yang digunakan adalah pirometalurgi.

Salah satu teknik dalam proses pirometalurgi adalah pelindian reduktif bijih mangan oksida dengan karbon atau yang biasa disebut dengan reduksi karbotermik (Sinha *and* Purcell, 2013). Dimana bijih mangan dipanaskan dengan zat pereduksi berupa reduktor yang banyak mengandung karbon. Sampai saat ini banyak penelitian yang telah dilakukan pada pengolahan bijih mangan melalui proses

reduksi dengan menggunakan berbagai jenis reduktor. Beberapa jenis reduktor yang telah digunakan antara lain ialah belerang murni (Zhang *et al.*, 2013), biomassa (Liu *et al.*, 2022), batubara bitumit (Gao *et al.*, 2019), serbuk arang kayu (Isdar dkk., 2022) serta grafit (Welham, 2002; Yayat, 2019). Penggunaan grafit sebagai reduktor berperan menjadi sumber karbon terbesar dalam reduksi oksida dengan karbon (reduksi karbotermik). Namun, sampai saat ini studi mengenai penggunaan grafit sebagai reduktor dalam usaha peningkatan mangan dengan metode pirometalurgi masih belum banyak dilakukan.

Dalam proses reduksi, temperatur dan waktu tahan merupakan faktor yang sangat berpengaruh pada peningkatan kadar mangan (Liu *et al.*, 2022; Su *et al.*, 2008). Pada proses reduksi karbotermik dengan metode pirometalurgi membutuhkan temperatur dan waktu tahan yang tepat agar energi yang digunakan selama proses reduksi bijih mangan dapat berlangsung secara optimal. Untuk itu perlu dilakukan penelitian lebih lanjut tentang bagaimana pengaruh dari kedua hal tersebut. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh temperatur dan waktu tahan pada proses reduksi karbotermik menggunakan reduktor grafit. Sehingga diperoleh temperatur dan waktu tahan yang tepat dalam pengolahan bijih mangan.

1.2. Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang dan permasalahan diatas, maka rumusan masalah pada penelitian ini adalah:

1. Bagaimana pengaruh variasi temperatur dan waktu tahan reduksi karbotermik bijih mangan terhadap *recovery* (pemulihan) mangan.

2. Bagaimana pengaruh variasi temperatur dan waktu tahan reduksi karbotermik bijih mangan terhadap perubahan fasa yang terjadi dengan karakterisasi XRD.
3. Bagaimana pengaruh variasi temperatur dan waktu tahan reduksi karbotermik bijih mangan terhadap morfologi dan komposisi unsur dengan karakterisasi SEM-EDS.

1.3. Tujuan

Berdasarkan rumusan permasalahan diatas, maka tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Mengetahui pengaruh variasi temperatur dan waktu tahan reduksi karbotermik bijih mangan terhadap *recovery* (pemulihan) mangan.
2. Mengetahui pengaruh variasi temperatur dan waktu tahan reduksi karbotermik bijih mangan terhadap perubahan fasa yang terjadi dengan karakterisasi XRD.
3. Mengetahui pengaruh variasi temperatur dan waktu tahan reduksi karbotermik bijih mangan terhadap morfologi dan komposisi unsur dengan karakterisasi SEM-EDS.

1.4. Batasan Masalah

Adapun batasan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Bahan yang digunakan adalah bijih mangan yang berasal dari Way Kanan, Lampung.
2. Reduktor dan aditif yang digunakan adalah grafit dengan berat 0,75 gram dan natrium sulfat (Na_2SO_4) dengan berat 5 gram.
3. Variasi temperatur dan waktu tahan yang digunakan adalah 950 °C, 1050 °C, 1150 °C dan 30, 60, 90 menit.

1.5. Manfaat

Adapun manfaat dari penelitian ini adalah untuk memberikan informasi tentang pengolahan bijih mangan melalui proses reduksi karbotermik dengan menggunakan reduktor grafit serta sebagai sarana referensi bagi seluruh pihak pembaca.

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Bijih Mangan

Mangan adalah logam murni berwarna putih keabu-abuan yang menyerupai besi, namun lebih keras serta sangat rapuh apabila dibandingkan dengan besi. Mangan sebagai unsur pertama kali teridentifikasi oleh Bergman, Scheele dan para ahli lainnya dengan mereduksi mangan dioksida dengan karbon. Mangan memiliki titik leleh 1244 °C dan titik didih 2060 °C. Dalam sistem periodik, mangan (Mn) memiliki nomor unsur serta massa atom sebesar 25 dan 55 (Olsen *et al.*, 2007). Mangan merupakan salah satu dari 12 elemen terbesar di kerak bumi. Dengan kandungan sekitar 1 % di bumi dan 24 % di dasar laut. Mineral mangan dapat ditemukan dalam berbagai bentuk, antara lain silikat (MnSiO_3), karbonat (MnCO_3) dan oksida (MnO_2) (Svehla, 1985).

Seiring dengan perkembangan teknologi saat ini, kebutuhan akan mangan pun semakin meningkat. Dalam penggunaan komersial, mangan merupakan unsur paling melimpah kedua belas dan logam paling melimpah keempat dengan konsentrasi rata – rata hampir 1 %. Sebagian besar bijih mangan dimanfaatkan sebagai bahan baku pada industri baja dalam produksi ferromangan, selain itu bijih mangan dapat digunakan pada aplikasi nonmetalurgi seperti kalium permanganat, mangan sulfat, mangan klorida, dan mangan oksida (Olsen *et al.*, 2007).

Mangan biasanya diproduksi dalam bentuk ferromangan dan silikomangan untuk tujuan metalurgi. Mangan yang digunakan pada produksi ferromangan biasanya merupakan bijih mangan dengan kadar Mn yang tinggi yaitu >40 % atau yang biasa disebut dengan bijih mangan kelas metalurgi. Sedangkan bijih mangan dengan kadar Mn yang rendah atau mangan kelas bawah biasanya digunakan pada keramik, senyawa kimia dan juga baterai yang bukan merupakan industri baja (Zhang *and* Cheng, 2007). Ferromangan (Fe-Mn-C) mengandung lebih dari 76 % Mn dan 7,5 % C untuk karbon tinggi, 1-1,5 % C untuk karbon menengah, dan kurang dari 1 % untuk karbon rendah. Sedangkan silikomangan (Si-Mn-C) mengandung 65-85 % Mn, 14-16 % Si, dan 2 % C. Pada temperatur kamar, mangan murni tidak diserang oleh oksigen, nitrogen, ataupun hidrogen. Namun, pada temperatur tinggi mangan sangat bereaksi dengan oksigen dan sulfur. Oleh karena itu, bahan dengan komposisi unsur tersebut digunakan sebagai agen reduksi dan desulfurisasi mangan pada industri pembuatan besi (Cardinelli, 2008).

Salah satu mineral mangan yang memiliki kandungan Mn tinggi adalah mangan dalam bentuk bijih. Di alam terdapat lebih dari 300 mineral mengandung mangan, namun hanya beberapa mineral yang memiliki kandungan mangan tinggi sehingga menjadikan mangan sebagai konstituen utama dalam bijih yang paling penting. Pada sebagian besar bijih, mangan biasanya ditemukan dalam bentuk oksida atau hidroksida. Mineral mangan memiliki kelimpahan yang signifikan karena memiliki tingkat oksidasi yang beragam. Adapun beberapa mineral mangan yang penting secara ekonomi diantaranya adalah sebagai berikut:

Tabel 2.1 Jenis Mineral Mangan

Mineral	Rumus	Komposisi Mn (%)
<i>Pyrolusite</i>	MnO ₂	63,2
<i>Braunite</i>	3(MnFe) ₂ O ₃ .MnSiO ₃	48,9 – 56,1
<i>Braunite II</i>	7(MnFe) ₂ O ₃ .CaSiO ₃	52,6
<i>Manganite</i>	Mn ₂ O ₃ H ₂ O	62,5
<i>Psilomelan</i>	BaMn ₉ O ₁₆ (OH) ₄	48,6 – 49,6
<i>Cryptomelan</i>	KMn ₅ O ₁₆	55,8 – 56,8
<i>Hollandite</i>	Ba(Mn ⁴⁺ ₆ Mn ³⁺ ₂)O ₁₆	42,5
<i>Todorokite</i>	(Ca,Na,K)(Mn ²⁺ Mn ⁴⁺) ₆ O ₁₂ .xH ₂ O	49,4 – 52,2
<i>Hausmannite</i>	(MnFe) ₃ O ₄	64,8
<i>Jacobsite</i>	Fe ₂ MnO ₄	23,8
<i>Bixbyite</i>	(MnFe) ₂ O ₃	55,6
<i>Rodokrosite</i>	MnCO ₃	47,6

(Olsen *et al.*, 2007).**Gambar 2.1** Bijih Mangan Way Kanan, Lampung

Salah satu mineral mangan dengan kandungan Mn yang tinggi adalah *pyrolusite*. *Pyrolusite* atau mangan dioksida dengan rumus kimia MnO₂ merupakan bijih mangan yang paling banyak ditemukan di alam. *Pyrolusite* (MnO₂) bersifat stabil dalam kondisi asam maupun basa pengoksidasi. Sehingga, proses pelindian reduktif pada kondisi asam biasanya digunakan untuk mengekstraksi Mn dari *pyrolusite*. Zat

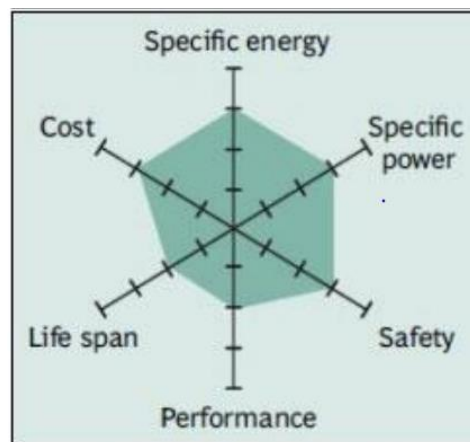
pereduksi seperti belerang, sulfat, dioksida, peroksida, batubara, pirit, dan besi sebelumnya telah digunakan dalam media asam (Zhang *and* Cheng, 2007). Bijih mangan yang digunakan pada penelitian ini merupakan bijih mangan yang diambil di wilayah Way Kanan, Lampung.

2.2. Manfaat dan Kegunaan Mangan

Mangan dapat dimanfaatkan dan digunakan dalam berbagai bidang, baik untuk tujuan metalurgi maupun nonmetalurgi. Sebagian besar bijih mangan dimanfaatkan untuk kepentingan metalurgi. Dimana penggunaan utama mangan terletak pada industri baja dengan mangan yang ditambahkan menjadi bentuk ferromangan (Olsen *et al.*, 2007). Tujuan dari penambahan mangan kedalam baja adalah untuk meningkatkan kekerasan dan keuletan pada baja sehingga tidak mudah rapuh dan patah (Liu *et al.*, 2013). Saat ini, sekitar 90 % mangan yang diproduksi setiap tahunnya digunakan dalam industri ferromangan sebagai agen deoksidasi dan desulfurisasi yang unik untuk meningkatkan kualitas baja. Sehingga mangan yang ditambahkan kedalam baja adalah untuk mengurangi kadar oksigen melalui deoksidasi, memperbaiki belerang melalui desulfurasi serta meningkatkan sifat mekanik kekuatan, ketangguhan dan kekerasan sebagai elemen paduan (Olsen *et al.*, 2007). Selain itu mangan juga dapat dimanfaatkan dalam bidang nonmetalurgi seperti pada produksi keramik, senyawa kimia dan juga baterai (Zhang *and* Cheng, 2007).

Dalam kehidupan sehari – hari tentunya kita tidak pernah lepas dari kebutuhan akan material. Salah satu material yang sering digunakan sebagai sumber energi adalah baterai. Jenis baterai yang biasa digunakan dan ditemukan adalah baterai Lithium –

ion (Li – ion). Pada baterai Li – ion, sel anode terbuat dari karbon yang sebagian besar dibuat dari bahan grafit sedangkan sel katode terbuat dari oksida lithium yang dapat dibuat dari bahan lithium kobalt oksida (LiCoO_2), lithium besi fosfat (LiFePO_4) ataupun lithium mangan oksida (LiMn_2O_4). Diantara ketiga bahan katode tersebut, lithium mangan oksida (LiMn_2O_4) adalah salah satu bahan katode yang paling menjanjikan. Hal ini dikarenakan LiMn_2O_4 merupakan bahan katode yang menghasilkan tegangan tinggi dengan biaya yang rendah, ramah lingkungan serta keberadaannya lebih melimpah di alam (Rao, 2013). Dalam penelitian Perdana pada tahun 2020, kemampuan LiMn_2O_4 sebagai katode dapat diilustrasikan seperti gambar berikut.



Gambar 2.2 Kemampuan LiMn_2O_4 Sebagai Katode (Perdana, 2020)

Jenis elemen yang digunakan untuk elektrode (anode/katode) merupakan salah satu faktor penting dalam penentuan voltase baterai dan peringkat arus yang dapat mempengaruhi kualitas dari suatu baterai (Perdana, 2020). Oleh karena itu, untuk meningkatkan kualitas baterai maka perlu dilakukan usaha dalam peningkatan kualitas elektrode. Elektrode LiMn_2O_4 yang berperan sebagai katode memiliki mangan (Mn) sebagai salah satu bahan penyusunnya. Sehingga, salah satu usaha

untuk meningkatkan kualitas katode LiMn_2O_4 adalah dengan meningkatkan kualitas pada bahan penyusunnya berupa bijih mangan (Mn).

2.3. Metode Pengolahan Bijih Mangan

Secara umum, metode pengolahan bijih mangan dapat dilakukan dengan pirometalurgi dan hidrometalurgi. Proses pirometalurgi adalah ilmu dan teknologi yang memanfaatkan energi panas pada suhu tinggi untuk mengekstraksi atau memurnikan logam dari bahan metalurgi (Ma, 2019). Proses ini dapat menghasilkan pemulihan mangan yang cukup tinggi apabila dibandingkan dengan proses hidrometalurgi. Sedangkan hidrometalurgi merupakan metode pengolahan bijih mangan dengan menggunakan pelarut asam dan zat pereduksi (Zhang *et al.*, 2013). Metode pengolahan bijih mangan biasanya dilakukan berdasarkan pada kadar bijih tersebut. Pirometalurgi biasanya digunakan untuk mengolah bijih mangan kadar tinggi untuk menghasilkan ferromangan (FeMn) dan silikomangan (SiMn). Sedangkan hidrometalurgi digunakan untuk mengolah bijih dengan kadar rendah menjadi mangan dioksida kimia (Amalia dkk., 2016).

Salah satu teknik dalam metode pirometalurgi adalah reduksi karbotermik dari bijih mangan oksida dengan karbon atau yang biasa disebut dengan reduksi karbotermik. Teknik ini biasanya digunakan dalam produksi ferromangan secara komersial. Reduksi dengan karbon merupakan metode yang digunakan untuk memproduksi ferromangan (FeMn) dengan karbon tinggi (*high carbon*), karbon sedang (*medium carbon*) dan karbon rendah (*low carbon*) dalam industri baja. Proses dalam pirometalurgi terbagi menjadi 5 tahap, yaitu *drying* (pengeringan), *calcining* (kalsinasi), *fisi* (pemanggangan), *smelting* (peleburan) dan *refining* (pemurnian)

(Havlik, 2008). Untuk mengubah material menjadi bentuk yang dapat dimurnikan, melibatkan pemanasan hingga suhu di atas 1500 °C (Baba *et al.*, 2014). Menurut Olsen pada tahun 2007, peleburan mangan dijelaskan menggunakan pendekatan zona multi suhu yang terbagi menjadi 4 zona suhu. Zona 1 dengan rentang suhu 25 - 420 °C merupakan zona pengeringan dan kalsinasi. Zona 2 dengan temperatur berkisar 420 - 653 °C merupakan zona reduksi gas dimana Mn_2O_3 direduksi menjadi Mn_3O_4 dan sebagian lagi menjadi MnO. Zona 3 dengan kisaran suhu 653 - 1250 °C merupakan zona reduksi Mn_3O_4 dimana mangan oksida Mn_3O_4 direduksi menjadi MnO dalam keadaan padat oleh CO dan zona 4 dengan kisaran suhu 1250 - 1420 °C merupakan zona reduksi peleburan dimana MnO terlarut dalam terak direduksi menjadi logam cair (Olsen *et al.*, 2007). Pada penelitian ini, peleburan mangan menggunakan pendekatan zona 3 dengan rentang suhu 653 - 1250 °C dimana mangan yang direduksi menjadi MnO.

2.4. Reduktor Grafit

Reduktor merupakan suatu zat pereduksi dalam peristiwa reduksi. Pada reduksi karbotermik, bahan reduktor yang digunakan adalah bahan yang mengandung karbon tinggi. Salah satu reduktor yang kaya akan karbon adalah grafit. Grafit merupakan mineral alami yang telah dikenal manusia selama berabad – abad dan relatif berlimpah ditemukan di banyak bagian dunia. Brodie membuat grafit murni pada tahun 1855 dan langsung mengenalinya sebagai alotrop karbon. Meskipun sebagian besar produk grafit saat ini terbuat dari bahan sintetis, beberapa aplikasi masih membutuhkan grafit alami. Grafit alami berwarna hitam dan berkilau (dapat memantulkan cahaya secara merata tanpa adanya kilauan). Grafit meninggalkan

bekas hitam yang khas serta kehalusannya membuatnya mudah untuk menandai bahan lain (Pierson, 1994).

Grafit hanya tersusun dari atom karbon (C). Sehingga grafit dapat berperan sebagai reduktor yang menjadi sumber karbon terbesar dalam reduksi oksida dengan karbon atau reduksi karbotermik. Mineral ini memiliki titik lebur pada suhu 4026 °C yang sangat tahan terhadap panas, tidak mudah larut dalam air dan merupakan satu – satunya jenis mineral nonlogam yang dapat menghantarkan listrik. Bergantung pada konsentrasi sulfat yang digunakan, reaksi karbon dengan sulfat dapat menyebabkan pelepasan karbon dalam kondisi yang sangat oksidasi atau pembentukan oksida permukaan dalam oksidasi ringan. Selain itu, karbon pada grafit juga dapat bereaksi dengan senyawa – senyawa oksida (Peckett *et al.*, 2000). Adapun karakteristik grafit yang dijelaskan pada **Tabel 2.2** berikut.

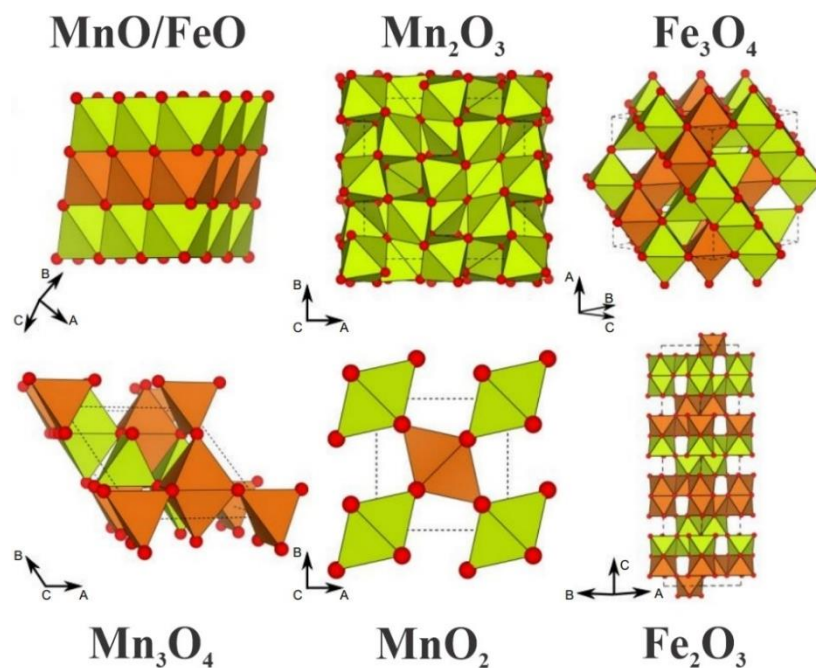
Tabel 2.2 Karakteristik Grafit

Karakteristik	Nilai
Karbon Tetap	90 – 94 % C
Densitas	1.30 – 1.88 g/cm ³
Kekuatan	(2 – 10) x 10 ³ psi
Resistifitas Elektrik	450 – 1000 ($\mu \Omega$ in)
Koefisien Termal Ekspansi	(7 – 8.8) x 10 ⁻⁶ (in/in)/ °C
Konduktifitas Panas	65 – 95 Btu-ft.hr/ft ³ °F
Kapasitas Panas	0.17 cal/(g °C)
Nilai Panas Spesifik (STP)	0.690 – 0.719 kJ/kg.K
Panas Fusi	100 kJ/mol

(Entegris, 2013).

2.5. Struktur Mineral pada Bijih Mangan

Karakteristik suatu bahan atau material dapat ditentukan berdasarkan ikatan atomik kristal, jarak antar bidang kristal, orientasi bidang kristal dan sistem kristalnya (Abdullah, 2009). Atom – atom atau ion – ion yang tersusun secara teratur antara satu dengan yang lainnya disebut dengan kristal. Sedangkan sistem kristal atau struktur kristal merupakan susunan yang khas dari atom – atom dalam kristal tersebut. Berdasarkan susunan khas atom – atom tersebut maka dapat diketahui sifat dan karakteristik dari suatu bahan atau material. Adapun struktur kristal pada oksida mangan dan oksida besi ditunjukkan pada **Gambar 2.3**.



Gambar 2.3 Struktur Kristal pada Oksida Mangan dan Oksida Besi (Gautam *and* Carter, 2018)

Pada **Gambar 2.3** menunjukkan struktur kristal oksida mangan berupa *pyrolusite* (MnO₂), *bixbyite* (Mn₂O₃), *hausmannite* (Mn₃O₄), *manganosite* (MnO) dan oksida besi *hematite* (Fe₂O₃), *magnetite* (Fe₃O₄), serta *wustite* (FeO). Polihedral kuning dan oranye menunjukkan posisi atom mangan dan besi yang masing – masing

memiliki momen magnetik naik dan turun (Gautam *and* Carter, 2018). *Pyrolusite* (MnO_2) dan *hausmannite* (Mn_3O_4) memiliki sistem kristal *tetragonal* dengan parameter kekisi $a = b \neq c$ dan sudut sumbu $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$. *Pyrolusite* (MnO_2) dengan sistem kristal berbentuk *tetragonal* memiliki dimensi sel $a = b = 4,39 \text{ \AA}$ dan $c = 2,86 \text{ \AA}$. Sedangkan *hausmannite* (Mn_3O_4) dengan sistem kristal *tetragonal* memiliki dimensi sel $a = b = 5,76 \text{ \AA}$ dan $c = 9,45 \text{ \AA}$ (Hurlbut, 1972). *Bixbyite* (Mn_2O_3), *manganosite* (MnO), *magnetite* (Fe_3O_4) serta *wustite* (FeO) memiliki sistem kristal berbentuk *cubic* dengan parameter kekisi $a = b = c$ dan sudut sumbu $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$. *Bixbyite* (Mn_2O_3) dengan sistem kristal *cubic* memiliki dimensi sel $a = b = c = 9,41 \text{ \AA}$. *Hematite* (Fe_2O_3) memiliki sistem kristal *hexagonal* dengan parameter kekisi $a = b \neq c$ dan sudut sumbu $\alpha = \beta = 90^\circ$; $\gamma = 120^\circ$. MnO_2 memiliki warna coklat kehitaman, namun warnanya berubah menjadi coklat kekuningan ketika ukuran partikel diperkecil hingga skala nanometer. Sebagian besar Mn_2O_3 memiliki warna coklat kehitaman sedangkan warnanya berubah menjadi kuning pada skala nano. Mn_3O_4 berwarna coklat tetapi menjadi kuning kecoklatan ketika dimensinya berada dalam kisaran nano. MnO berwarna coklat tua namun ketika dimensi partikel menyusut ke ukuran nanometer, MnO berubah menjadi warna biru dengan menunjukkan sifat magnet, konduktansi dan elektrokimia yang sangat baik (Ghosh, 2020).

2.6. Metode Analisis

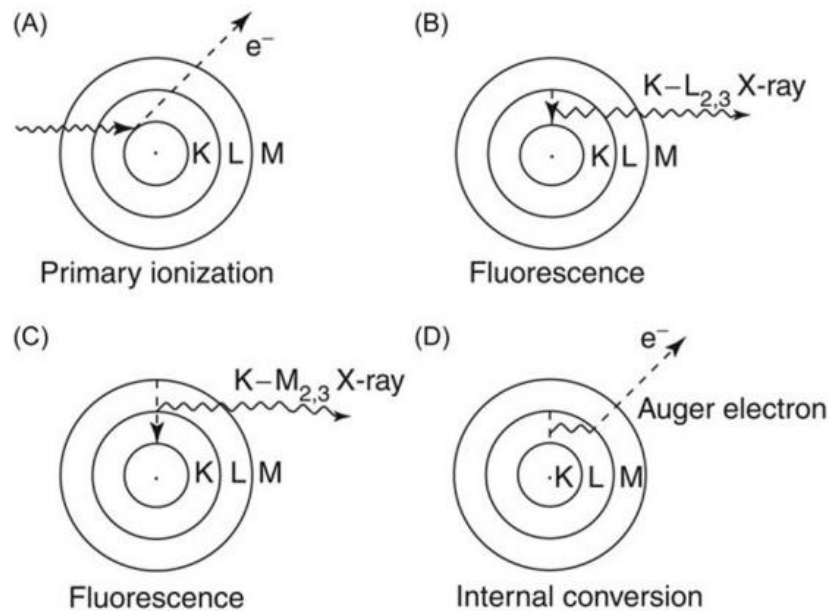
2.6.1. X-Ray Fluorescence (XRF)

Metode analitik yang dikenal sebagai spektrometri fluoresensi sinar-X (spektrometri XRF) sering digunakan di laboratorium penelitian, pengembangan

dan industri untuk tujuan penentuan elemen. Pada penelitian ini, metode analisis XRF digunakan untuk mengetahui komposisi unsur penyusun dari bijih mangan sebelum dan setelah proses reduksi karbotermik. Spektrometri XRF mampu menentukan hampir setiap unsur dalam tabel periodik, biasanya dari natrium hingga uranium termasuk unsur elektronegatif seperti klorin, fosfor, belerang, brom, dan yodium. Sampel biasanya dianalisis dalam bentuk padat (bukan larutan), yang tidak umum digunakan dalam metode spektrometri atom (Potts, 2005).

XRF terdiri dari dua komponen utama, yaitu sumber sinar-X yang digabungkan dengan tabung sinar-X dan detektor sinar-X. XRF melibatkan eksitasi atom dalam sampel dengan menggunakan sumber foton sinar-X, sehingga menimbulkan ionisasi elektron kulit bagian dalam. Karena adanya kekosongan dalam orbital elektron dalam dan segera meluruh ke keadaan elektronik yang lebih stabil, atom akan dihasilkan secara intrinsik tidak stabil. Untuk mengisi kekosongan ini, peluruhan melibatkan transisi elektron dari orbital terluar. Dengan memancarkan foton sinar-X, elektron kehilangan energi dan mendapatkan kembali konfigurasi energik yang stabil saat elektron jatuh ke gradien energi potensial ke orbit yang lebih dekat dengan inti. Energi foton ini adalah karakteristik dari perbedaan energi antara dua keadaan elektrolit yang terlibat dalam transisi. Hasil dari mekanisme eksitasi ini terpancar dari tiga seri garis sinar-X yang penting secara analitik. Ionisasi orbital K, L, atau M adalah sumber dari deret garis ini. Mekanisme ini berbeda dengan teknik spektrometri atom lainnya seperti *Atomic Absorption Spectrometry (AAS)* dan *Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry (ICP-AES)*, yang melibatkan penyerapan dan emisi radiasi wilayah

spektrum ultraviolet-tampak setelah eksitasi elektron orbital atom dan ion luar (Tsuji, 2019).



Gambar 2.4 Skema Mekanisme XRF (Potts, 2005)

Berdasarkan **Gambar 2.4** diatas, (A) merupakan interaksi foton sinar-X primer dengan orbital elektronik atom yang menyebabkan ionisasi elektron kulit-K. (B) merupakan deeksitasi yang melibatkan transisi elektron dari kulit L ke kulit K disertai dengan emisi sinar-X fluoresensi K-L_{2,3} ($K\alpha$). (C) merupakan mode deeksitasi kompetitif yang melibatkan transisi elektron dari kulit M ke kulit K disertai dengan emisi sinar-X fluoresensi K-M_{2,3} ($K\beta$). Serta (D) merupakan tangkapan internal sinar-X fluoresensi yang mengarah ke emisi elektron Auger (Potts, 2005).

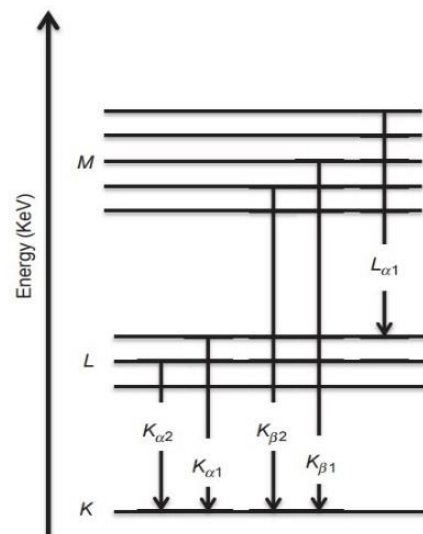
2.6.2. X-Ray Diffraction (XRD)

Sifat – sifat suatu material ditentukan oleh struktur atom (kristal), struktur mikro (fasa) serta ukuran butir dari material itu sendiri. Oleh karena itu, sangat penting untuk mengkarakterisasi struktur atom material dan struktur mikro secara akurat

untuk memahami sifat – sifat serta mengembangkan material yang lebih baik. Salah satu metode terkemuka untuk karakterisasi struktural suatu bahan adalah dengan *X-Ray Diffraction* (XRD) atau difraksi sinar-X. Pada penelitian ini, metode analisis XRD digunakan untuk menentukan struktur kristal yang terbentuk dari bijih mangan yang telah melalui proses reduksi karbotermik. Salah satu peranan penting dalam metode XRD adalah sinar-X. Sinar-X pertama kali ditemukan pada tanggal 8 November 1895 oleh seorang fisikawan Jerman bernama Wilhelm Conrad Rontgen yang melakukan percobaan menggunakan tabung sinar katode (Roentgen, 1895). Dalam percobaannya dilakukan penembakan suatu atom dengan mengalirkan arus listrik bertegangan tinggi ke dalam tabung sinar katode yang dibuat hampa udara sehingga sinar yang dihasilkan akan langsung mengenai target. Sinar inilah yang disebut sebagai sinar-X.

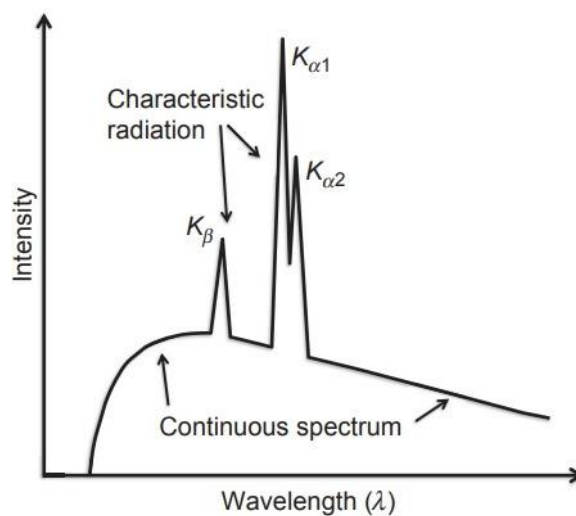
Berdasarkan proses terbentuknya, sinar-X terbagi menjadi dua yaitu sinar-X kontinu (Bremstrahlung) dan sinar-X karakteristik. Bremstrahlung atau sinar-X kontinu adalah proses dimana perlambatan atau percepatan elektron yang memancarkan energi elektromagnetik (foton) sinar-X dengan rentang panjang gelombang yang lebar dan kontinu. Proses terbentuknya sinar-X kontinu ini terjadi ketika elektron mengenai target dalam tabung sinar katode dengan kecepatan yang sangat tinggi. Tabung sinar katode harus dialiri arus listrik bertegangan tinggi untuk menghasilkan elektron dengan kecepatan yang sangat tinggi. Kemudian filamen tabung sinar katode akan berpijar dan menghasilkan loncatan elektron yang bergerak lurus dan berkecepatan tinggi menuju target (anode). Sehingga akan terjadi tabrakan dengan target yang kemudian menghasilkan radiasi sinar-X ke segala arah. Sedangkan sinar-X karakterisasi adalah ionisasi atom dengan

mengeluarkan elektron dari kulit bagian dalam. Emisi elektron dari kulit terluar akan "melompat" ke dalam celah untuk mencapai keadaan yang lebih stabil. Foton kemudian dipancarkan karena adanya perbedaan energi elektron antara kulit dalam dan elektron yang masuk, dengan energi karakteristik yang bergantung pada materi dan posisi kulit awal dan akhir elektron (Epp, 2016).



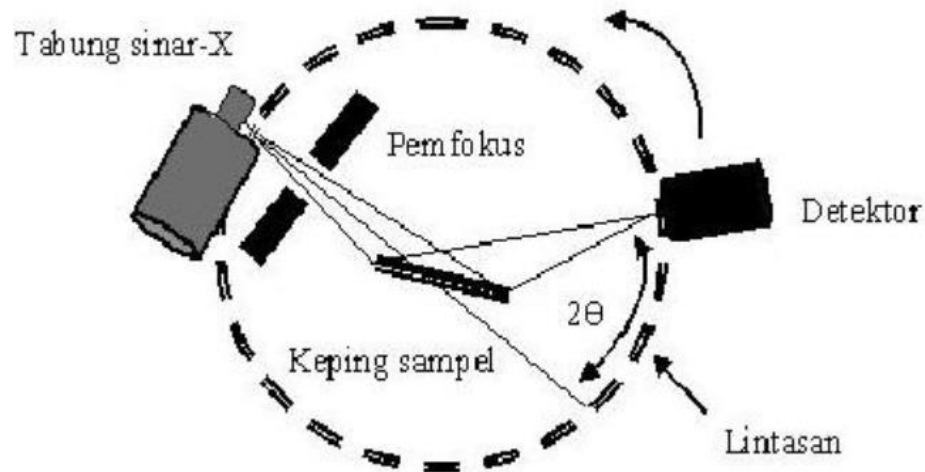
Gambar 2.5 Skema Tingkat Energi Atom dan Pancaran Radiasi Sinar-X Karakteristik (Schwartz *and* Cohen, 1987)

Radiasi yang keluar dari tabung tertutup atau anoda yang berputar, merupakan superimposisi dari radiasi karakteristik dan spektrum kontinu seperti yang ditunjukkan secara skematis seperti ditunjukkan pada **Gambar 2.5** Metode XRD secara umum hanya menggunakan radiasi karakteristik dengan intensitas tertinggi seperti ditunjukkan pada **Gambar 2.6**



Gambar 2.6 Distribusi Intensitas terhadap Panjang Gelombang dari Radiasi Sinar-X yang Menunjukkan Spektrum Kontinu dan Karakteristik (Epp, 2016)

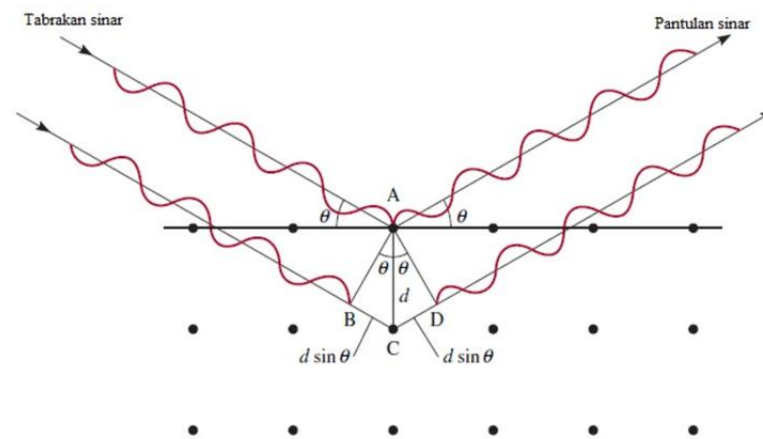
Difraksi sinar-X merupakan salah satu metode yang cocok digunakan dalam karakterisasi mineral berupa bijih. Difraksi sinar-X memiliki kemampuan yang unik yaitu dapat membedakan berbagai fasa berdasarkan struktur kimia dan kristalnya. Metode ini telah banyak digunakan untuk mengkarakterisasi dan memeriksa komposisi fasa dari bahan bubuk atau butiran halus. Sehingga metode ini sesuai untuk mengkarakterisasi serta mengoptimalkan kinerja proses metalurgi dalam bidang pengolahan mineral. Analisis difraksi serbuk sinar-X melibatkan penyinaran sampel dengan sumber sinar-X dan detektor yang membentuk sudut variabel pada sampel yang datar. Pada sudut difraksi tertentu, difraksi sinar-X dari bidang kristal dalam bentuk bubuk akan diukur oleh detektor sebagai puncak dengan intensitas yang bervariasi (Cullity, 1959).



Gambar 2.7 Prinsip Kerja *X-Ray Diffraction* (XRD)

Berdasarkan **Gambar 2.7** diatas, prinsip kerja XRD dapat dijelaskan secara sederhana. Pada tabung sinar-X akan mengeluarkan sinar-X yang kemudian akan difokuskan sehingga akan mengenai sampel oleh pemfokus. Setelah itu detektor akan bergerak pada sepanjang lintasannya untuk merekam pola difraksi sinar-X dan akan menghasilkan pola difraksi yang khas. Pola difraksi khas inilah yang kemudian dijadikan sebagai dasar dalam analisa kualitatif XRD untuk membedakan suatu senyawa dengan senyawa lainnya.

Dalam pengukuran XRD, ketika berkas elektron berenergi tinggi mengenai target logam maka sinar-X dapat dihasilkan. Kristal akan menunjukkan hamburan yang signifikan apabila sudut (θ) sinar-X memenuhi hukum Bragg. Menurut hukum Bragg, pola difraksi suatu zat ditentukan oleh sudut terjadinya difraksi sinar-X. Peristiwa terjadinya difraksi sinar-X menurut hukum Bragg diilustrasikan seperti **Gambar 2.8** berikut.



Gambar 2.8 Peristiwa Difraksi Sinar-X yang Memenuhi Hukum Bragg (Cullity, 1959)

Gambar 2.8 menunjukkan peristiwa difraksi dimana atom – atom tersusun dalam bidang – bidang datar (kisi kristal) dan terpisah sejauh d . Apabila sinar-X ditembakkan pada sampel dan mengenai kisi, maka sinar-X akan dipantulkan dengan sudut yang sama dengan sudut pantulnya. Sinar-X yang menumbuk kisi kristal akan membentuk sudut θ , yang disebut sebagai sudut Bragg. dimana besarnya θ dihitung antara sinar pada saat tumbukan dengan bidang kristal tertentu. Sehingga difraksi sinar-X yang memenuhi hukum Bragg ditulis dalam bentuk persamaan (2.1).

$$\lambda = 2d \sin \theta \quad (2.1)$$

Dengan λ adalah panjang gelombang, $2d$ adalah jarak antar bidang dalam kristal, θ adalah sudut difraksi, n adalah orde difraksi (0,1,2,3,...). Peristiwa difraksi hanya dapat terjadi apabila hukum Bragg diatas terpenuhi (Cullity, 1959).

2.6.3. Scanning Electron Microscope (SEM)

Scanning Electron Microscope (SEM) merupakan suatu instrumen yang telah digunakan diberbagai bidang di seluruh dunia. Analisis SEM merupakan suatu metode karakterisasi material yang digunakan untuk mengamati permukaan dari suatu material. Pada penelitian ini, metode analisis SEM digunakan untuk mengetahui morfologi serta komposisi unsur pada saat sampel bijih mangan yang telah melalui proses reduksi karbotermik. SEM dapat digunakan untuk menganalisis bahan organik dan anorganik secara efektif pada skala nanometer (nm) hingga mikrometer (μm). SEM menghasilkan gambar yang sangat presisi dari berbagai bahan dengan perbesaran tinggi hingga 300.000 kali dan bahkan 1.000.000 kali (pada beberapa model yang modern) dan ketebalan mulai dari 200 μm sampai 5 μm . SEM dapat melihat batas butir, batas fasa, distribusi, bukti deformasi mekanis dan komposisi kimia serta dapat mengungkapkan detail dan kerumitan yang tidak dapat dilakukan oleh mikroskop cahaya (Mohammed *and* Abdullah, 2018).

Dalam metode analisis SEM, elektron yang ditembakkan pada sampel merupakan elektron berenergi tinggi dan sinar-x yang keluar akan dianalisis. Informasi mengenai topografi dan morfologi material diungkapkan oleh sinar-x yang dipancarkan. Morfologi mengacu pada bentuk dan ukuran objek, sedangkan topografi mengacu pada karakteristik permukaannya seperti tekstur, kehalusan, dan kekasaran. Selain itu, SEM adalah alat yang dapat digunakan untuk mengkarakterisasi sampel kristalografi, magnetik dan listrik serta untuk menentukan apakah terdapat perubahan dalam morfologi partikel setelah mengubah permukaan sampel dengan molekul lain. SEM menjadi alat yang dapat mempelajari dan menganalisis materi dengan resolusi tinggi dalam berbagai aplikasi (Akhtar *et*

al., 2018). Gambar yang dihasilkan pada karakterisasi SEM dapat dianalisa dengan menggunakan *software* ImageJ. Analisa ini bertujuan untuk mengetahui diameter partikel rata – rata dari gambar tersebut. Pada *software* ImageJ akan diperoleh nilai luas area partikel rata – rata (*average size*) dengan fitur *Analyze Particles*. Kemudian dari nilai tersebut maka dapat dihitung diameter partikel rata – ratanya dengan menggunakan persamaan berikut.

$$d = 2\sqrt{A/\pi} \quad (2.2)$$

Dimana d adalah diameter partikel rata – rata dan A adalah luas area partikel rata – rata (*average size*). Persamaan diatas diperoleh berdasarkan dengan asumsi bahwa sebuah partikel berbentuk bola (Kurniawan, dkk. 2011).

III. METODE PENELITIAN

3.1. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini akan dilaksanakan pada bulan Juli hingga September 2023 di Laboratorium Non – Logam dan Laboratorium *Heat Treatment* Balai Penelitian Teknologi Mineral – Badan Riset dan Inovasi Nasional (BRIN) yang bertempat di Jl. Ir. Sutami Km. 15 Tanjung Bintang, Sindangsari, Lampung Selatan, Indonesia.

3.2. Alat dan Bahan

Adapun alat dan bahan yang digunakan pada penelitian ini ditunjukkan pada **Tabel 3.1** dan **Tabel 3.2** berikut:

Tabel 3.1 Alat

No.	Alat	Fungsi
1	<i>Ball Mill</i>	Menggerus bijih mangan menjadi serbuk
2	Ayakan Mesh 100 dan 200	Memisahkan partikel serbuk bijih mangan sesuai ukuran mesh
3	Kuas	Alat bantu dalam proses pengayakan
4	Plastik Sampel	Tempat menaruh sampel
5	<i>Bottle Roller</i>	Mengaduk bahan – bahan dengan kecepatan yang tetap
6	Neraca Digital	Menimbang selama proses penelitian
7	Oven	Pengeringan sampel
8	<i>Furnace</i>	Proses pembakaran sampel pada suhu tinggi

9	Alu dan Mortar	Menggerus sampel
10	<i>Shaker Mill</i>	Menghaluskan sampel
11	Botol Semprot	Memisahkan magnet yang menempel pada stik magnet
12	Gelas Kimia 50 ml	Tempat selama proses magnetisasi
13	Stik Magnet	Memisahkan kandungan magnet yang terdapat pada sampel
14	Kertas Saring	Memisahkan sampel dari kandungan air
15	Labu Takar	Tempat untuk menampung air selama penyaringan pada proses magnetisasi
16	Corong	Tempat untuk meletakkan kertas saring
17	Cawan Grafit	Wadah sampel saat proses <i>furnace</i>
18	Cetakan Paralon	Membuat spesimen sampel yang akan digunakan untuk karakterisasi SEM
19	<i>Polishing Machine Unipol – 1210</i>	Membuat permukaan yang halus dan mengkilap pada spesimen sampel (karakterisasi SEM)
20	<i>X-Ray Fluorescence (XRF)</i> portabel	Identifikasi dan analisis fasa komposisi sebelum dan setelah proses reduksi karbotermik
21	<i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	Identifikasi dan analisis struktur kristal pada sampel yang telah melalui proses reduksi karbotermik
22	<i>Scanning Electron Microscope (SEM)</i>	Identifikasi dan analisis struktur morfologi permukaan sampel yang telah melalui proses reduksi karbotermik

Tabel 3.2 Bahan

No.	Bahan	Fungsi
1	Bijih Mangan	Merupakan bahan utama yang akan digunakan pada sampel
2	Serbuk Grafit	Berperan sebagai reduktor
3	Na ₂ SO ₄	Berperan sebagai zat aditif
4	Akuades	Bahan selama proses peletisasi dan magnetisasi

5	Resin	Bahan membuat sampel menjadi spesimen pada preparasi sebelum analisis SEM
6	Katalis	Mempercepat laju reaksi pada preparasi sebelum analisis SEM
7	Larutan TiO ₂	Membuat permukaan sampel menjadi mengkilap pada saat <i>polishing</i>

3.3. Prosedur Penelitian

Prosedur pada penelitian ini meliputi preparasi sampel dan optimasi.

3.3.1. Preparasi Sampel

Proses preparasi sampel meliputi penggerusan, pengayakan, pencampuran bahan dan pembuatan pelet.

1. Bijih mangan yang diperoleh dari Way Kanan ditimbang sebanyak 2 kg menggunakan neraca digital.
2. Bijih mangan digerus hingga halus didalam *ball mill* selama 3 jam dengan kecepatan 160 rpm.
3. Serbuk bijih mangan yang telah digerus, diayak menggunakan mesh ukuran 100.
4. Dilakukan pengayakan kembali pada serbuk bijih mangan yang lolos mesh 100 dengan menggunakan mesh 200. Serbuk bijih mangan yang digunakan merupakan hasil pengayakan yang lolos mesh 100 namun tidak lolos mesh 200.
5. Serbuk bijih mangan dibagi menjadi 9 sampel dan ditimbang sebanyak 50 gram pada setiap sampel dengan menggunakan neraca digital. Dimana masing – masing sampel kode ditunjukkan pada **Tabel 3.3** berikut.

Tabel 3.3 Sampel Kode dengan Variasi Temperatur dan Waktu Tahan

Temperatur (°C)	Waktu Tahan (menit)	Sampel Kode
950	30	950 (1)
	60	950 (2)
	90	950 (3)
1050	30	1050 (1)
	60	1050 (2)
	90	1050 (3)
1150	30	1150 (1)
	60	1150 (2)
	90	1150 (3)

6. Reduktor grafit ditimbang sebanyak 0,75 gram dan aditif Na₂SO₄ ditimbang sebanyak 5 gram dengan menggunakan neraca digital.
7. Serbuk bijih mangan, reduktor grafit dan aditif Na₂SO₄ yang telah ditimbang dicampur kedalam botol kemudian diaduk menggunakan *bottle roller* selama 10 menit setiap sampel dengan kecepatan 160 rpm.
8. Serbuk bijih mangan, reduktor dan grafit yang telah tercampur ditambahkan sedikit air dan dibentuk pelet dengan ukuran ± 1 cm.
9. Sampel yang telah berbentuk pelet dikeringkan dengan menggunakan oven pada suhu 120 °C selama 4 jam untuk menghilangkan kandungan air yang terdapat pada sampel.

3.3.2. Optimasi

Proses optimasi meliputi pemanasan, reduksi karbotermik, pengeringan, penggerusan dan magnetisasi.

1. Pemanasan dilakukan pada suhu tinggi. Setiap sampel dipanaskan pada suhu dan waktu yang berbeda yaitu pada suhu 950 °C, 1050 °C dan 1150 °C selama 30, 60 dan 90 menit dengan menggunakan *furnace*.
2. Sampel yang telah tereduksi dilakukan proses *quenching* atau pendinginan secara cepat.
3. Sampel dikeringkan dalam oven pada suhu 120 °C selama 4 jam untuk menghilangkan kandungan air yang terdapat pada sampel setelah proses *quenching*.
4. Sampel dipisahkan sebanyak ± 3 gram untuk dilakukan karakterisasi SEM. Dimana pada karakterisasi SEM perlu dilakukan preparasi terlebih dahulu. Adapun preparasi yang dilakukan sebelum analisa SEM adalah sebagai berikut:
 - Proses *mounting* dilakukan dengan meletakkan sampel yang belum digerus (setelah melalui proses reduksi dan dioven pada suhu 120 °C) pada cetakan paralon. Kemudian dituang campuran resin dan katalis dengan perbandingan 10:3 dan didiamkan selama 24 jam.
 - Proses *polishing* dilakukan dengan menggunakan *Polishing Machine Unipol – 1210* dan kertas amplas grid 80, 120, 400, 600, 800, 1200 yang dialiri air serta beludru yang diberikan larutan TiO₂ selama proses *polishing* dilakukan.
5. Sampel digerus menggunakan mortar hingga menjadi serbuk.
6. Sampel yang telah menjadi serbuk diayak menggunakan mesh 200.
7. Sampel yang tidak lolos mesh 200 digerus menggunakan *shaker mill* selama 30 menit.
8. Sampel yang telah digerus diayak kembali dengan menggunakan mesh 200 hingga semua sampel lolos pada mesh 200 (-200).

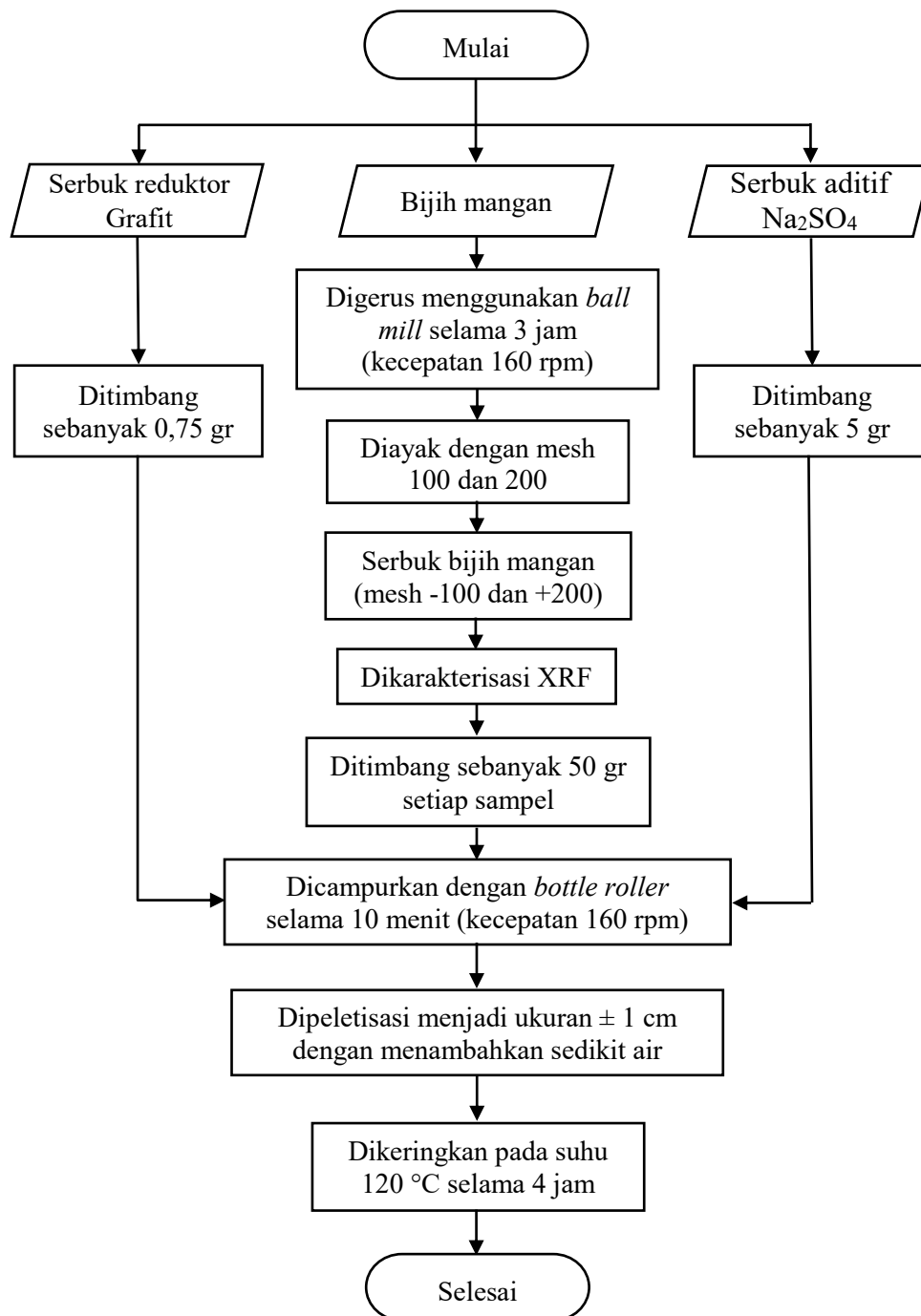
9. Sampel (-200) dilakukan proses magnetisasi dengan menggunakan stik magnet untuk memisahkan kandungan magnet (Fe) pada sampel.
10. Sampel dikarakterisasi dengan menggunakan metode karakterisasi XRF dan XRD.

3.4. Diagram Alir

Adapun diagram alir pada penelitian ini meliputi preparasi sampel dan optimasi.

3.4.1. Preparasi Sampel

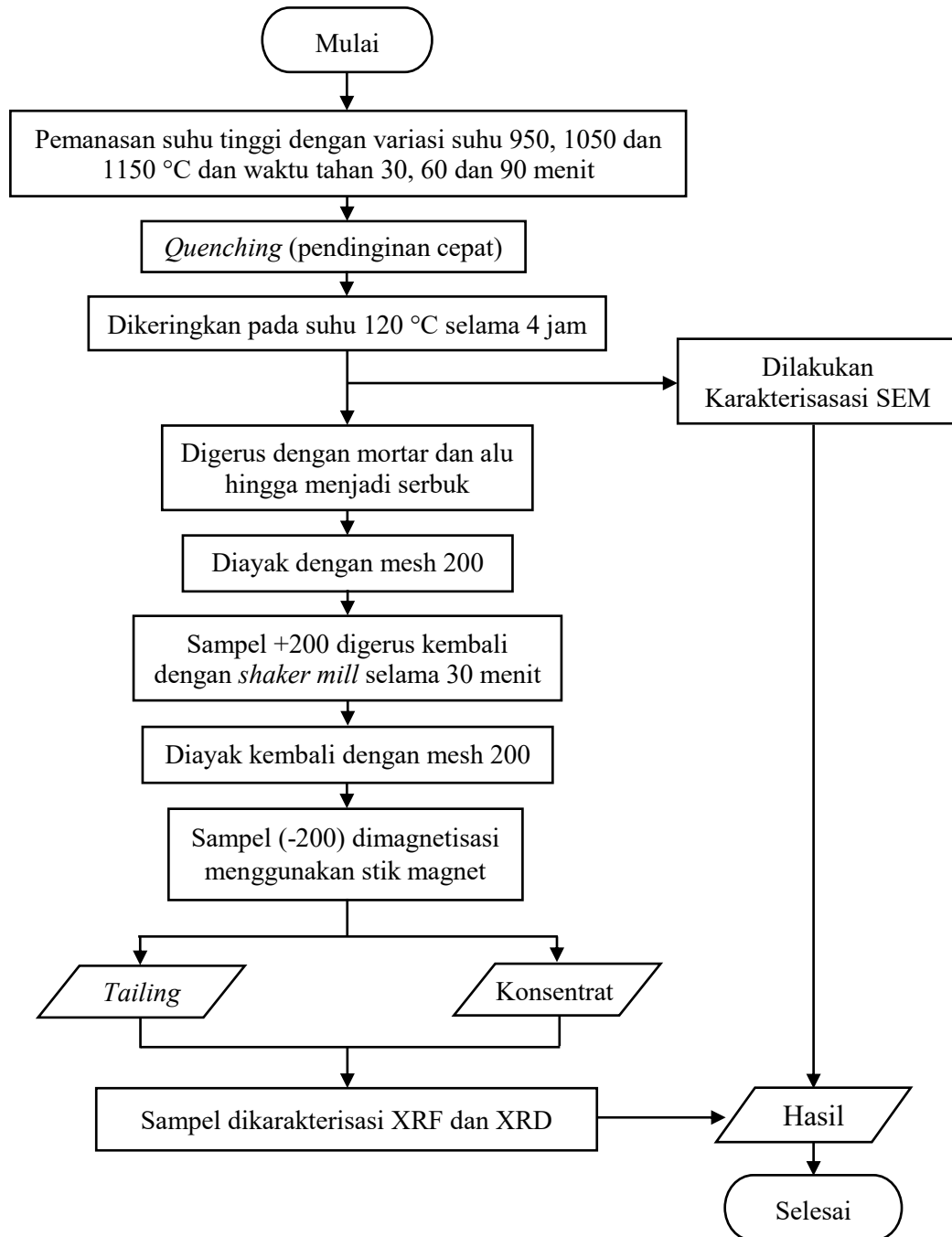
Diagram alir pada proses preparasi sampel ditunjukkan pada **Gambar 3.1** berikut.



Gambar 3.1 Diagram Alir pada Proses Preparasi Sampel

3.4.2. Optimasi

Diagram alir pada proses optimasi ditunjukkan pada **Gambar 3.2** berikut.



Gambar 3.2 Diagram Alir pada Proses Optimasi

V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, diperoleh kesimpulan sebagai berikut.

1. Variasi temperatur dan waktu tahan mempengaruhi nilai *recovery* (pemulihan) mangan pada hasil reduksi bijih mangan. Pada variasi temperatur, nilai rata – rata pemulihan mangan tertinggi terjadi pada pemanasan suhu 1050 °C. Kemudian pada variasi waktu tahan, pemulihan mangan tertinggi terjadi pada waktu tahan 90 menit. Adapun pemulihan mangan tertinggi dari keseluruhan sampel terjadi pada pemanasan suhu 950 °C dengan waktu tahan 90 menit dengan kadar mangan sebesar 84,432 %.
2. Variasi temperatur dan waktu tahan menunjukkan adanya perubahan fasa yang terbentuk pada bijih mangan setelah proses reduksi. Perubahan fasa menunjukkan bahwa bijih mangan tereduksi secara bertahap pada setiap peningkatan temperatur dan waktu tahan. Dimana perubahan fasa ini didasarkan pada kinetika reduksi oksida mangan ($\text{MnO}_2 \rightarrow \text{Mn}_3\text{O}_4 \rightarrow \text{MnO}$) dan oksida besi ($\text{Fe}_2\text{O}_3 \rightarrow \text{Fe}_3\text{O}_4 \rightarrow \text{Fe}$).
3. Variasi temperatur dan waktu tahan mempengaruhi morfologi dan komposisi unsur pada titik tertentu. Unsur mangan (Mn) merupakan unsur komposisi tertinggi yang teridentifikasi oleh spektrum EDS pada keseluruhan sampel.

5.2. Saran

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, saran untuk penelitian selanjutnya yaitu sebagai berikut.

1. Melakukan penelitian reduksi karbotermik dengan menggunakan variasi jenis reduktor dan aditif lainnya.
2. Melakukan penelitian reduksi selektif dengan menggabungkan dua metode pengolahan bijih mangan berupa hidrometalurgi dan pirometalurgi.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M. dan Khairurrijal, K. 2009. Pemanasan nanopartikel dengan sintering rendah. *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi*. Vol. 1 (1). Hal 11-13.
- Akhtar, K., Khan, S.A., Khan, S.B. dan Asiri, A.M. 2018. *S. K. Sharma (ed.), Handbook of Materials Characterization*. Springer International Publishing AG. Saudi Arabia.
- Amalia, D., Sariman. dan Azhari. Potency of Making the Chemical Manganese Dioxide (CMD) from East Nusa Tenggara Pyrolusite. *Indonesian Mining Journal*. Vol. 19 (2). Hal. 79-87.
- Baba, A.A., Ibrahim, L., Adekola, F.A., Bale, R.B., Ghosh, M.K. Sheik, A.R., Pradhan, S.R., Ayanda, O.S. dan Folorunsho, I.O. 2014. Hydrometallurgical Processing of Manganese Ores: A Review. *Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering*. Vol. 2. Hal. 230-247.
- Barik, R., Sanjay, K., Mishra, B.K. dan Mohapatra, M. 2015. Micellar Mediated Selective Leaching of Manganese Nodule in High Temperature Sulfuric Acid Medium. *Hydrometallurgy*. Vol. 165 (1). Hal. 44-50.
- Cardinelli, F. 2008. *Materials Handbook A Concise Reference Second Edition*. Springer. London.
- Cullity, B.D. dan Stock, S.R. 1959. *Elements of X-Ray Diffraction*. Addison-Wesley. Amerika.
- Epp, J. 2016. *Materials Characterization Using Nondestructive Evaluation (NDE) Methods*. Woodhead Publishing. Germany.
- Entegris. 2013. *Graphite Properties and Characteristics. For Industrial Application*. Entegris. USA.
- Gao, L., Liu, Z., Feng, C., Pan, Y., Ge, Y. dan Chu, M. 2019. A study on separation of Mn and Fe from high-alumina ferruginous manganese ores by the carbothermal roasting reduction process. *Advanced Powder Technology*. Vol. 31 (1). Hal. 1-10.

- Gautam, G.S. dan Carter, E.A. 2018. Evaluating Transition Metal Oxides within DFT-SCAN and SCAN+*U* Frameworks for Solar Thermochemical Applications. *Physical Review Materials*. Vol. 2 (9). Hal. 095401.
- Ghosh, S.K. 2020. Diversity in the Family of Manganese Oxides at the Nanoscale: From Fundamentals to Applications. *ACS Omega*. Vol. 5 (40). Hal. 25493-25504.
- Halim, K.S.A., Bahgat, M., Morsi, M.B. dan El-Barawy, K. 2011. Pre-reduction of Manganese Ores For Ferromanganese Industry. *Ironmaking & Steelmaking*. Vol. 38 (4). Hal. 279-284.
- Havlik, T. 2008. *Hydrometallurgy Principles and Application*. Woodhead Publishing Limited. Cambridge.
- Hurlbut, C.S. 1972. *Dana's Manual of Mineralogy*. John Wiley & Sons, Inc. New York.
- Isdar, E., Suharyanto, A. dan Agus, J. 2022. Reduksi Bijih Mangan. *Jurnal Sains Fisika*. Vol. 2. Hal. 39-44.
- Kementerian ESDM. 2017. Hasil Kajian Kementerian ESDM. Pusat Data dan Teknologi Informasi Energi dan Sumber Daya Mineral Kementerian ESDM. Jakarta.
- Kumar, M., Ranganathan, S. dan Sinha, S.N. 2010. Kinetics of Reduction of Different Manganese Ores. *Journal of INFACON XI*. Hal. 241-246.
- Kurniawan, C., Waluyo, T.B. dan Sebayang, P. 2011. Analisis Ukuran Partikel Menggunakan Free Software Image-J. *Prosiding Semiar Nasional Fisika 2011*.
- Liu, D., Gao, L., Chen, G., Zhou, J., Guo, S., Omran, M. dan Chen, J. 2022. Enhancement Effects of Distiller's Dried Grains as Reducing Agents on the Kinetics and Leaching of Pyrolusite From Manganese Ore. *Journal of Materials Research and Technonogy*. Vol. 19. Hal. 4270-4281.
- Liu, Y., Lin, Q., Li, L., Fu, J., Zhu, Z., Wang, C. dan Qian, D. 2013. Study On Hydrometallurgical Process And Kinetics Of Manganese Extraction From Low-Grade Manganese Carbonate Ores. *International Journal of Mining Science and Technology*. Vol. 24. Hal. 567-571.
- Ma, E. 2019. *Electronic Waste Management and Treatment Technology*. Butterworth-Heinemann. China.

- Mohammed, A. dan Abdullah, A. 2018. Scanning Electron Microscopy (SEM): A Review. *International Conference on Hydraulics and Pneumatics*. Vol. 7. Hal. 1-9.
- Olsen, S.E., Tangstad, M. dan Lindstad, T. 2007. *Production of Manganese Ferro Aloys*. Tapir Academic Press. Norwegia.
- Peckett, J.W., Trens, P., Gougeon, R.D., Poppl, A., Harris, R.K. dan Hudson, M.J. 2000. Electrochemically oxidised graphite. Characterisation and some ion exchange properties. *Carbon*. Vol. 38. Hal. 345-353.
- Perdana, F.A. 2020. Baterai Lithium. *INKUIRI: Jurnal Pendidikan IPA*. Vol. 9 (2) Hal. 103-109.
- Pierson, H.O. 1994. *Handbook of Carbon, Graphite, Diamonds and Fullerenes*. William Andrew. Amerika.
- Potts, P.J. 2005. *Encyclopedia of Analytical Science (Second Edition)*. Elsevier. UK.
- Rao, M.C. 2013. LiMn₂O₄ Cathodes for Solid State Lithium-Ion Batteries-Energy Storage and Conversion. *Journal of Optoelectronics and Biomedical Materials*. Vol. 5 (1). Hal. 9-16.
- Ren, G.X., Liao, C.B., Liu, Z.H. dan Xiao, S.W. 2022. Lithium and Manganese Extraction from Manganese-Rich Slag Originated from Pyrometallurgy of Spent Lithium-Ion Battery. *Transaction of Nonferrous Metals Society of China*. Vol. 32 (8). Hal. 2746-2756.
- Roentgen, W.C. 1895. *Uber eine neue Art von Strahlen*. In: *Sitzungsbericht der Wurzburg Physik und Medicin Gesellschaft*. Stahel. Germany.
- Royani, A., Subagja, R., Manaf, A. 2017. Studi Pelindian Mangan Secara Reduksi Dengan Menggunakan Larutan Asam Sulfat. *Jurnal Riset Teknologi Industri*. Vol. 11 (1). Hal. 1-9.
- Sahoo, R.N., Naik, P.K., Das, S.C. 2001. Leaching of manganese from low-grade manganese ore using oxalic acid as reductant in sulphuric acid solution. *Hydrometallurgy*. Vol. 62 (3). Hal. 157-163.
- Schwartz, L.H. and Cohen, J.B. 1987. *Diffraction from Materials*. Springer Verlag, Berlin.

- Silva, F.L., Moreira, G.F., Pires, K.S., Kruger, F.L. dan Araujo, F.G. 2020. Quantitative Phases Characterization of Clayey Ceramics Containing Manganese Ore Tailings. *Journal of Materials Research and Technology*. Vol. 9 (5). Hal. 11884-11894.
- Sinha, M.K. dan Purcell, W. 2019. Reducing agents in the leaching of manganese ores: A comprehensive review. *Hydrometallurgy*. Vol.187. Hal. 168-186.
- Sorensen, B., Sean G., Eli, R., Merete, T., Ring, K. dan Oleg, O. 2010. Phase compositions of manganese ores and their change in the process of calcination. *International Journal of Mineral Processing*. Vol. 94. Hal. 101-110.
- Su, H., Wen, Y., Wang, F., Sun, Y. dan Tong, Z. 2008. Reductive Leaching of Manganese From Low-Grade Manganese Ore In H₂SO₄ Using Cane Molasses As Reductant. *Hydrometallurgy*. Vol. 93 (3-4). Hal. 136-139.
- Supriyatna, Y.I., Kambuna, B.N.H., Trinopiawan, K. dan Putra, P.A. 2019. Pengaruh Variasi waktu dan Reduktor pada Peleburan Titanuim dari Terak Timah menggunakan Tungku Busur Listrik. *Jurnal Teknologi Mineral dan Batubara*. Vol. 15 (3). Hal 189-199.
- Svehla. 1985. *Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro Edisi Kelima*. Kalman Media Pustaka. Jakarta.
- Tsuji, K. 2019. *Encyclopedia of Analytical Science (Third Edition)*. Elsevier. Japan.
- Welham, N.J. 2002. Activation of the carbothermic reduction of manganese ore. *International Journal of Minerals Processing*. Vol. 67 (1-4). Hal. 187-198.
- Yi, L., Huang, Z., Jiang, T., Zhao, P., Zhong, R. dan Liang, Z. 2017. Carbothermic Reduction of Ferruginous Manganese Ore for Mn/Fe Benefication: Morphology Evolution and Separation Characteristic. *Minerals*. Vol. 7 (9: 167). Hal 1-16.
- You, Z., Li, G., Zhang, Y., Peng, Z. dan Jiang, T. 2015. Extraction of Manganese From Iron Rich MnO₂ Ores Via Selective Sulfation Roasting With SO₂ Followed By Water Leaching. *Hydrometallurgy*. Vol. 156. Hal. 225-231.
- Zhang, W. dan Cheng, C.Y. 2007. Manganese Metalurgy Review Part I: Leaching of Ore Secondary Materials and Recovery of Electrolytic Chemical Manganese Dioxide. *Hydrometallurgy*. Vol. 89. Hal. 137-159
- Zhang, Y., You, Z., Li, G. dan Jiang, T. 2013. Manganese extraction by sulfur-based reduction roasting-acid leaching from low-grade manganese oxide ores. *Hydrometallurgy*. Vol. 133. Hal 126-132.