

ANALISIS PARAMETER MIKROSTRUKTUR NANOPARTIKEL $Mn_{1-x}Zn_xFe_2O_4$ BERDASARKAN POLA DIFRAKSI SINAR X

I Putu Tedy Indrayana
Universitas Halmahera, Indonesia
Email: ionexcellenteducation@gmail.com

Abstrak

Mn-Zn Ferit adalah material magnetik yang memiliki potensi aplikasi dalam teknologi penyimpanan data, kumparan induktor, serta katalisis. Material ini juga memiliki sifat listrik dan optik yang unik. Sifat tersebut sangat bergantung pada parameter mikrostruktur nanopartikel. Dalam penelitian ini dilakukan kajian parameter mikrostruktur nanokristal $Mn_{1-x}Zn_xFe_2O_4$ dengan x menyatakan fraksi mol kation Mn^{2+} dan Zn^{2+} ($x = 0,6; 0,7$ dan $0,8$). Nanopartikel disintesis menggunakan metode kopresipitasi dan senyawa NaOH sebagai agen pengendap. Parameter mikrostruktur nanopartikel dikaji berdasarkan pola difraksi sinar X (*X-ray diffraction*). Ukuran kristalit dan strain nanopartikel dihitung menggunakan metode Size-strain plot (SSP). Ukuran kristalit $Mn_{1-x}Zn_xFe_2O_4$ berada pada rentang 18,9 nm – 24,8 nm, sementara strain memiliki nilai 0,0012 – 0,0099. Parameter kisi sel satuan kristal hasil eksperimen adalah 8,531Å - 8,567 Å, lebih besar dibandingkan hasil secara teori berdasarkan model distribusi kation secara teoretik. Distribusi kation Mn^{2+} , Zn^{2+} dan Fe^{3+} dalam ruang kisi kristal memiliki peran penting menentukan parameter mikrostruktur nanopartikel.

Kata kunci: Difraksi sinar-X, mikrostruktur, nanopartikel

Abstract

The Mn-Zn Ferit is a magnetic material which has potential applications for data storage device, the inductor coil and catalysis. This material has unique electrical and optical properties. Their properties are microstructural dependent. In this work, we studied the microstructural parameters of $Mn_{1-x}Zn_xFe_2O_4$ which x assigns the mole fraction of Mn^{2+} and Zn^{2+} ($x = 0.6; 0.7$ and 0.8). Samples were synthesized by using coprecipitation method and NaOH as a coprecipitant. Microstructural parameters were investigated based on X-ray diffraction pattern. The crystallite size and strain were determined by using Size-strain plot (SSP) method. The crystallite size of nanoparticles is in a range of 18.9 nm – 24.8 nm, while the strain is in a range of 0.0012 – 0.0099. The lattice parameter is in a range of 8.531Å - 8.567Å bigger than the values were calculated theoretically according to the theoretical cation distribution model. The cation distribution in crystal lattice takes important rule in determining the microstructural parameters of nanoparticles.

Keywords : Diffraction of X-ray, microstructure, nanoparticles

PENDAHULUAN

Ferit merupakan salah satu jenis kelompok material oksida yang memiliki rumus senyawa MFe_2O_4 . M menyatakan unsur-unsur logam yang memiliki valensi 2+, seperti Cr, Mn, Zn, Ni, Cu, Co dan Mg (Mathew & Juang, 2007). Material ini memiliki berbagai potensi aplikasi. Dalam bidang lingkungan, ferit digunakan sebagai katalis untuk mereduksi limbah kimia organik maupun anorganik dalam bentuk partikel melalui proses fotokatalisis, fito-remidiasi, maupun adsorpsi (Valenzuela,

2012; Mehta dkk., 2015; Manav dkk., 2016). Dalam bidang teknologi dan rekayasa, ferit digunakan untuk keperluan pabrikasi media penyimpan data (*data storage*) seperti hardisk dan floppy disk, pabrikasi perangkat penyerap gelombang mikro (*microwave absorber*) serta perangkat tabir gelombang elektromagnetik (*EMI shielding*). Di bidang elektronika, material ini digunakan sebagai bahan baku pembuatan komponen induktif untuk aplikasinya dalam perangkat penguat (*low-noise amplifiers*), osilator pengontrol tegangan (*voltage-con-*

trolled oscillator) (Valenzuela, 2012). Begitu pula dalam bidang biomedis, nanopartikel ferit dapat diaplikasikan sebagai agen penyalur obat (*drug delivery agent*), agen kontras citra MRI (*contrast agent for MRI*) serta termoterapi kanker (Issa dkk., 2013; El-Toni dkk., 2013).

Berbagai potensi aplikasi yang dimiliki ferit dikarenakan sifat-sifat fisika maupun kimia yang unggul dibandingkan kelompok material lainnya. Adapun sifat-sifat tersebut seperti akustik, kelistrikan dielektrik, kemagnetan, optik dan mekanik. Sifat unggul tersebut bergantung pada berbagai faktor, diantaranya jenis dan komposisi logam divalen, struktur kristal dan derajat kristalinitas, distribusi kation serta profil struktur morfologi partikel.

Contoh material ferit adalah $MnFe_2O_4$. Material ini memiliki permeabilitas magnetik tinggi (Iyer dkk., 2009), magnetik anisotropi rendah dan pada kondisi tertentu dapat menunjukkan sifat superparamagnetik (Sam & Nesaraj, 2011). Secara struktur elektronik, $MnFe_2O_4$ memiliki energi gap optik kecil, yaitu 2,56 eV (Baykal dkk., 2014). Struktur kristal $MnFe_2O_4$ adalah *partially inverse spinel* (Mathew & Juang, 2007). Begitu pula dengan $ZnFe_2O_4$, material ini terkenal memiliki sifat ferri-magnetik dan pada kondisi tertentu juga mampu menunjukkan sifat superpara-magnetik. Energi gap optiknya kecil, yaitu 1,9 eV sehingga material ini bersifat semikonduktor tipe-n (Hafez dkk., 2014). Struktur kristal yang dimiliki $ZnFe_2O_4$ adalah normal spinel (Mathew & Juang, 2007).

Beberapa peneliti seperti Szczygiel & Winiarska (2013); Iyer dkk. (2010); Venkataraju & Paulsingh (2014); Patil dkk (2013) dan Zlatkov dkk (2010) telah berhasil mensintesis nanopartikel ferit $Mn_{1-x}Zn_xFe_2O_4$. Material hasil paduan $Mn_{1-x}Zn_xFe_2O_4$ memiliki berbagai sifat unggul hasil paduan $MnFe_2O_4$ dan $ZnFe_2O_4$, diantaranya temperatur Curie rendah, rapat fluks magnetik tinggi, konstanta anisotropi magnetik rendah, magnetisasi remanen rendah dan energi gap optik juga rendah. Struktur kristalnya berupa kubik FCC (group ruang Fd3m) spinel campuran (*mixed spinel structure*) (Mathew & Juang, 2007).

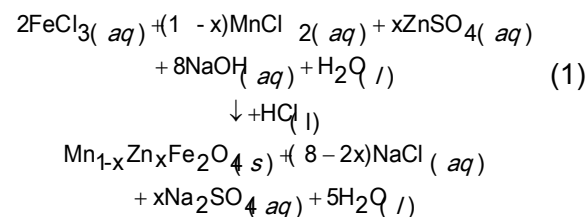
Sifat-sifat unggul yang dimiliki oleh material ferit, khususnya $Mn_{1-x}Zn_xFe_2O_4$ telah menarik perhatian banyak peneliti bidang material selama satu dekade ini. Profil sifat yang ditampilkan material ini tidak terlepas dari berbagai faktor mikrostruktur yang dimiliki. Oleh karena itu, parameter mikrostruktur menjadi faktor penting untuk dipelajari dalam rangka mengoptimalkan sifat-sifat fisika maupun kimia nanopartikel $Mn_{1-x}Zn_xFe_2O_4$. Upaya rekayasa parameter mikrostruktur nanopartikel $Mn_{1-x}Zn_xFe_2O_4$ dapat dilakukan dengan variasi metode sintesis, parameter sintesis, komposisi mol unsur logam divalen, modifikasi permukaan melalui proses enkapsulasi atau pelapisan (*coating*) serta pemberian perlakuan panas seperti sintering atau anealing.

Dalam penelitian ini dilakukan analisis parameter mikrostruktur dan struktur kristal nanopartikel $Mn_{1-x}Zn_xFe_2O_4$ dengan variasi komposisi mol Mn dan Zn, yaitu $x = 0,6$; $0,7$ dan $0,8$. Sampel nanopartikel disintesis menggunakan metode kopresipitasi dan dikarakterisasi dengan metode difraksi sinar-X.

METODE

Bahan Sintesis

Sintesis sampel nanopartikel $Mn_{1-x}Zn_xFe_2O_4$ menggunakan prekursor yaitu $FeCl_3 \cdot 6H_2O$, $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$, dan $MnCl_2 \cdot H_2O$ (Merk Emsure) sebagai penyedia kation Fe^{3+} , Zn^{2+} , Mn^{2+} . Sampel disintesis secara kopresipitasi menggunakan basa NaOH (Merk Emsure) sebagai agen pengendap. Konsentrasi $FeCl_3$ dijaga tetap 0,4 molar ($n = 0,008$ mol; $m = 2,163$ gram dalam 0,02 liter akuades). Variasi konsentrasi Mn dan Zn dihitung berdasarkan perbandingan molar dalam 20 ml akuades. Reaksi kimia pembentukan nanopartikel $Mn_{1-x}Zn_xFe_2O_4$ dapat dirumuskan seperti persamaan 1.



Proses sintesis

Proses kopresipitasi diawali dengan membuat larutan garam logam FeCl_3 , MnCl_2 dan ZnSO_4 di-stirrer pada suhu ruang dengan laju pengadukan 500 rpm selama 2 menit. Larutan garam logam dicampur 3,37 ml HCl dengan laju pengadukan 500 rpm pada suhu ruang selama 5 menit. Larutan ini kemudian diteteskan secara konstan (laju penetasan $\pm 1,5$ ml/menit) menggunakan buret ke larutan NaOH yang sedang di-stirrer pada suhu 120°C dengan laju pengadukan 1000 rpm selama 60 menit. pH campuran dijaga pada nilai 11 – 12,5. Presipitat kemudian diendapkan selama 30 menit sampai temperaturnya setimbang dengan suhu ruang, lalu dicuci dengan 150 ml akuades dan diendapkan kembali di atas magnet permanen selama 50 menit. Proses pencucian dilakukan sebanyak enam kali dan terakhir menggunakan 20 ml aceton. Endapan basah (*slurry*) nanopartikel lalu dipanaskan dalam furnace pada suhu 90°C selama 4 jam.

Karakterisasi Sampel

Sampel nanopartikel berupa *powder* dikarakterisasi menggunakan difraktometer sinar-X Shimadzu XD dengan range sudut 2θ adalah $5^\circ - 90^\circ$, step size $0,02^\circ$ serta laju sapu $3^\circ/\text{menit}$. Material target berupa logam Cu pada tegangan 40 kV dan arus 30 mA.

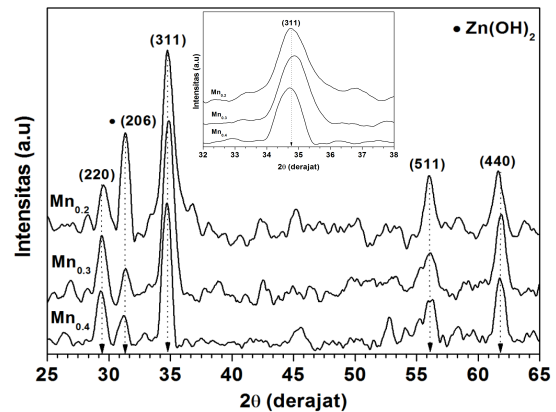
HASIL DAN PEMBAHASAN

Profil pola difraksi sinar-X

Hasil uji difraksi sinar-X sampel nanopartikel $\text{Mn}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ berupa pola difraksi, seperti disajikan pada Gambar 1. Pada pola difraksi tersebut, telah berhasil diidentifikasi empat puncak difraksi bidang kristal $\text{Mn}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ dan satu puncak difraksi bidang kristal senyawa $\text{Zn}(\text{OH})_2$. Data standar referensi struktur kristal $\text{Mn}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ adalah JCPDS no 10-0467 dan untuk $\text{Zn}(\text{OH})_2$ adalah JCPDS no 41-1359.

Puncak-puncak difraksi sinar-X sampel nanopartikel $\text{Mn}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ tampak semakin tajam dengan meningkatnya konsentrasi mol Zn, artinya derajat kristalinitas material semakin meningkat karena butir-butir kristal nanopartikel memiliki preferensi arah bidang difraksi sesuai dengan struktur

kristal $\text{Mn}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$. Puncak-puncak difraksi (220), (311), (511) dan (440) merupakan puncak difraksi yang menjadi karakteristik struktur kristal spinel ferit. Hasil ini menandakan bahwa telah berhasil disintesis nanopartikel ferit $\text{Mn}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$. Kemunculan puncak difraksi tersebut mengindikasikan bahwa nanopartikel yang terbentuk berupa agregat polikristalin.



Gambar 1. Pola difraksi sinar-X sampel nanopartikel $\text{Mn}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ untuk $x = 0,6$; $0,7$ dan $0,8$; Inset menunjukkan profil pelebaran puncak difraksi untuk bidang Miller (311)

Sementara itu, pada rentang sudut difraksi 2θ yaitu $38^\circ - 54^\circ$ tidak muncul puncak difraksi. Semestinya, berdasarkan data JCPDS no 10-0467, pada sudut $38,6^\circ$; $42,6^\circ$ dan $52,9^\circ$ terdapat puncak difraksi untuk bidang (222); (400) dan (422). Temuan ini mengindikasikan bahwa dalam sampel nanopartikel memang belum berhasil terbentuk butir-butir kristal yang memiliki preferensi arah difraksi pada bidang tersebut.

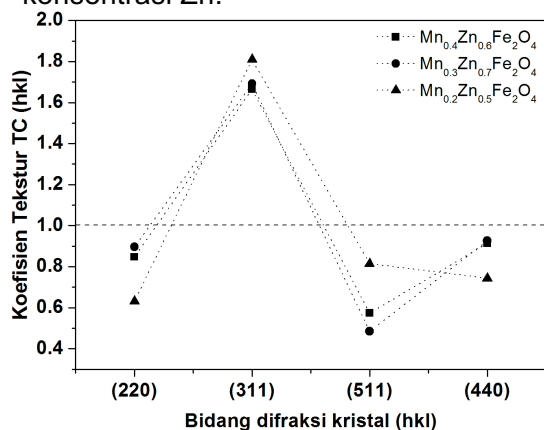
Diantara keempat puncak difraksi tersebut, puncak (311) memiliki intensitas terbesar, artinya bahwa butir-butir kristal nanopartikel $\text{Mn}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ paling banyak memiliki preferensi arah difraksi pada (311). Secara kuantitatif, preferensi arah bidang kristal butir-butir nanopartikel dapat dinyatakan dengan koefisien tekstur (*texture coefficient*) $TC(hkl)$. Koefisien tekstur dapat dihitung menggunakan persamaan 2 (Hafez dkk., 2014)

$$TC(hkl) = \frac{I(hkl)/I_0(hkl)}{(1/N) \sum_{n=1}^N I_n(hkl)/I_0(hkl)} \quad (2)$$

dimana $I(hkl)$ menyatakan intensitas setiap puncak difraksi (Gambar 1); $I_0(hkl)$ adalah intensitas puncak difraksi data referensi (JCPDS no 10-0467) yang bersesuaian dengan $I(hkl)$ dan N menyatakan jumlah puncak difraksi yang muncul.

Secara kristalografi, nilai TC (hkl) mengungkapkan distribusi arah orientasi kristalografik butir-butir sampel polikristalin. Apabila nilai TC (hkl) mendekati nol (0) berarti arah orientasi kristalografik butir-butir kristal material tersebut tidak teratur (Hafez dkk., 2014). Hasil perhitungan nilai TC (hkl) sampel $Mn_{1-x}Zn_xFe_2O_4$ dapat disajikan pada Gambar 2.

Puncak-puncak difraksi (220); (511) dan (440) memiliki nilai TC(hkl) lebih kecil daripada 1, mengindikasikan bahwa butir-butir nanopartikel $Mn_{1-x}Zn_xFe_2O_4$ memiliki preferensi pertumbuhan butir pada arah bidang tersebut adalah sangat kecil, melainkan ke arah (311) dengan meningkatnya konsentrasi Zn.



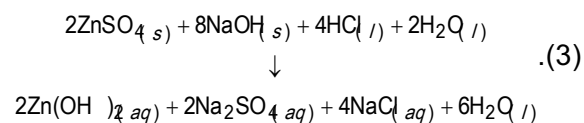
Gambar 2. Koefisien tekstur TC(hkl) untuk setiap puncak difraksi

Pada inset puncak difraksi (311) tampak terjadinya pelebaran puncak difraksi secara tidak simetris. Hal ini disebabkan oleh defek pada struktur kristal nanopartikel. Defek pada kisi kristal dapat berupa strain kisi seragam (*uniform strain*) dan tidak seragam (*nonuniform strain*). Strain kisi mengukur distribusi regangan kisi kristal yang dihasilkan akibat struktur kristal nanopartikel mengalami cacat, seperti dislokasi kisi, stacking faults, serta triple junction pada batas butir nanopartikel (Zak dkk., 2011).

Derajat kristalinitas nanopartikel dapat dibedakan berdasarkan profil puncak difraksi dan komposisi fasa penyusun sampel nanopartikel (Dinnebier & Billinge, 2008). Puncak difraksi setiap sampel nanopartikel $Mn_{1-x}Zn_xFe_2O_4$ mengalami pelebaran (*peak broadening*). Semakin besar pelebaran puncak difraksi, semakin besar strain yang tidak seragam terjadi pada kisi struktur kristal nanopartikel yang bersangkutan. Dengan demikian, derajat *long range order* dan kristalinitasnya akan rendah.

Pada pola difraksi sinar-X juga dijumpai kemunculan fasa $Zn(OH)_2$ pada sudut difraksi $31,5^\circ$ untuk bidang difraksi (206). Senyawa ini memiliki struktur kristal orthorombik dengan parameter kisi $a_0 = 8,52 \text{ \AA}$, $b_0 = 5,16 \text{ \AA}$, dan $c_0 = 4,92 \text{ \AA}$ (Takada dkk., 1978; Wang dkk., 2011). Keberadaan fasa ini berkaitan dengan penambahan konsentrasi Zn terhadap Mn dalam sampel nanopartikel.

Kemunculan $Zn(OH)_2$ diduga sebagai akibat terjadinya ketidaksempurnaan proses feritisasi dikarenakan tidak seluruh senyawa $Zn(OH)_2$ bereaksi membentuk ferit $Mn_{1-x}Zn_xFe_2O_4$. Pada persamaan reaksi (1) tampak bahwa sisa sampingan hasil reaksi hanya berupa garam-garam terlarut NaCl dan Na_2SO_4 . Proses pembentukan $Zn(OH)_2$ dapat dinyatakan dengan persamaan 3,



Senyawa $Zn(OH)_2$ bersifat stabil pada kondisi pH 11 -12 dan metastabil pada pH 9-10 (Takada dkk., 1978). Senyawa $Zn(OH)_2$ diketahui memiliki solubilitas rendah dalam pelarut H_2O . Oleh karena itu, keadaan tersebut juga menjadi penyebab ketidaksempurnaan pembentukan kristal nanopartikel $Mn_{1-x}Zn_xFe_2O_4$ dan puncak-puncak difraksi (222); (400) serta (422).

Intensitas puncak difraksi fasa $Zn(OH)_2$ pada sampel $Mn_{0,2}Zn_{0,8}Fe_2O_4$ adalah terbesar dan terkecil pada sampel $Mn_{0,4}Zn_{0,6}Fe_2O_4$. Semakin besar intensitas puncak difraksi ini mengindikasikan bahwa semakin banyak Zn^{2+} yang tidak bereaksi. Akibatnya nanopartikel $Mn_{0,2}Zn_{0,8}Fe_2O_4$ mengalami defisiensi ion Zn^{2+} terbesar dan

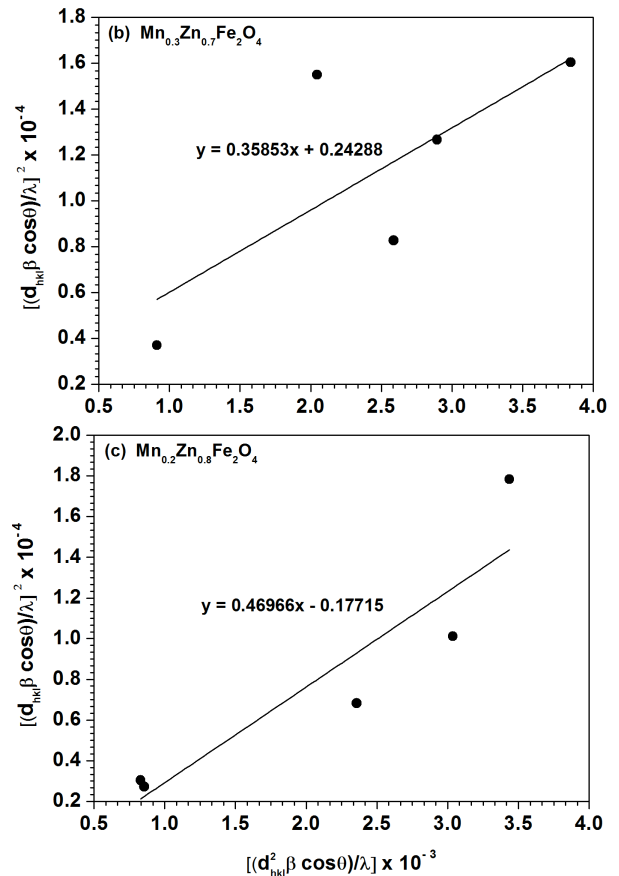
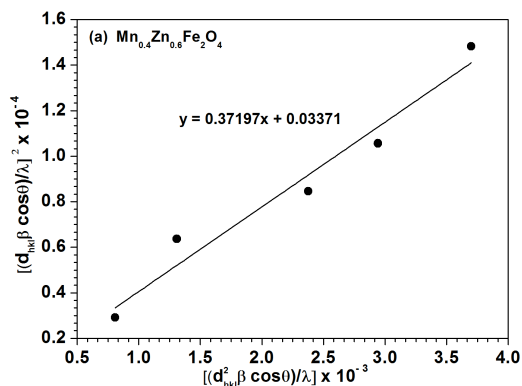
distribusi kation-nya tidak stoikiometrik seperti dilaporkan Mohammed dkk (2012).

Parameter mikrostruktur

Berdasarkan pola difraksi sinar-X pada Gambar 1, maka dapat dilakukan estimasi ukuran kristalit (*t*), strain (ϵ), parameter kisi kristal (*a*) dan jarak antar bidang Miller (d_{hkl}). Ukuran kristalit rata-rata dan strain nanopartikel $Mn_{1-x}Zn_xFe_2O_4$ dihitung menggunakan metode *size-strain plot* (SSP). Metode SSP sangat tepat untuk sampel kristal isotropik. Perhitungan ukuran kristalit dan strain kisi nanopartikel melibatkan aspek pelebaran puncak-puncak difraksi (*peak line broadening*) akibat defek dan ketidaksempurnaan struktur kristal sampel nanopartikel. Asumsi metode ini adalah profil ukuran kristalit nanopartikel mengikuti fungsi distribusi Lorentzian dan profil strain mengikuti fungsi distribusi Gaussian (Zak dkk., 2011; Sivakami dkk., 2016). SSP dinyatakan dalam bentuk per-samaan 4,

$$(d_{hkl}\beta_{hkl} \cos \theta)^2 = \frac{k}{t} (d_{hkl}^2 \beta_{hkl} \cos \theta) + \left(\frac{\epsilon}{2}\right)^2 \quad (4)$$

dimana *k* adalah konstanta Scherrer (0,89); d_{hkl} adalah jarak antar bidang Miller; β_{hkl} adalah FWHM setiap puncak difraksi; θ menyatakan sudut difraksi; ϵ adalah strain kisi kristal. Plot SSP untuk setiap sampel nanopartikel disajikan pada Gambar 3.



Gambar 3. Size-strain plot nanopartikel: $Mn_{0.4}Zn_{0.6}Fe_2O_4$ (a); $Mn_{0.3}Zn_{0.7}Fe_2O_4$ (b); $Mn_{0.2}Zn_{0.8}Fe_2O_4$ (c)

Ukuran kristalit dan strain nanopartikel masing-masing dihitung berdasarkan nilai gradien (*m*) dan intersep garis fitting linear (*c*) untuk persamaan $y = mx + c$ seperti ditunjukkan pada Gambar 3. Ukuran kristalit nanopartikel dihitung dengan persamaan (5) serta strain dihitung dengan persamaan (6).

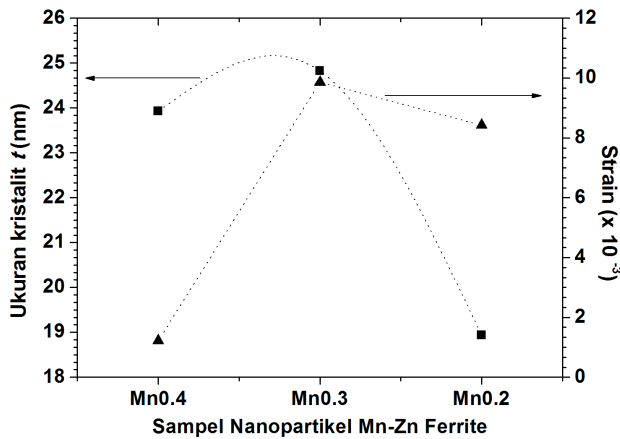
$$t = \frac{k\lambda}{m} \quad (5)$$

$$\epsilon = 2\sqrt{c} \quad (6)$$

Hasil perhitungan ukuran kristalit dan strain nanopartikel disajikan pada Gambar 4.

Ukuran kristalit nanopartikel $Mn_{1-x}Zn_xFe_2O_4$ memiliki tren menurun dengan meningkatnya konsentrasi mol Zn (Tabel 1). Fenomena ini dapat dijelaskan sebagai berikut. Ion Mn^{2+} (0,66 Å) memiliki jari-jari ionik lebih besar daripada ion Zn^{2+} (0,57 Å). Ion Zn^{2+} memiliki kestabilan yang lebih tinggi untuk menempati sub ruang tetrahedral daripada oktahedral (Klencsár dkk., 2013). Begitu juga dengan ion Mn^{2+} memiliki kecenderungan lebih besar menempati ion tetrahedral. Ketika ion Zn^{2+} men-

substitusi ion Mn^{2+} , parameter kisi kristal akan mengalami kontraksi menjadi lebih kecil dari ukuran mula-mula dan berakibat ukuran kristalit nanopartikel menjadi lebih kecil.



Gambar 4. Ukuran kristalit dan strain sampel nanopartikel $Mn_{1-x}Zn_xFe_2O_4$

Substitusi ion Mn^{2+} dengan Zn^{2+} akan berpengaruh terhadap perubahan distribusi kation nanopartikel. Distribusi kation nanopartikel sangat penting ketika proses nukleasi dan pertumbuhan kristalit berlang-

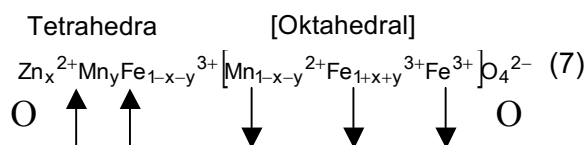
sung. Dalam proses nukleasi akan melibatkan proses absorpsi atau desorpsi ion untuk menempati sub ruang kisi tertentu dalam tatanan struktur kristal nanopartikel. Nanopartikel ferit merupakan sistem yang kompleks karena melibatkan lebih dari dua ion dalam proses nukleasi. Proses nukleasi dan pertumbuhan kristalit dipengaruhi oleh kemungkinan suatu ion menempati sub ruang kisi kristal tertentu berdasarkan tingkat afinitas ion tersebut dalam medan kristal masing-masing sub ruang. Ukuran nanopartikel lebih dominan ditentukan oleh ukuran ion yang menempati sub ruang oktahedral (Rath dkk., 2001). Oleh karena itu, berkurangnya konsentrasi Mn maka semakin berkurang konsentrasi Mn^{2+} di kedua sub ruang kisi kristal, akibatnya ukuran kristalit akan semakin kecil.

Strain nanopartikel menunjukkan tren meningkat dengan bertambah konsentrasi Zn. Strain salah satunya dapat disebabkan oleh deformasi kisi kristal karena perubahan distribusi kation pada setiap sub ruang kisi kristal. Semakin banyak kation Mn^{2+} disubstitusi oleh Zn^{2+} maka deformasi kisi kristal semakin besar akibat jari-jari ion Zn^{2+} yang menggantikan Mn^{2+} semakin kecil.

Tabel 1. Ukuran kritical, parameter kisi dan strain nanopartikel

No	Sampel	Ukuran kristalit (nm)	Jarak antar bidang kristal d_{hkl} (Å)				Parameter kisi kristal a (Å)		Strain ϵ ($\times 10^{-3}$)
			(220)	(311)	(511)	(440)	teori	Eksperimen	
1.	$Mn_{0,4}Zn_{0,6}Fe_2O_4$	23,9	0,304	0,258	0,164	0,150	8,463	8,567	1,2
2.	$Mn_{0,3}Zn_{0,7}Fe_2O_4$	24,8	0,303	0,257	0,164	0,150	8,448	8,531	9,9
3.	$Mn_{0,2}Zn_{0,8}Fe_2O_4$	18,9	0,302	0,257	0,164	0,150	8,432	8,536	8,4

Jarak antar bidang kristal (d_{hkl}) tidak mengalami perubahan akibat terjadinya substitusi kation Mn^{2+} oleh Zn^{2+} . Parameter kisi kristal hasil perhitungan data eksperimen lebih besar daripada perhitungan secara teoretik. Fakta ini menunjukkan bahwa distribusi kation sampel nanopartikel berbeda dengan model teoretik yang digunakan. Model distribusi kation nanopartikel sesuai (Mathew & Juang, 2007), dinyatakan dengan persamaan 7.



dengan $\delta = 1 - x - y$ adalah derajat inversi, ion-ion magnetik di sub ruang tetrahedral dan oktahedral memiliki arah momen magnetik saling antiparalel, seperti ditunjukkan dengan anak panah. Distribusi kation sampel nanopartikel $Mn_{1-x}Zn_xFe_2O_4$ untuk $x = 0,6; 0,7$ dan $0,8$ dapat dinyatakan dengan rumus senyawa, seperti tertera pada Tabel 2.

Berdasarkan distribusi kation tersebut, dapat dihitung nilai parameter kisi kristal nanopartikel menggunakan persamaan 8 (Gabal dkk., 2012)

$$a_{th} = 8 \frac{r_{tet} + R_o + \sqrt{3} \left(\frac{r_{okt} - 1}{3} \right) + R_o}{3\sqrt{3}} \quad (8)$$

dimana r_A , r_B , r_o menyatakan jari-jari rata-rata untuk ruang kisi tetrahedral, oktahedral dan jari-jari ion oksigen (0,318 nm) (Gabal dkk., 2012).

Jari-jari rata-rata ruang tetrahedral dan oktahedral masing-masing dinyatakan dengan persamaan 9 dan 10 (Mohammed dkk., 2012)

$$r_{tet} = (y \cdot r_{Mn^{2+}}) + (x \cdot r_{Zn^{2+}}) + ((1-x-y) \cdot r_{Fe^{3+}}) \quad (9)$$

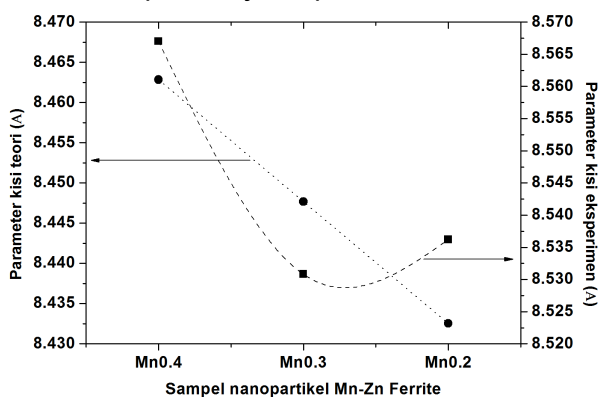
$$r_{okt} = \frac{(1-x-y) \cdot r_{Mn^{2+}} + (1+x+y) \cdot r_{Fe^{3+}}}{2} \quad (10)$$

Jari-jari masing-masing kation di ruang kisi tetrahedral dan oktahedral adalah $r_{Mn^{2+}(tet)} = 0,66 \text{ \AA}$; $r_{Mn^{2+}(okt)} = 0,89 \text{ \AA}$; $r_{Zn^{2+}(tet)} = 0,57 \text{ \AA}$; $r_{Fe^{2+}(tet)} = 0,49 \text{ \AA}$; $r_{Fe^{3+}(okt)} = 0,65 \text{ \AA}$.

Tabel 2. Distribusi kation (teoretik) nanopartikel $Mn_{1-x}Zn_xFe_2O_4$

x	Sampel	Distribusi sub ruang tetrahedral	Distribusi sub ruang oktahedral
0,6	$Mn_{0,4}Zn_{0,6}Fe_2O_4$	$Mn_{0,32}^{2+}Zn_{0,6}^{2+}Fe_{0,08}^{3+}$	$Mn_{0,08}^{2+}Fe_{1,92}^{3+}$
0,7	$Mn_{0,3}Zn_{0,7}Fe_2O_4$	$Mn_{0,24}^{2+}Zn_{0,7}^{2+}Fe_{0,06}^{3+}$	$Mn_{0,06}^{2+}Fe_{1,94}^{3+}$
0,8	$Mn_{0,2}Zn_{0,8}Fe_2O_4$	$Mn_{0,16}^{2+}Zn_{0,8}^{2+}Fe_{0,04}^{3+}$	$Mn_{0,04}^{2+}Fe_{1,96}^{3+}$

Parameter kisi kristal nanopartikel hasil eksperimen data XRD dan perhitungan teoretik dapat disajikan pada Gambar 5.



Gambar 5. Parameter kisi kristal hasil perhitungan (teoretik) dan eksperimen

Gambar 5 dan Tabel 1 menginformasikan rata-rata ukuran parameter kisi kristal nanopartikel hasil eksperimen lebih besar dibandingkan nilai hasil perhitungan secara teoretik, begitu pula jika dibandingkan dengan ukuran parameter kisi bulk Mn-Zn ferrit, yaitu 8,474 Å (JCPDS no. 10-0467). Nilai parameter kisi sampel nanopartikel $Mn_{1-x}Zn_xFe_2O_4$ mendekati nilai parameter kisi nanopartikel $MnFe_2O_4$, yaitu 8,499 Å (JCPDS no. 10-0319). Hasil penelitian

sebelumnya oleh Lan dkk.(2008); Iyer dkk.(2009); Demir dkk.(2014); dan Kareem dkk.(2014) memperoleh nilai parameter kisi nanopartikel $MnFe_2O_4$ yaitu 8,505 – 8,541Å dan menunjukkan kecenderungan menurun dengan bertambahnya konsentrasi Zn dalam sampel nanopartikel.

Penurunan nilai parameter kisi diduga akibat substitusi ion Mn^{2+} oleh Zn^{2+} seiring dengan bertambahnya konsentrasi Zn. Substitusi ion mengakibatkan penyusutan ukuran unit sel kristal akibat peningkatan nilai mikrostrain, rapat dislokasi kisi, dan rasio distorsi kisi kristal (Kareem dkk., 2015).

Berdasarkan distribusi kation (Tabel 2) dapat dikemukakan beberapa perhitungan parameter mikrostruktur yang berkaitan dengan struktur kristal nanopartikel $Mn_{1-x}Zn_xFe_2O_4$. Parameter struktur kristal tersebut meliputi parameter anion (u), jari-jari rata-rata kation di sub ruang tetrahedral (r_{tet}) dan sub ruang oktahedral (r_{okt}), panjang ikatan antar ion di sub ruang tetrahedral (R_{tet}) dan oktahedral (R_{okt}), serta panjang hopping ion di kedua sub ruang (L_{tet}) dan (L_{okt}). Hasil perhitungan teoretik seluruh parameter tersebut disajikan pada Tabel 3.

Tabel 3. Parameter struktur kristal nanopartikel Mn-Zn Ferit (A)

No	Sampel	Parameter anion u (Å)	Jari-jari rata-rata kation (Å)		Panjang ikatan antar ion (Å)		Panjang <i>hoping</i> (Å)	
			r_{tet}	r_{okt}	R_{tet}	R_{okt}	L_{tet}	L_{okt}
1	$Mn_{0,4}Zn_{0,6}Fe_2O_4$	0,383	0,592	0,655	1,972	2,075	3,709	3,028
2	$Mn_{0,3}Zn_{0,7}Fe_2O_4$	0,383	0,587	0,652	1,967	2,066	3,694	3,016
3	$Mn_{0,2}Zn_{0,8}Fe_2O_4$	0,383	0,581	0,649	1,961	2,069	3,694	3,016

Parameter anion (u) atau parameter posisi oksigen berkaitan dengan posisi oksigen dalam struktur kristal nanopartikel. Parameter anion bergantung pada beberapa faktor, yaitu metode sintesis, komposisi kimia serta temperatur sintesis (Gabal dkk., 2012; Tholkappiyam & Vishista, 2015). Parameter anion (u) dapat dihitung dengan persamaan 11

$$u = \frac{1}{\sqrt{3}a}(r_A + r_o) + \frac{1}{4} \quad (11)$$

Parameter anion (u) memiliki nilai konstan dengan semakin besar konsentrasi Zn. Hal ini mengindikasikan ion Zn^{2+} hanya mensubstitusi ion Fe^{3+} di sub ruang tetrahedral. Nilai u lebih besar daripada nilai u ideal (0,375 Å) (Tholkappiyam & Vishista, 2015) menunjukkan terjadinya penyimpangan posisi ion-ion dalam struktur kristal nanopartikel dari kondisi ideal. Dengan demikian, distribusi kation nanopartikel akan menyimpang dari kondisi ideal seperti ditunjukkan pada Tabel 2.

Penyimpangan nilai parameter anion (u) terhadap nilai ideal berdampak pada perubahan jari-jari rata-rata ion pada kedua sub ruang. Jari-jari rata-rata ion di kedua sub ruang kristal dapat dihitung menggunakan persamaan 9 dan 10. Semakin besar konsentrasi Zn^{2+} semakin kecil jari-jari rata-rata ion di kedua sub ruang kristal. Hal ini dikarenakan jari-jari kation Zn^{2+} lebih kecil daripada Mn^{2+} . Semakin besar konsentrasi Zn^{2+} maka terjadi perubahan posisi ion Fe^{3+} dari sub ruang tetrahedral ke oktahedral sehingga struktur kristal $Mn_{1-x}Zn_xFe_2O_4$ bertransisi dari spinel campuran menjadi spinel normal (Klencsár dkk., 2013).

Perubahan jari-jari rata-rata ion di kedua sub ruang kristal menyebabkan perubahan panjang ikatan antar kation dan anion (O^{2-}) di kedua sub ruang tersebut. Perhitungan panjang ikatan kation-anion

menggunakan persamaan 12 dan 13 (Tholkappiyam & Vishista, 2015),

$$R_{tet} = a\sqrt{3}\left(u - \frac{1}{4}\right) \quad (12)$$

$$R_{okt} = \left(3u^2 - \frac{11}{4}u + \frac{43}{64}\right)^{1/2} \quad (13)$$

Panjang ikatan kation-anion menjadi semakin kecil dengan bertambahnya konsentrasi Zn^{2+} . Panjang *hoping* ion juga mengalami perubahan di kedua sub ruang kristal seperti ditertera dalam Tabel 2. Perhitungan panjang *hoping* ion pada kedua sub ruang kristal menggunakan persamaan 14 dan 15 (Tholkappiyam & Vishista, 2015),

$$L_{tet} = \frac{a\sqrt{3}}{4} \quad (14)$$

$$L_{okt} = \frac{a\sqrt{2}}{4} \quad (15)$$

Perubahan panjang *hoping* ion berkaitan dengan perubahan parameter kisi kristal nanopartikel.

Koefisien Pemenuhan dan Kekosongan Kisi Kristal $Mn_{1-x}Zn_xFe_2O_4$

Nanopartikel $Mn_{1-x}Zn_xFe_2O_4$ memiliki struktur kristal kubik dengan kisi bravais FCC spinel campuran (*mixed spinel structure*). Satu unit sel kubik terbentuk dari 56 atom, 32 atom oksigen (anion) yang terdistribusi dalam struktur kubik tertutup (*cubic close packed structure*), dan 24 kation yang menempati 8 dari 64 subruang tetrahedral (A) serta 16 dari 32 subruang oktahedral (B) (Kareem dkk., 2015). Struktur kubik tertutup nanopartikel $Mn_{1-x}Zn_xFe_2O_4$ dapat diilustrasikan seperti Gambar 6.

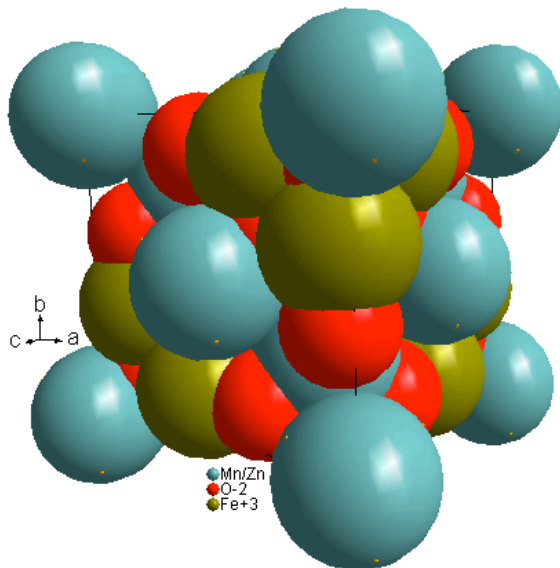
Derajat pemenuhan kisi kubik oleh ion penyusun nanopartikel dapat dinyatakan dengan koefisien pemenuhan sel satuan kisi (*the fulfillment coefficient of the unit cell*) α . Koefisien α dihitung menggunakan persamaan 16 (Mohammed dkk., 2012),

$$\alpha = \frac{32\pi(r_{tet}^3 + 2r_{okt}^3 + 4r_o^3)}{3V} \quad (16)$$

dimana V adalah volume kisi kubik dalam hal ini dinyatakan dengan persamaan 17,

$$V = \pi a^3. \quad (17)$$

Hasil perhitungan koefisien pemenuhan α disajikan pada Tabel 4.



Gambar 6. Struktur kubik tertutup (*cubic closed packed structure*) nanopartikel $Mn_{1-x}Zn_xFe_2O_4$ (Koenig dkk., 1968)

Semakin besar konsentrasi Zn maka semakin besar nilai α . Ini menunjukkan semakin penuh ruang sel satuan kubik nanopartikel terisi kation dan anion, utamanya kation Zn^{2+} memiliki ukuran yang lebih kecil.

Jumlah ruang kosong (*vacancy*) dalam sel satuan kisi dinyatakan dengan parameter kekosongan kisi (*vacancy parameter*) β (%). Parameter β dihitung menggunakan persamaan 18 (Mohammed dkk., 2012),

$$\beta = \left| \frac{a_{th}^3 - a_{ek}^3}{a_{th}^3} \right| \times 100\%. \quad (18)$$

Hasil perhitungan β disajikan pada Tabel 4.

Nilai β memiliki tren yang sama dengan tren parameter kisi eksperimen. Ini menunjukkan bahwa derajat kekosongan sel satuan kisi kristal nanopartikel ditentukan oleh ukuran kisi yang berkaitan dengan daya tampung sel satuan terhadap ion-ion penyusun nanopartikel. Semakin kecil ukuran parameter kisi nanopartikel,

semakin kecil derajat kekosongan sel satuan kisi kristalnya karena substitusi keberadaan ion Zn^{2+} dapat memenuhi ruang-ruang kosong yang lebih kecil dalam ruang sel satuan kisi.

Pauling Elektronegativitas Nanopartikel $Mn_{1-x}Zn_xFe_2O_4$

Struktur kristal dan distribusi kation nanopartikel berdampak terhadap interaksi muatan listrik yang terjadi pada atom-atom penyusun nanopartikel. Interaksi muatan ini salah satunya berupa kemampuan sebuah atom dalam molekul untuk menarik elektron dari atom lain di sekitarnya (Zum Dahl & deCoste, 2010). Berdasarkan definisi ini, Pauling elektronegativitas dapat digunakan untuk mengkuantifikasi kekuatan ikatan (*bond strength*) antar ion dalam setiap sub ruang kisi kristal (Mohammed dkk., 2012). Sementara itu, Pauling elektronegativitas χ juga menyatakan derajat polaritas suatu ikatan ion. Semakin besar nilai selisih elektronegativitas ion-ion yang berikatan maka semakin polar ikatan antar ion yang terbentuk dan semakin kuat sifat ionik yang dimiliki pasangan ion-ion tersebut (Zum Dahl & deCoste, 2010).

Dalam konteks nanopartikel, Pauling elektronegativitas pada setiap sub ruang kisi kristal berkaitan dengan distribusi kation dan anion penyusun nanopartikel. Zum Dahl & deCoste (2010) telah berhasil menjelaskan Pauling elektronegativitas nanopartikel dengan menggunakan model distribusi kation yang dinyatakan dengan persamaan 19 dan 20,

$$\Delta\chi_{tet} = \chi_o - \frac{\chi_{tet}}{4} \quad (19)$$

$$\Delta\chi_{okt} = \chi_o - \frac{\chi_{okt}}{6} \quad (20)$$

dimana $\Delta\chi_{tet}$ menyatakan selisih Pauling elektronegativitas per kation pada sub ruang kisi tetrahedral. $\Delta\chi_{okt}$ menyatakan selisih Pauling elektronegativitas per kation pada sub ruang kisi oktahedral. χ_{tet} dan χ_{okt} menyatakan elektronegativitas kation pada sub ruang kisi tetrahedral dan oktahedral. χ_o menyatakan Pauling elektronegativitas oksigen.

Nilai χ_{tet} dan χ_{okt} dihitung dengan menggunakan persamaan 21 dan 22,

$$X_{tet} = (y \cdot X_{Mn^{2+}}) + (x \cdot X_{Zn^{2+}}) + ((1-x-y) \cdot X_{Fe^{3+}}) \quad (21)$$

$$X_{okt} = \frac{(1-x-y) \cdot X_{Mn^{2+}} + (1+x+y) \cdot X_{Fe^{3+}}}{2} \quad (22)$$

Nilai χ untuk masing-masing ion adalah sebagai berikut: $\chi_{Zn^{2+}} = 1,65$; $\chi_{Mn^{2+}} = 1,57$;

$\chi_{Fe^{2+}} = 1,83$; dan $\chi_{O^{2-}} = 3,34$ (Zumdahl & deCoste, 2010; Mohammed dkk., 2012). Hasil perhitungan $\Delta\chi_{tet}$ dan $\Delta\chi_{okt}$ disajikan pada Tabel 4.

Tabel 4. Hasil perhitungan parameter struktur kristal nanopartikel Mn-Zn Ferit (B)

No	Sampel	Koefisien packing sel satuan α	Parameter vacancy β (%)	Pauling Elektronegativitas	
				$\Delta\chi_{tet}$	$\Delta\chi_{okt}$
1	Mn _{0,4} Zn _{0,6} Fe ₂ O ₄	0,623	3,649	3,030	3,137
2	Mn _{0,3} Zn _{0,7} Fe ₂ O ₄	0,626	2,960	3,030	3,136
3	Mn _{0,2} Zn _{0,8} Fe ₂ O ₄	0,629	3,540	3,029	3,136

Data Tabel 4 menunjukkan bahwa peningkatan konsentrasi Zn²⁺ tidak menyebabkan perubahan terhadap selisih Pauling elektronegativitas kation-anion di sub ruang kisi tetrahedral dan oktahedral. Hal ini mengindikasikan tidak terjadinya perubahan polaritas ikatan-ikatan antar ion dalam struktur kristal nanopartikel Mn_{1-x}Zn_xFe₂O₄. Selain itu, Kekuatan ikatan rata-rata ion-ion juga tidak berubah dengan bertambahnya Zn²⁺. Nilai elektronegativitas hasil perhitungan berada pada rentang 3,029 – 3,030 untuk sub ruang tetrahedral dan 3,136 – 3,137 untuk sub ruang oktahedral. Data ini menyatakan bahwa jenis ikatan yang terbentuk antar ion pada nanopartikel Mn_{1-x}Zn_xFe₂O₄ berupa ikatan kovalen polar (Zumdahl & deCoste, 2010).

SIMPULAN

Sampel nanopartikel Mn_{1-x}Zn_xFe₂O₄ untuk x = 0,6; 0,7 dan 0,8 telah disintesis menggunakan metode kopresipitasi. Mikrostruktur nanopartikel telah dipelajari berdasarkan data hasil karakterisasi XRD. Nanopartikel Mn_{1-x}Zn_xFe₂O₄ memiliki struktur kristal kubik spinel campuran dengan group ruang Fd3m. Sampel Mn_{1-x}Zn_xFe₂O₄ memiliki ukuran kristalit pada rentang 18,9 nm – 24,8 nm, sementara strain memiliki nilai 0,0012 – 0,0099. Parameter kisi sel satuan kristal hasil eksperimen adalah 8,531 Å - 8,567 Å. Secara teoretik telah dibuat model distribusi kation nanopartikel Mn_{1-x}Zn_xFe₂O₄. Hasil estimasi teoretik terhadap parameter mikrostruktur nanopartikel menunjukkan

bahwa perubahan konsentrasi Zn²⁺ dan Mn²⁺ tidak berpengaruh signifikan terhadap perubahan parameter mikrostruktur dan struktur kristal nanopartikel Mn_{1-x}Zn_xFe₂O₄.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penelitian ini dibiayai dari beasiswa Tesis/Disertasi LPDP Batch I Tahun 2016 Kementerian Keuangan RI Nomor: PRJ-681 /LPDP.3/2016. Oleh karena itu, penulis menyampaikan ucapan terima kasih kepada Pemerintah Indonesia atas bantuan dana tersebut. Terima kasih pula kepada Ketua dan staf Laboratorium Fisika Material dan Instrumentasi, Universitas Gadjah Mada atas bantuan fasilitas penelitian, serta kepada anggota group riset Nanomagnetik Material, Departemen Fisika Universitas Gadjah Mada atas masukan dan kesempatan diskusi selama penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Baykal, A., Güner, S., Demir, A., Esira, S., & Genç, F. 2014. Effect of Zinc Substitution on Magneto-optical Properties of Mn_{1-x}Zn_xFe₂O₄/SiO₂ Nanocomposites. *Ceramics International*. 40: 13401–13408
- Demir, A., Guner, S., Bakis, Y., Esir, S., & Baykal, A. 2014. Magnetic and Optical Properties of Mn_{1-x}Zn_xFe₂O₄ Nanoparticles. *Journal of Inorganic Organometry Polymer*. 24: 729–736
- Dinnebier, R.E & Billinge, S.J.L. 2008. *Powder Diffraction: Theory and Prac-*

- lice. The Royal Society of Chemistry: United Kindom
- El-Toni, A.M., Ibrahim, M.A., Labis, J.P., Khan, A., & Alhoshan, M. 2013. Optimization of Synthesis Parameters for Mesoporous Shell Formation on Magnetic Nanocores and Their Application as Nanocarriers for Docetaxel Cancer Drug. *International Journal of Molecular Sciences*. 14: 11496-11509
- Gabal, M.A. El-Shishtawy, R.M., Al-Angari, Y.M. 2012. Structural and Magnetic Properties of Nanocrystalline Ni-Zn Ferits Synthesized Using Egg-White Precursor. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 324: 2258-2264
- Hafez, M., Yahji, I.S., & Taha, S. 2014. Diffused Reflectance and Structure Analysis for the Nano-Matrix ($ZnO_{(1-x)}SiO_{2(x)}$) System. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*. 127: 521-529
- Issa, B., Obaidat, I.M., Albiss, B.A., & Haik, Y. 2013. Magnetic Nanoparticles: Surface Effects and Properties Related to Biomedicine Applications (Review). *International Journal of Molecular Sciences*. 14: 21266-21305
- Iyer, R., Desai, R., & Upadhyay, R.V. 2009. Low Temperature Synthesis of Nanosized $Mn_{1-x}Zn_xFe_2O_4$ Ferits and Their Characterizations. *Bulletin Material Science*. 32(2): 141 - 147
- Iyer, R., Desai, R., & Upadhyay, R.V. 2009. Low Temperature Synthesis of Nanosized $Mn_{1-x}Zn_xFe_2O_4$ Ferits and Their Characterizations. *Bulletin Material Science*. 32(2): 141 - 147
- Kareem, S.H., Ati, A.A., Shamsuddin, M., & Lee, S.L. 2015. Nanostructural, Morphological and Magnetic Studies of PEG/ $Mn_{1-x}Zn_xFe_2O_4$ Nanoparticles Synthesized by Coprecipitation. *Ceramic International*. 41: 11702-11709
- Kareem, S.H., Ooia, Y.K., Abdulnoor, S.S., Shamsuddin, M., & Lee, S.L. 2014. Influence of Zinc on the Structure and Morphology of Manganese Ferit Nanoparticles. *Jurnal Teknologi UTM*. 69: 103-106
- Klencsár, Z., Tolnai, Gy., Korecz, L., Sajób, I., Németh, P., Osán, J., Mészáros, S., & Kuzmann, E. 2013. Cation Distribution and Related Properties of $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$ Spinel Nanoparticles. *Solid State Sciences*. 24: 90-100
- Koenig, U & Chol, G. 1968. Roentgen Beugungs und Neutronen Beugungs untersuchungen an Feritn der Reihe $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$. *Journal of Applied Crystallography*. 1: 124-126
- Lan, N.T., Hien, T.D., Duong, N.P., & Truong, D.V. 2008. Magnetic Properties of $Mn_{1-x}Zn_xFe_2O_4$ Ferit Nanoparticles Prepared by Using Coprecipitation. *Journal of the Korean Physics Society*. 52: 1522 - 1525
- Manav, N., Jain, C., Kumar, A., & Bhagi, A.K. 2016. Adsorption of Toxic Metal Ions From Laboratory Effluents by Agricultural Waste. *Journal of Integrated Science and Technology*. 4(2): 70-75
- Mathew, D.S., & Juang, R.S. 2007. An Overview of the Structure and Magnetism of Spinel Ferit Nanoparticle and Their Synthesis in Microemulsions. *Chemical Engineering Journal*. 129: 51 - 65
- Mehta, D., Mazumdar, S., & Singha, S.K., 2015. Magnetic Adsorbents for the Treatment of Water/ Wastewater—A Review. *Journal of Water Process Engineering*. 7: 244-265
- Mohammed, K.A., Rawas, A.D., Gismelseed, A.M., Sellai, A., Widatallah, H.M., Yousif, A., Elzain, M.E., & Shongwe, M. 2012. Infrared and Structural Studies of $Mg_{1-x}Zn_xFe_2O_4$ Ferits. *Physica B*. 407: 795-804
- Mohammed, K.A., Rawas, A.D., Gismelseed, A.M., Sellai, A., Widatallah, H.M., Yousif, A., Elzain, M.E., & Shongwe, M. 2012. Infrared and Structural Studies of $Mg_{1-x}Zn_xFe_2O_4$ Ferits. *Physica B*. 407: 795-804
- Patil, R.P., Delekar, S.D., Mane, D.R., & Hankare, P.P. 2013. Synthesis, Structural and Magnetic Properties of Different Metal Ion Substituted Nanocrystalline Zinc Ferit. *Results in Physics*. 3: 129-133
- Rath, C., Anand, S., & Das, R.P. 2001. Dependence on Cation Distribution of

- Particle Size, Lattice Parameter, and Magnetic Properties in Nanosize Mn-Zn Ferit. *Journal of Applied Physics*. 91: 2211 – 2215
- Sam, S & Nesaraj, A.S. 2011. Preparation of MnFe₂O₄ Nanoceramic Particles by Soft Chemical Routes. *International Journal of Applied Science and Engineering*. 9(4): 223-239
- Sivakami, R., Dhanuskodi, S., & Karvembu, R. 2016. Estimation of Lattice Strain in Nanocrystalline RuO₂ by Williamson–Hall and Size–Strain Plot Methods. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*. 152: 43–50
- Szczygieł, I & Winiarska, K. 2013. Synthesis and Characterization of Manganese–Zinc Ferit Obtained by Thermal Decomposition From Organic Precursors. *Journal of Thermal Analysis Calorimetry*. Springer Online. DOI 10.1007/s10973-013-3281-2
- Takada, T., Kiyamah, A., Torii, H., Asai, T., Takano, M, & Nakanishi, N. 1978. Effect of pH Values on the Formation and Solubility of Zinc Compounds. *Bulletin Instrumentation Chemistry*. 56: 242-246
- Tholkappian, R & Vishista, K. 2015. Combustion Synthesis of Mg–Er Ferit Nanoparticles: Cation Distribution and Structural, Optical, and Magnetic Properties. *Materials Science in Semiconductor Processing*. 40: 631–642
- Valenzuela, R. 2012. Novel Applications of Ferits: Review Articles. *Physics Research International*. 5(9): 183 - 189
- Venkataraju, C & Paulsingh, R. 2014. FTIR and EPR Studies of Nickel Substituted Nanostructured Mn-Zn Ferit (Research Articles). *Journal of Nanoscience*. Hindawi Publishing Corporation. ID 815385
- Wang, B., Wei, Q., & Qu, S. 2013. Synthesis and Characterization of Uniform and Crystalline Magnetite Nanoparticles via Oxidation-precipitation and Modified Co-precipitation Method. *International Journal of Electrochemical Science*. 8: 3786 – 3793
- Zak, A.K., Majid, W.H., Abrishami, M.E., & Yousefi, R. 2011. X-Ray Analysis of ZnO Nanoparticles by Williamson-Hall and Size-Strain Plot Methods. *Solid State Sciences*. 13: 251-256
- Zlatkova, B.S., Mitrović, N.S., Nikolić, M.V., Maričić, A.M., Danningerd, H., Aleksić, O.S., & Halwax, E. 2010. Properties of Mn-Zn Ferits Prepared by Powder Injection Molding Technology. *Materials Science and Engineering B*. 175: 217–222
- Zumdahl, S.S & deCoste, D.J. 2010. *Introductory Chemistry: A Foundation*. Charles Hartford. United State of America