PENGARUH VARIASI TEMPERATUR TERHADAP STRUKTUR KRISTAL NANOPARTIKEL MANGANESE FERRITE ($MnFe_2O_4$)

Lisma[1], Anda Juliani[1], Rina[1], Rachmad Almi Putra[2*]
[1]Program Studi Fisika, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Samudra
[2]Program Studi Geofisika, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Samudra
JL. Prof. Dr Syarief Thayeb, Maurandeh, Langsa Lama, Kota Langsa, Aceh, Indonesia.
*Co-Author:Rachmad.almi@unsam.ac.id
(Received: April 2025 / Revised: April 2025 / Accepted: April 2025)

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian tentang pengaruh variasi temperatur terhadap struktur nanopartikel manganese Ferrite ($MnFe_2O_4$). Tujuan penelitian ini untuk mengetahui cara sintesis nanopartikel manganese ferrite ($MnFe_2O_4$) dengan variasi temperatur dan mengetahui pengaruhnya terhadap mikrostrukturnya. Sintesis nanopartikel dilakukan dengan metode kopresipitasi dan untuk mengetahui mikrostrukturnya dikarakterisasi menggunakan XRD. Hasil Pola XRD nanopartikel $MnFe_2O_4$ menunjuk bahwa sampel memiliki struktur spinel dalam fase kubik yang dikelompokkan kedalam ruang Fd3m yang diketahui dari data base CIF (Cristallographic Information File). Ukuran rata-rata kristalit nanopartikel tertinggi terdapat pada suhu 150°C yaitu 66,9 nm
Kata Kunci: *Nanopartikel, MnFe2O4, Kopresipitasi, XRD, Temperatur*

1. PENDAHULUAN

Akhir-akhir ini penelitian tentang oksidan magnetik mengalami kemajuan yang sangat pesat dan menjadi salah satu objek penelitian yang sangat menarik dan banyak berfokuskan pada penelitian, baik untuk kepentingan ilmiah maupun teknologi, salah satunya adalah nanpartikel spinel ferrte [1]. Ferrite merupakan jenis magnet dengan bahan dasar oksida magnetik yang memiliki aplikasi magneto optik yang menarik karena sifat fisik yang unik. Ukuranya yang nano feromagnet Sehingga dapat digunakan sebagai memori aplikasi, yang memiliki magnetisasi tinggi dan bagus digunakan dalam pengembangan perangkat [2].

Manganese Ferrite ($MnFe_2O_4$) merupakan salah satu material yang mempunyai sifat tahan korosi, stabilitas kimia yang baik, resistivitas listrik yang besar, perambatan gelombang elektromagnetik dengan frekuensi tinggi menjadikan material ini bagus diaplikasikan dalam teknologi penyimpanan data, alat-alat telekomunikasi, dan sensor gas, serta dapat difabrikasi menjadi magnet keras dan lunak [3]. Resistivitas mangese ferrite ($MnFe_2O_4$) lebih rendah dari pada $CoFe_2O_4$, Ni Fe_2O_4, Fe_3O_4, γ- Fe_2O_3, Co Fe_2O_4, dan $NiFe_2$. $MnFe_2O_4$ secara spesifik dapat digunakan pada pembuatan elektronik seperti microwave devices, chip memori komputer, radio frequency coil fabrication, drug delivery media penyimpanan data. $MnFe_2O_4$ memiliki rumus struktur (M berarti, ion logam divalen, contohnya Ni, Co, Cu, Mn, Mg, Zn, Fe).

Struktur manganese ferrite kristal kubik spinel. Spinel adalah salah satu formulasi mineral umum yang berbentuk AB_2X_4 yang mana mengkristal dalam sistem kristal kubik, dengan aniom X (biasanya kalkogen seperti oksigen dan belerang) yang disusun dalam kisi tetal ratat dan kationnya adalah A dan B. Manganese ferrite memiliki keunggulan seperti resistivitas listrik yang besar, perambatan gelombang elektromagnetik dengan frekuensi tinggi menjadikan material ini bagus diaplikasikan dalam teknologi penyimpanan data, alat-alat telekomunikasi, dan sensor gas [4].

Metode yang digunakan untuk mensintesis nanopartikel manganese ferrite ($MnFe_2O_4$) adalah metode kopresipitasi. Metode kopresipitasi merupakan proses kimia yang membawa suatu zat terlarut ke bawah sehingga terbentuk endapan yang dikehendaki [5]. Metode kopresipitasi merupakan metode yang cukup efektif dan dapat bekerja pada suhu rendah. Dalam metode kopresipitasi, perbedaan suhu dapat dijadikan parameter untuk mengontrol ukuran nanopartikel, dimana ukuran nanopartikel meningkat seiring dengan peningkatan suhu [6]. Metode kopresipitasi dipilih dalam penelitian ini karena memiliki sejumlah keunggulan yang sangat mendukung sintesis nanopartikel $MnFe_2O_4$ dengan variasi temperatur. Metode ini dikenal sebagai teknik yang sederhana, ekonomis, dan efektif dalam menghasilkan nanopartikel dengan ukuran kecil dan distribusi yang relatif seragam. Salah satu keunggulan utama dari metode kopresipitasi adalah kemampuannya menghasilkan partikel dalam skala nanometer dengan fase kristal yang tinggi, seperti struktur spinel kubik yang teridentifikasi dalam penelitian ini melalui karakterisasi XRD.

Pada penelitian lainnya juga telah dilakukan penelitian $MnFe_2O_4$ tentang pengaruh variasi suhu (<100°C) yaitu 20°C, 50°C dan 80°C yang menghasilkan puncak utama pada suhu 80°C dengan nilai intensitas 104,58, nilai

koersivitas 97Oe, dengan ukuran butir 18,61nm yang menunjukan bahwa ukuran butir meningkat seiring dengan kenaikan suhu sintesis [7].

Merujuk pada penelitian sebelumnya telah dikaji nanopartikel $NiFe_2O_4$disintesis dengan menggunakan metode kopresipitasi dengan variasi suhu sintesis yaitu, 60°C, 80°C dan 150°C yang menghasilkan bahwa ukuran butir meningkat seiring dengan kenaikan suhu sintesis [1]. Telah dilakukan juga penelitian tentang nanopartikel $ZnFe_2O_4$ yang disintesisdengan metode kopresipitasi pada variasi suhu sintesis, yaitu suhu 20°C, 60°C dan 90°C yang menghasilkan ukuran butir meningkat dengan kenaikan suhu sintesis dan koersivitas cenderung meningkat dengan semakin besarnya ukuran butir [6]. Dari beberapa penelitian diatas maka pada penelitian ini dilakukan "pengaruh variasi temperatur terhadap struktur nanopartikel manganese Ferrite ($MnFe_2O_4$)" kemudian akan diamati pengaruhnya terhadap lapisan tipis yang dihasilkan.

2. METODE PENELITIAN

Sintesis nanopartikel manganese ferrite ($MnFe_2O_4$) dilakukan menggunakan metode kopresipitasi. Bahan yang digunakakan dalam penelitian ini $MnCl_2.6H_2O$, $FeCl_3.6H_2O$, H_2O, HCl 70%, dan NaOH dengan komposisi pada tabel 1 dibawah ini dengan variasi suhu sintesis (90^oC, 120^oC 150^oC) yang diaduk menggunakan magnetic stirrer dengan kecepatan 600 rpm selama 60 menit dan kemudian di furnace dengan suhu 90^oC selama 1 jam. dan kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD untuk melihat mikrostrukturnya. Ukuran kristal nanopartikel dapat di analisis menggunakan persamaan scherer berikut:

$$t = \frac{k\lambda}{B\cos\theta} \quad (1)$$

$$MnCl_2 + 2FeCl_3 + 8NaOH + H_2O \; MnFe_2O_4 + 8NaCl + 5H_2O$$

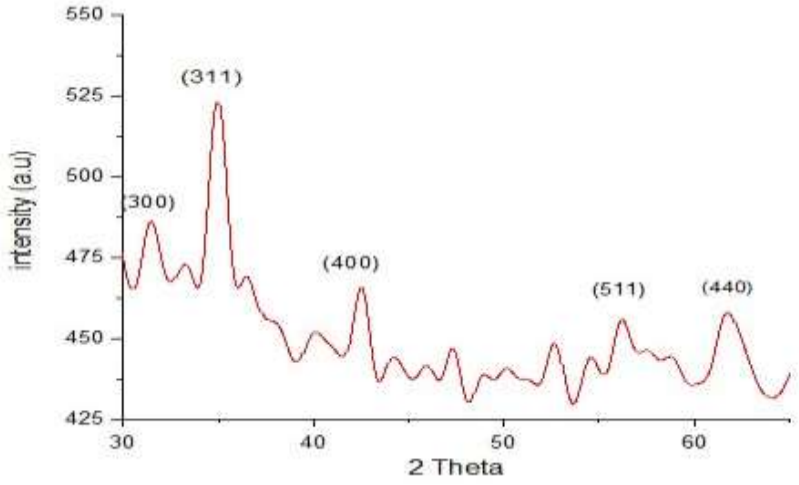
Komposisi sintesis $MnFe_2O_4$ diperleh dari persamaan reaksi diatas dengan perbandian 1:2 sehingga didapatkan massa $MnCl_2$ dan $FeCl_3$ yang dapat dilihat didalam tabel dibawah ini.

Tabel 1. Parameter Sintesis Nanopartikel $MnFe_2O_4$ Variasi Suhu Sintesis

No	Massa $MnCl_2$(g)	Massa $FeCl_3$ (g)	Suhu Sintesis (°C)
1	3,1	8,1	90°
2	3,1	8,1	120°
3	3,1	8,1	150°

3. HASIL dan PEMBAHASAN

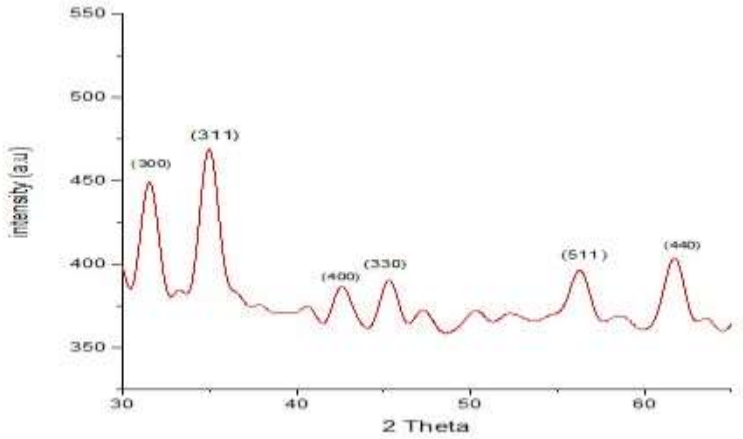
Pengujian ini dilakukan menggunakan alat XRD (X-Ray Diffraction) menggunakan anoda Cukα (λ=1,542 Å), untuk mengetahui parameter kisi, ukuran kristal, bidang hkl, dan jarak antar atom. Hasil pola XRD $MnFe_2O_4$ dengan variasi 4 suhu sintesis 90°C, 120°C, dan 150°C dapat dilihat pada gambar 1, 2 dan 3 di bawah ini:



Gambar 1. Grafik Pola Difraksi $MnFe_2O_4$ Pada Suhu Sintesis 90°C

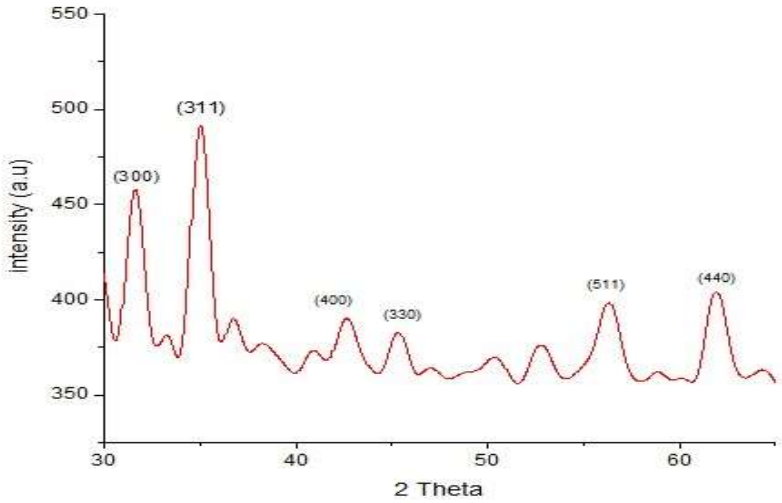
Pengolahan data XRD ini menggunakan Software Origin 9.0. Fasa kristalin $MnFe_2O_4$ muncul pada sudut 2θ dengan puncak-puncak bidang hkl. Pada gambar 1 menghasilkan puncak difraksi berada pada sudut (2θ) adalah 31,62°,

34,97°, 42,52°, 56,22° dan 61,68°. Nilai parameter kisi yang diperoleh adalah 8,39 Å, 9,83 Å, 11,86 Å, 15,40 Å dan 16,77 Å. Bidang hkl yang terbentuk diantaranya 300, 311, 400, 511, dan 440.



Gambar 2. Grafik Pola Difraksi $MnFe_2O_4$ Pada Suhu Sintesis 120°C

Gambar 2 menjelaskan puncak difraksi berada pada sudut (2θ) adalah 31,44°, 35,05°, 42,60°, 45,31°, 56,18°, dan 61,74°. Nilai parameter kisi yang diperoleh adalah 8,71 Å, 9,63 Å, 11,61 Å, 12,31 Å, 15,08 Å, dan 16,42 Å. Bidang hkl yang terbentuk diantaranya 300, 311, 400, 330, 511, dan 440.

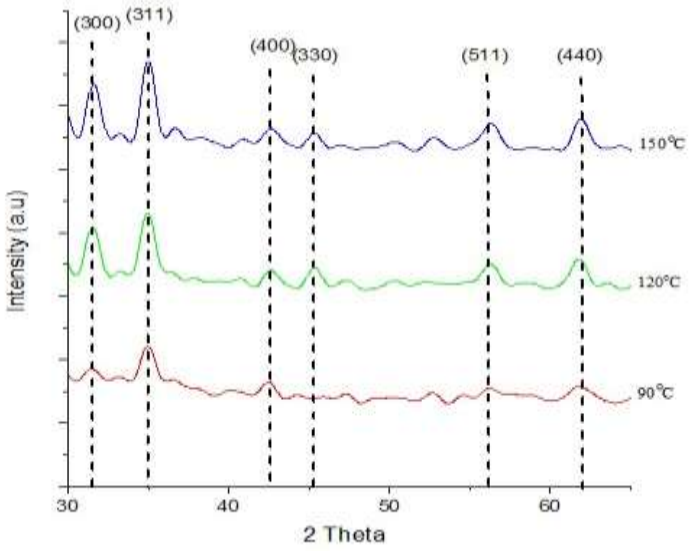


Gambar 3. Grafik Pola Difraksi $MnFe_2O_4$ Pada Suhu Sintesis 150°C

Dari gambar 3 terlihat puncak difraksi berada pada sudut (2θ) adalah 31,59°, 35,05°, 42,75°, 45,31°, 56,38° dan 61,93°. Nilai parameter kisi yang diperoleh adalah 8,92 Å, 9,86 Å, 11,90 Å, 12,62 Å, 15,45 Å, dan 16,83Å. Bidang hkl yang terbentuk diantaranya 220, 300, 311, 400, 330, 511, dan 440.

Hasil pola difraksi pada gambar 1, 2, dan 3 grafik menggambarkan bahwa nanopartikel $MnFe_2O_4$ adalah kristal dengan struktur spinel dalam fase kubik yang dikelompokkan kedalam ruang Fd3m yang diketahui dari data base CIF (Cristallographic Information File). Hkl 311, 400, 511, dan 440 terbentuk dari formula Fe2MnO4 dengan code database 1010131, 1528315, 2300585. Hkl 300 dan 330 terbentuk dari formula Fe_3O_4 dengan code database 7228110. Dari hasil pola difraksi dapat disimpulkan bahwa sintesis nanopartikel $MnFe_2O_4$ dengan metode kopresipitasi telah berhasil dilakukan dengan dibuktikan munculnya puncak puncak difraksi dari manganese ferrite [8]. Puncak utama atau puncak paling tinggi $MnFe_2O_4$ diterdapat pada daerah 2θ yaitu sekitar 35° yang mempunyai puncak dengan hkl (311) berbentuk spinel kubik [7]. Indeks miller (hkl) khas dari spinel ferrit yaitu (111), (220), (311), (222), (400), (422), (511), dan (440) [9].

Dari tiga variasi suhu yang memiliki intensitas paling tinggi dan paling tajam adalah pada suhu 150°C yang menunjukkan bahwa sampel pada suhu 150°C memiliki derajat kristalinitas yang paling bagus dari sampel dengan suhu 120°C dan 90°C. Pergeseran puncak pada pola difraksi dapat dilihat pada gambar 4 dibawah ini.



Gambar 4. Grafik Pergeseran Pola Difraksi Dengan Variasi Suhu Sintesis

Dari gambar 4 menunjukkan pola XRD dari sampel $MnFe_2O_4$ dengan variasi suhu sintesis. Grafik yang berwarna merah menunjukan grafik MnFe2O4 dengan suhu sintesis 90°C, untuk grafik yang berwarna hijau merupakan grafik $MnFe_2O_4$ dengan suhu sintesis 120°C, dan untuk grafik yang berwarna biru merupakan grafik $MnFe_2O_4$ dengan suhu sintesis 150°C. Pergeseran puncak difraksi dapat dipengaruhi oleh perubahan suhu. Suhu mempengaruhi pergeseran sudut dalam pembentukan bidang kristal dibuktikan dengan perubahan tingginya intensitas[10]. Pergeseran ini juga dapat disebabkan oleh instrumentasi alat XRD [9]. Dari gambar grafik dapat dilihat bahwa ada puncak difraksi yang tidak dapat terdeksi atau melemah bahkan hampir tidak terlihat, hal ini disebabkan adanya pembentukkan solid solution yang berupa pelarut teratur atau pelarut tidak teratur, ukuran partikel terlalu kecil atau telah mengalami perubahan dari susunan kristal menjadi amorf dan noise yang terlalu besar, sehingga puncak yang seharusnya muncul menjadi tidak terlihat, karena tidak terdeteksi oleh sinar X. Dari hasil difraksi yang menghasilkan puncak hkl dan diidentifikasi sehingga dapat ditentukan nilai rata-rata dari parameter kisi, rata-rata ukuran kristalit, rata rata jarak antar atom, dan rata-rata ralat parameter kisi, dan rata-rata ralat ukuran kristalit yang dapat dilihat pada tabel 2 dibawah ini:

Tabel 2. Hasil Rata-Rata Parameter Kisi, Ukuran Kristalit, Jarak Antar Atom, Ralat Parameter Kisi, Dan Ralat Ukuran Kristalit Nanopartikel $MnFe_2O_4$

Suhu Sintesis	Parameter Kisi a (Å)	Ukuran kristalit t (nm)	Jarak Antar Atom d(nm)	Ralat Parameter kisi Δa (Å)	Ralat Ukuran Kristalit Δt(nm)
90℃	12,55	56,0	2,96	0,21	2,3
120℃	12,29	60,2	2.90	0,23	3,2
150℃	12,60	66,9	2.97	0,25	3,5

Berdasarkan tabel 2 dengan variasi temperatur sintesis dapat dilihat bahwa ukuran kristalit berbanding lurus dengan suhu, dimana semakin tinggi suhu sintesis semakin besar pula ukuran kristalitnya [7] dan [1]. Hal ini berhubungan dengan nilai FWHM yang mempengaruhi ukuran kristalit, dimana semakin besar nilai FWHM maka akan semakin kecil ukuran kristalit [11].

Ukuran kristalit terbesar terdapat pada suhu 150°C dengan rata-rata ukuran 66,9 nm dengan rata-rata nilai parameter kisi 12,60 Å, dan rata-rata jarak antar atom adalah 2,97 nm dengan rata-rata ralat parameter kisi 0,25 Å dan rata-rata ralat ukuran krisalit 3,5 nm. Untuk ukuran kristalit terkecil terdapat pada suhu 90°C dengan rata-rata ukuran kristalit 56 nm, dengan rata-rata nilai parameter kisi 12,55 Å, dan rata-rata jarak antar atom adalah 2,96 nm dan rata-rata ralat parameter kisi 0,21 Å dan rata-rata ralat ukuran kristal adalah 2,3 nm.

Kurva suatu puncak difraksi akan melebar terutama untuk ukuran kristal yang ukuran partikelnya kurang dari 100 nm, puncak-puncak difraksi yang melebar ini dapat dipengaruhi oleh ukuran partikel dan regangan kisi[12]. Dari nilai parameter kisi dan nilai ralat parameter kisi dapat dihitung nilai strain atau cacat kristal. Penyebab terjadinya strain adalah cacat garis atau dislokasi kisi, kesalahan susunan, dan cacat titik atau kekosongan 13]. Dari hasil strain yang telah didapatkan maka dapat menentukan distorsi kisi kristal. Distorsi adalah penyimpangan atau perpindahan atom dari kedudukannya. Untuk mencari nilai distorsi dan strain dapat menggunakan persamaan 1 dibawah ini:

$$\beta s = 4\varepsilon \tan\theta \qquad (2)$$

dimana ε adalah rengangan kisi dan βs merupakan full width hight maximum (FWHM) kontribusi regangan kisi. Maka dapat dilihat pada tabel 3 hasil rata-rat nilai strain dan distorsi.

Tabel 3. Hasil Rata-Rata Nilai Strain Dan Distorsi

Suhu Sintesis	Sampel	Strain	Distorsi
90°C	$MnFe_2O_4$	0,0099	0,010
120°C	$MnFe_2O_4$	0,0089	0,010
150°C	$MnFe_2O_4$	0,0086	0,009

Tabel 3 menyimpulkan bahwa nilai strain dari kisi kristal terbesar adalah 0,0099 yang memiliki ukuran kristalit dengan rata-rata 56 nm dan nilai distorsi 0,035 pada suhu sintesis 90°C. Nilai strain paling rendah pada suhu 150°C dengan nilai strain 0,0086 dengan nilai distorsi 0,030 dengan ukuran kristalit 66,9 nm. Semakin besarnya nilai strain mengakibatkan bertambah lebarnya puncak-puncak difraksi, sehingga bertambahnya mikrostrain kisi dan mengakibatkan berkurangnya ukuran kristalit [12]. Maka dari tabel 3 dapat dibuktikan nilai strain berbanding tebalik dengan ukuran kristalit, semakin tinggi nilai strain maka semaki kecil ukuran kristalit. Nanopartikel $MnFe_2O_4$ memiliki struktur kristal normal spinel (group ruang Fdm3) dimana ion divalen Mn^{2+} menempati subruang kisi tetrahedral sementara ion trivalen Fe^{3+} menempati subruang kisi oktahedral. Ruang yang ditempati oleh ion–ion pada subkisi tetrahedral (A) dan oktahedral (B) dalam satu parameter kisi ditentukan oleh distribusi ion-ion penyusunnya. Dalam penelitian ini ion-ionnya adalah $Mn^{2+,}$ Fe^{3+}, dan O^{2-}.. Kation-anion dalam suatu substruktur tetrahedral (A) dan oktahedral (B) memiliki keterkaitan (terikat) satu sama lain. Untuk mencari R_A dan R_B menggunakan persamaan 10 dan persamaan 11 diatas. Dapat dilihat pada tabel 4 telah disajikan panjang ikatan $MnFe_2O_4$. Terdapat dua ruang yaitu ruang tetrahedral (A) yang disebut dengan R_A, dan pada ruang oktahedral (B) yang disebut R_B.

Tabel 4. Panjang Ikatan Pada Subkisi Tetrahedral (A) dan Oktahedral (B)

Suhu Sintesis	Komposisi Kimia	RA	RB
90°C	$MnFe_2O_4$	10,85	6,58
120°C	$MnFe_2O_4$	10,63	6,44
150°C	$MnFe_2O_4$	10,89	6,60

Pada tabel 4 terdapat panjang ikatan subkisi tetrahedral dan Oktahedral, Pada suhu sintesis 90°C menunjukkan panjang ikatan subkisi tetrahedral (R_A) sebesar 10,85 dan panjang ikatan subkisi oktahedral (R_B) sebesar 6,58. Pada suhu sintesis 120°C panjang ikatan subkisi tetrahedral (R_A) sebesar 10,63 dan panjang ikatan subkisi oktahedral (R_B) sebesar 6,44. Dan pada suhu sintesis 150°C panjang ikatan subkisi tetrahedral (R_A) sebesar 10,89 dan panjang ikatan subkisi oktahedral (R_B) sebesar 6,60.

4. KESIMPULAN

Telah berhasill dilakukannya penelitian tentang pengaruh variasi temperatur terhadap struktur nanopartikel manganese Ferrite ($MnFe_2O_4$) yang menghasilkan Pola XRD nanopartikel $MnFe_2O_4$ menunjuk bahwa sampel memiliki struktur spinel dalam fase kubik yang dikelompokkan kedalam ruang Fd3m yang diketahui dari data base CIF (Cristallographic Information File). Ukuran rata-rata kristalit nanopartikel tertinggi terdapat pada suhu 150C yaitu 66,9 nm. Penelitian ini

mengindikasikan bahwa peningkatan temperatur dalam proses sintesis dapat meningkatkan pertumbuhan kristalit pada nanopartikel $MnFe_2O_4$.

5. UCAPAN TERIMAKASIH

Terimasih kepada dosen dan teman-teman jurusan fisika khususnya kakak/ abang angkatan angkatan 2018 yang telah membantu kami dalam menyelesaikan penelitian ini sehingga dapat terbentuknya sebuah artikel ini.

6. DAFTAR PUSTAKA

[1] Muflihatun, Siti Shofia, and Edi Suharyadi. 2015. "Sintesis Nanopartikel Nickel Ferrite (NiFe2O4) Dengan Metode Kopresipitasi Dan Karakterisasi Sifat Kemagnetannya." XIX(November): 20–25.

[2] Singh, A. K., Ramakanth, D., Kumar, A., Lee, Y. S., & Gaikwad, K. K. (2021). Active packaging technologies for clean label food products: a review. Journal of Food Measurement and Characterization, 15(5), 4314-4324.

[3] AlTurki, Asma-M. 2018. "Superparamagnetic MnFe2O4 and MnFe2O4 NPs/ABS Nanocomposite: Preparation, Thermal Stability and Exchange Bias Effect." Indian Journal of Science and Technology 11(19): 1–7.

[4] Helmita, Ramli, And Hidayati. 2019. "Pengaruh Variasi Komposisi Pada Sifat Magnet Dari Nanokomposit Nife2o4/Pani Yang Disintesis Dengan Metode Sol- Gel Spin Coating." Pillar Of Physics 12(1): 46–53.

[5] Merdekani, Sera. 2013. "Sintesis Partikel Nanokomposit Fe3O4/Sio2 Dengan Metode Kopresipitasi." Prosiding Seminar Nasional Sains Dan Teknologi Nuklir PTNBR-BATAN: 472–77.

[6] Asmin, La Ode, Mutmainnah, And Edi Suharyadi. 2015. "Metode Kopresipitasi Dan Karakterisasi Sifat Kemagnetannya." 16(3): 62–66.

[7] Tawainella, Rosita Dewi et al. 2014. "Sintesis Nanopartikel Manganese Ferrite (MnFe 2 O 4) Dengan Metode Kopresipitasi Dan Karakterisasi Sifat Kemagnetannya." XVIII(April): 1–7.

[8] Putri, Nixcoriani, And Dwi Puryanti. 2020. "Sintesis Nanopartikel Manganese Ferrite (MnFe2O4) Dari Pasir Besi Dan Mangan Alam Dengan Metode Kopresipitasi." Jurnal Fisika Unand 9(3): 375–80.

[9] Putra, Rachmad Almi. 2016. "Fabrikasi Nanopartikel Magnetik Mg." 4.

[10] Putra, Rachmad Almi. 2021. "Kajian Mikrostruktur Dan Dielektrik Nanopartikel MnFe2O4 Yang Disintesis Dengan Metode Kopresipitasi." Jurnal Hadron 3(02): 30–35.

[11] Sari, Zulia Davita. 2020. "Green Synthesis Hematit (A-Fe2o3) Menggunakan Ekstrak Daun Teh Hijau (Camellia Sinensis) Dengan Metode Presipitasitle."

[12] Sumadiyasa, M., & Manuaba, I. B. S. (2018). Determining crystallite size using scherrer formula, williamson-hull plot, and particle size with SEM. Buletin Fisika, 19(1), 28-35.

[13] Indrayana, I Putu Tedy. 2019. "Journal Sains Dan Teknologi Undiksha 13016 27468-1-PB Analisis Parameter Mikrostruktur Nanopartikel Mn 1-X Zn X Fe2O4 Berdasarkan Pola Difraksi Sinar X." (April).