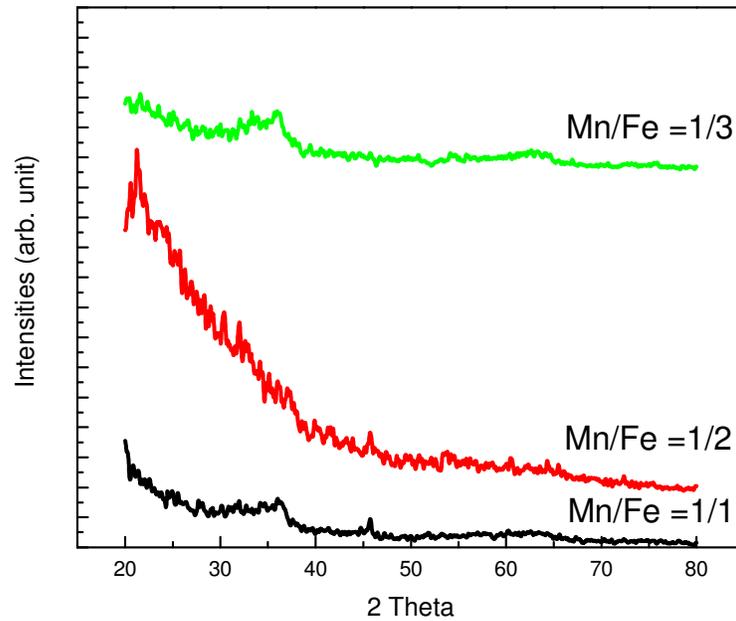


BAB 4

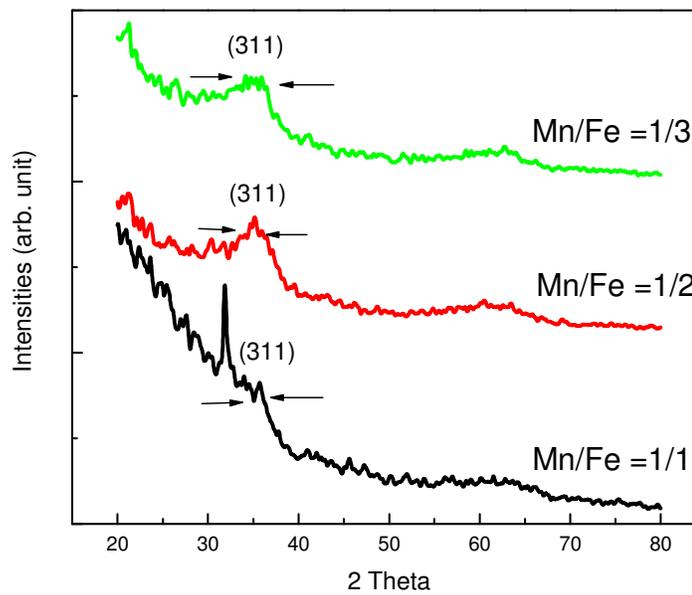
HASIL DAN ANALISIS

Gambar 4.1. dan 4.2. menunjukkan profil difraksi sinar X pada sampel yang disintesis tanpa dan dengan bantuan proses ultrasonik untuk beberapa perbandingan konsentrasi Mn dan Fe. Sampel yang disintesis dengan proses ultrasonik terlihat memiliki derajat kristalinitas yang lebih baik dibandingkan dengan sampel yang disintesis tanpa menggunakan ultrasonik. Untuk sampel yang disintesis tanpa menggunakan ultrasonik pola difraksi sinar X memperlihatkan puncak yang lebar yang menggambarkan bahwa sampel masih berada dalam keadaan amorf untuk seluruh variasi perbandingan molar Mn/Fe. Sedangkan pola difraksi sinar X pada sampel yang disintesis dengan menggunakan proses ultrasonik memperlihatkan puncak difraksi yang lebih sempit daripada sampel yang disintesis tanpa ultrasonik.

Analisis Rietveld dari ketiga sampel yang disintesis menggunakan proses ultrasonik mengindikasikan bahwa partikel nanomagnetik yang dihasilkan berupa Jacobsite (MnFe_2O_4) yang memiliki bidang (311); hal tersebut ditunjukkan oleh puncak difraksi pada sudut 35° , dengan struktur kubik spinel; hasil analisis Rietveld untuk ketiga sampel tersebut dirangkum dalam tabel 4.1.. Ukuran partikel yang dihasilkan ketiga sampel yang disintesis dengan menggunakan ultrasonik juga hampir sama yaitu sebesar dua nm. Sampai pada tahap ini nampaknya variasi konsentrasi Mn yang dilakukan tidak memiliki peranan dalam menentukan struktur atau ukuran kristal yang dihasilkan.



4.1. Pola difraksi sinar X pada sampel yang disintesis tanpa menggunakan proses ultrasonik



4.2. Pola difraksi sinar X pada sampel yang disintesis dengan menggunakan proses ultrasonik

Tabel 4.1. Informasi hasil analisis Rietveld pada sampel yang disintesis dengan menggunakan proses ultrasonik

Mn/Fe	Puncak	Fase	Struktur	Konstanta kisi (Å)	Ukuran partikel (nm)	Space Group
1/1	(311)	MnFe ₂ O ₄	Kubik spinel	a = 8.3 b = 8.3 c = 8.3	2	F d 3 m
1/2	(311)	MnFe ₂ O ₄	Kubik spinel	a = 8.4 b = 8.4 c = 8.4	2	F d 3 m
1/3	(311)	MnFe ₂ O ₄	Kubik spinel	a = 8.3 b = 8.3 c = 8.3	2	F d 3 m

Sampel dengan variasi perbandingan konsentrasi Mn/Fe yang telah dianneal memiliki puncak-puncak difraksi pada sudut yang sama kecuali pada sampel dengan perbandingan Mn/Fe 1:1 yang memiliki puncak tambahan yang berada disekitar sudut 31.87° yang merupakan puncak dari fasa MnO/FeO. Adanya puncak baru yang muncul kemungkinan disebabkan oleh perbandingan konsentrasi Mn/Fe yang berada di kisaran 50%. Nampaknya terdapat jangkauan konsentrasi tertentu di mana Mn dan Fe dapat dicampurkan dan menghasilkan partikel nanomagnetik Jacobsite.

Hasil serupa didapatkan oleh Jriuan Lei et. al. [19] yang mencoba untuk menghasilkan partikel Jacobsite dengan cara menambahkan Mn₂(CO)₁₀ ke dalam partikel nanomagnetik Fe₂O₃ dengan berbagai variasi konsentrasi. Ia mendapatkan bahwa apabila perbandingan konsentrasi ion-ion Mn/Fe sekitar 44%-65% maka akan terbentuk dua buah fasa dalam satu sampel yang sama yaitu γ -Fe₂O₃ dan Mn_{2-x}Fe_xO₃; pada jangkauan konsentrasi tersebut tidak bisa dihasilkan gabungan partikel nanomagnetik Mn-Fe. Pada sampel yang dibuat untuk tulisan ini masih terdapat fasa MnFe₂O₄ dan MnO/FeO karena proses pembuatannya yang berbeda dengan Jriuan Lei et.al., pada penelitian digunakan FeCl₃.6H₂O dan MnSO₄.H₂O yang dapat terdegradasi dengan mudah menjadi ion-ion Mn dan Fe, sedangkan penelitian Jriuan

Lei menggunakan $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ yang berada dalam fasa stabil sehingga tidak memungkinkan terpecahnya ion-ion Fe pada jangkauan konsentrasi 44%-65% [19].

Eksperimen untuk menghasilkan partikel nanomagnetik Pd/Ag yang dilakukan oleh Weihua Wang et. al. [28] juga mendapatkan bahwa partikel Pd/Ag tidak dapat terbentuk apabila konsentrasi ion Pd/Ag sebesar 1/1. Kesimpulan yang didapatkan pada penelitian tersebut salah satunya adalah bahwa partikel Pd/Ag tidak dapat terbentuk apabila konsentrasi logam Ag lebih dari 75%; dengan kata lain terdapat jangkauan konsentrasi di mana logam Pd dan Ag dapat menyatu membentuk partikel Pd/Ag.

Penggunaan ultrasonik untuk mendapatkan kristalinitas pada partikel nanomagnetik juga diterapkan oleh Shuijin Lei et. al. [20], yang berhasil mendapatkan partikel nanomagnetik Hausmannite (Mn_3O_4) pada temperatur ruang dengan bantuan ultrasonik. Pada eksperimen tersebut ia mencoba menyintesis partikel nanomagnetik dengan dan tanpa bantuan ultrasonik. Ia mendapatkan bahwa partikel nanomagnetik Hausmannite hanya dapat terbentuk pada proses sintesis yang menggunakan ultrasonik saja. Selain itu ia juga mencoba untuk memvariasikan temperatur reaksi pada kedua kondisi sintesis tersebut, pada temperatur ruangan dan 100°C ; ia mendapatkan hasil yang sama bahwa, partikel nanomagnetik hanya dapat disintesis dengan bantuan proses ultrasonik. Temperatur reaksi hanya menentukan derajat kristalinitas partikel nanomagnetik dan bukan menentukan terbentuk atau tidaknya partikel nanomagnetik. Dalam tulisan tersebut Shuijin Lei et. al. menyatakan bahwa ultrasonik berperan dalam proses pemecahan garam MnCl_2 dan mempercepat proses pertumbuhan kristal Hausmannite. Apabila tidak ada bantuan ultrasonik maka proses pemecahan garam menjadi lambat dan ion-ion Mn^{2+} lebih banyak yang teroksidasi menjadi ion Mn^{3+} , Mn^{4+} , atau ion dengan bilangan oksidasi lebih tinggi yang akan mengakibatkan terbentuknya Hausmannite amorf.

Selain itu menurut Xuebo Cao et. al. [29] tanpa proses ultrasonik maka garam metal seperti $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ atau $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ tidak akan langsung lepas menjadi ion-ion Mn^{2+} dan Fe^{3+} , akan tetapi akan berubah terlebih dahulu menjadi molekul MnOOH dan FeOOH sebelum menjadi ion-ion Mn^{2+} dan Fe^{3+} . Apabila molekul MnOOH dan FeOOH bereaksi maka kemungkinan fasa yang akan terbentuk adalah Mn_2O_3 atau Fe_2O_3 , atau bahkan amorf karena tidak bereaksi dengan larutan basa.

Selain menggunakan ultrasonik [23, 30] radiasi *microwave* juga sering digunakan [31-32] dalam sintesis partikel nanomagnetik sebagai bantuan untuk memecah ion-ion yang dibutuhkan untuk pembentukan partikel nanomagnetik. Sintesis partikel nanomagnetik dengan menggunakan bantuan ultrasonik atau radiasi *microwave* seperti yang disebutkan di atas juga membutuhkan bantuan tahapan ageing [31-32] dalam proses kristalisasi. Pada tahapan ini sampel partikel nanomagnetik amorf dibiarkan berada di udara terbuka pada temperatur dan selang waktu tertentu agar dapat teroksidasi dan berubah menjadi partikel nanomagnetik yang diinginkan

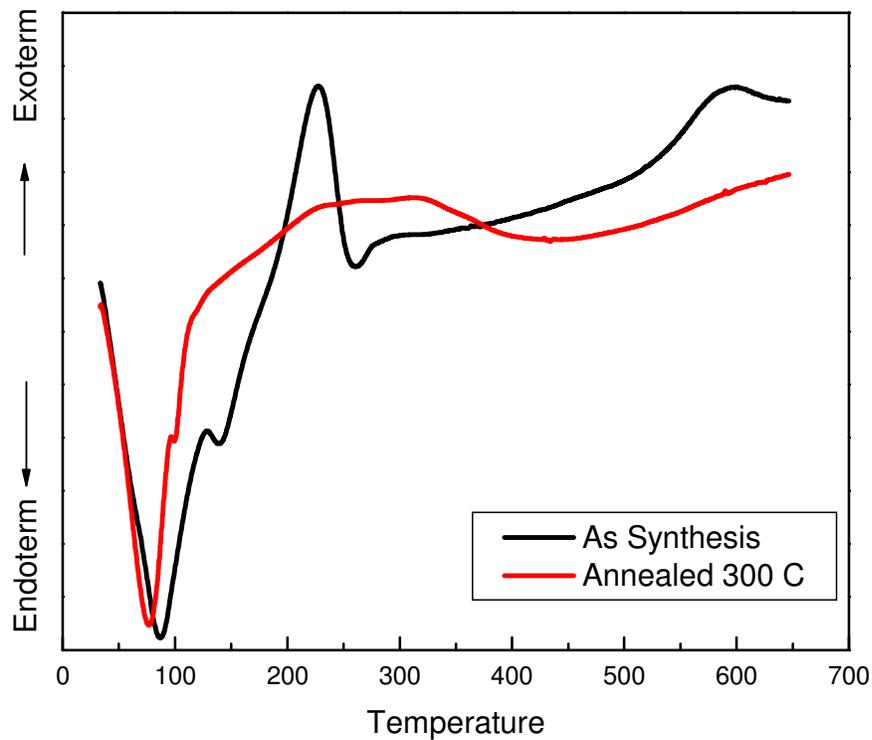
Proses ageing pada penelitian ini dilakukan pada temperatur ruang selama selang waktu 48 jam. Walaupun proses ageing dilakukan kepada kedua jenis proses sintesis, akan tetapi kristal partikel nanomagnetik hanya terdapat pada sampel yang disintesis dengan proses ultrasonik. Dari hasil yang didapatkan bukan proses *ageing* yang menyebabkan kristalinitas akan tetapi proses ultrasonik yang menyebabkan kristalinitas pada sampel. Hal ini berbeda dari yang didapatkan oleh S. L. Brock et. al. [25] di mana ia menghasilkan kristal *Manganese Oxide* (MnO) dengan proses ageing pada temperatur ruang selama beberapa hari hingga beberapa minggu. Perbedaan waktu ageing menentukan derajat kristalinitas dari sampel. Ageing yang penulis lakukan terlalu singkat apabila dibandingkan dengan proses ageing yang dilakukan S. L. Brock et. al. yang melakukan *ageing* dengan waktu beberapa minggu.

Zhe Zheng et. al. [33] melakukan penelitian menumbuhkan partikel nanomagnetik $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ dari lapisan Fe pada temperatur tinggi di udara. Dalam penelitian tersebut ia

menaruh lapisan Fe pada temperatur antara 260^oC-400^oC di udara bebas selama 10 jam. Ia mendapatkan partikel nanomagnetik dalam fasa α -Fe₂O₃ dan α -Fe₂O₃ setelah proses tersebut. Terbentuknya α -Fe₂O₃ dan α -Fe₂O₃ dari lapisan Fe disebabkan karena difusi oksigen ke dalam lapisan Fe. Perbedaan hasil ageing pada penelitian Zhe Zheng dan penelitian pada tulisan ini mungkin karena perbedaan temperatur ageing yang digunakan.

Temperatur ageing yang tinggi nampaknya merupakan faktor yang penting dalam menumbuhkan kristal partikel nanomagnetik. K. Desphane et. al. [21] juga melakukan sintesis partikel nanomagnetik Maghemite (γ -Fe₂O₃) dengan menggunakan proses pembakaran. Proses ini identik dengan metode ageing karena menggunakan bantuan proses oksidasi untuk menghasilkan partikel nanomagnetik. Dalam penelitian tersebut K. Desphane et. al. memanaskan Ferric Nitrate pada temperatur mencapai 350^oC di dalam ruangan yang berisi bahan bakar seperti *Glycine*, *Hydrazine*, dan *Citric Acid*. Dengan metode tersebut partikel nanomagnetik Maghemite dapat dihasilkan dalam waktu kurang dari 10 menit. Apabila dilihat dari ketiga tulisan di atas dan hasil yang didapat pada penelitian ini dapat disimpulkan bahwa temperatur ageing merupakan faktor yang dapat mempercepat terbentuknya kristalinitas.

Untuk melihat perubahan kristalinitas pada sampel yang disintesis tanpa menggunakan ultrasonik dilakukan pengukuran DSC pada sampel tersebut dan pada sampel yang sama yang telah melalui proses *annealing* pada temperatur 300^oC selama empat jam. Sampel yang telah di-anneal selama empat jam berubah menjadi partikel nanomagnetik Jacobsite dengan fasa kubik spinel, sama seperti yang didapatkan pada sampel yang disintesis dengan menggunakan proses ultrasonik. Gambar 4.3. menunjukkan hasil pengukuran DSC terhadap sampel sebelum dan setelah di-anneal.



Gambar 4.3. Profil DSC dari sampel yang disintesis tanpa proses ultrasonik sebelum dan sesudah dianneal

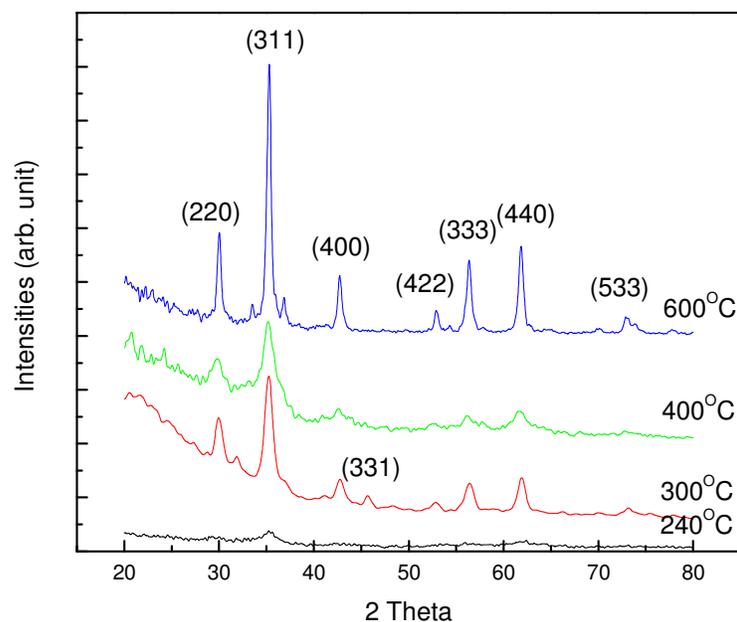
Dari hasil karakterisasi DSC terlihat adanya perbedaan antara profil DSC sebelum dan setelah di-anneal. Terjadinya puncak pada kurva DSC disebabkan oleh sampel menerima atau melepaskan panas dalam jumlah lebih besar daripada yang diterima atau dilepaskan oleh materi referensi. Ketentuan yang berlaku [34] untuk puncak yang mengarah ke atas adalah bahwa sampel tersebut mengeluarkan panas yang lebih besar daripada materi referensi (*exothermal*) dan sebaliknya. Puncak pertama terbentuk ketika temperatur dinaikkan pada kisaran 100°C . Puncak ini merepresentasikan menguapnya kandungan air yang terdapat pada sampel. Setelah temperatur sampel dinaikkan muncul sebuah puncak endotermal pada temperatur 150°C . Tidak diketahui perubahan fasa yang terjadi pada puncak tersebut karena tidak dilakukan difraksi sinar X pada sampel yang disintesis pada temperatur 150°C .

Setelah temperatur kembali dinaikkan terbentuk puncak eksotermal pada jangkauan temperatur 240^oC sampai 300^oC. Pada jangkauan temperatur tersebut, untuk profil sampel sebelum di-anneal terdapat puncak pada 240^oC. Puncak tersebut menghilang ketika dilakukan pengukuran DSC pada sampel yang telah di-anneal. Hilangnya puncak pada profil DSC sampel yang telah di-anneal menandakan bahwa telah terjadi suatu proses pada saat sampel di-anneal. Fenomena yang mungkin terjadi pada temperatur 240^oC adalah proses kristalisasi partikel nanomagnetik, hal ini dibuktikan dengan terbentuknya fasa Jacobsite pada sampel yang telah di-anneal. Tidak adanya puncak pada sampel yang telah di-anneal menandakan bahwa proses *annealing* pada temperatur 300^oC selama empat jam telah mengubah seluruh partikel nanomagnetik amorf menjadi kristal.

Penelitian oleh Kurikka et. al. [36] mengenai struktur, termal, dan magnetik dari partikel nanomagnetik NiFe₂O₄ juga menunjukkan bahwa terdapat fenomena perubahan fasa partikel nanomagnetik dari amorf menjadi kristal pada temperatur sekitar 300^oC. NiFe₂O₄ dianalogikan dengan MnFe₂O₄ karena kedua jenis partikel nanomagnetik tersebut memiliki struktur kristal yang sama yaitu struktur kubik spinel. Pada penelitian tersebut Kurikka et. al. Menyintesis partikel nanomagnetik NiFe₂O₄ dengan menggunakan metode yang serupa dengan metode yang digunakan pada tulisan ini, akan tetapi Kurikka et. al. menggunakan Ni(CO)₄ dan Fe(CO)₅ dan melakukan sintesis pada temperatur 0^oC. Ia mendapatkan partikel nanomagnetik NiFe₂O₄ amorf. Partikel nanomagnetik amorf tersebut di-anneal pada 450^oC dan 700^oC; terbentuk kristal NiFe₂O₄ dengan fasa kubik spinel dari hasil *annealing* tersebut. Profil DSC dari partikel nanomagnetik yang ia hasilkan memiliki tiga buah puncak yang terdapat pada 100^oC, 212^oC, dan 342^oC. Kedua puncak pertama terjadi karena lepasnya atom-atom pengotor yang menempel pada partikel nanomagnetik akibat dari proses sintesis. Puncak pada temperatur 342^oC terbentuk karena adanya proses kristalisasi partikel nanomagnetik.

Dari analisis pola DSC diketahui bahwa proses *annealing* dapat mengubah struktur kristal dari amorf menjadi kristal. Untuk eksperimen selanjutnya proses *annealing* akan dilakukan pada temperatur 300^oC, temperatur di mana proses eksotermal yang menandakan perubahan fasa berakhir; dengan demikian kita harapkan hampir seluruh sampel yang kita miliki telah terkristalisasi dan berada pada fasa yang stabil.

Untuk menumbuhkan kristal partikel nanomagnetik yang kita miliki maka sampel yang disintesis tanpa menggunakan ultrasonik akan di-anneal pada jangkauan temperatur 240^oC hingga 700^oC; kemudian struktur sampel hasil *annealing* akan kembali diteliti dengan menggunakan difraksi sinar X. Hasil pengukuran difraksi sinar X pada sampel-sampel tersebut dapat dilihat pada gambar 4.4.



Gambar 4.4. Pola difraksi sinar X untuk sampel yang disintesis tanpa bantuan proses ultrasonik dengan perbandingan konsentrasi Mn/Fe = 1/2 yang telah diberikan perlakuan *annealing* dengan variasi temperatur *annealing*

Sampel yang disintesis tanpa proses ultrasonik yang telah dianneal selama empat jam dalam jangkauan temperatur 240^oC hingga 600^oC memiliki fasa tunggal Jacobsite.

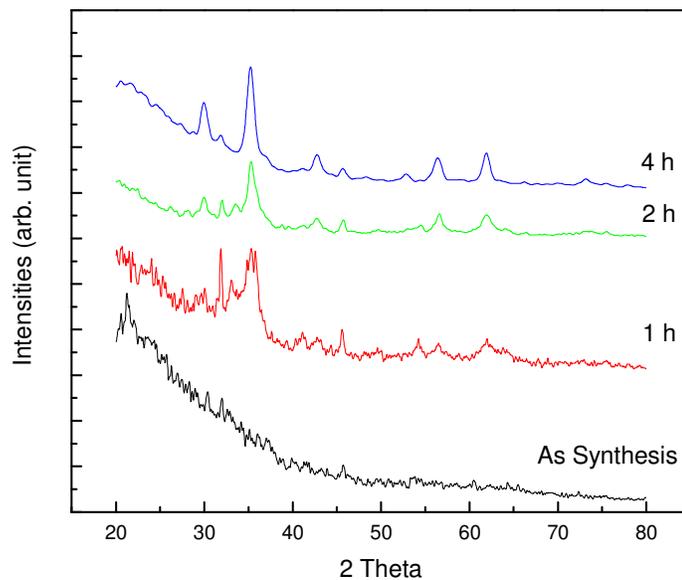
Puncak-puncak difraksi berada pada sudut: 30° , 35° , 42° , 52° , 56° , 62° , 73° yang masing-masing merupakan representasi dari bidang refleksi: (220), (311), (400), (422), (333), (440), dan (533) dari fasa Jacobsite. Pada jangkauan temperatur tersebut pola difraksi sinar X menghasilkan puncak-puncak pada sudut yang sama untuk seluruh sampel kecuali pada sampel yang dianneal pada temperatur 300°C yang memiliki puncak tambahan pada (331) untuk fasa Jacobsite. Seiring dengan kenaikan temperatur lebar puncak difraksi cenderung mengecil dan tinggi intensitas puncak difraksi meningkat, hal ini menunjukkan adanya kenaikan ukuran partikel nanomagnetik yang dihasilkan. Rangkuman hasil analisis Rietveld dapat dilihat pada tabel 4.2.

Tabel 4.2. Hasil analisis Rietveld pada sampel setelah *annealing* dengan variasi temperatur yang disintesis tanpa menggunakan proses ultrasonik dengan perbandingan Mn/Fe = 1/2

Temperatur ($^{\circ}\text{C}$)	Puncak	Fase	Struktur	Konstanta Kisi (\AA)	Ukuran Partikel (nm)	Space Group
240°C	(311)	MnFe ₂ O ₄	Kubik spinel	a = 8.38 b = 8.40 c = 8.40	4	F d 3 m
300°C	(220) (311) (400) (331) (422) (333) (440) (533)	MnFe ₂ O ₄	Kubik spinel	a = 8.43 b = 8.43 c = 8.43	8	F d 3 m
400°C	(220) (311) (400) (422) (333) (440) (533)	MnFe ₂ O ₄	Kubik spinel	a = 8.39 b = 8.41 c = 8.41	7	F d 3 m
600°C	(220) (311) (400) (422) (333) (440) (533)	MnFe ₂ O ₄	Kubik spinel	a = 8.44 b = 8.44 c = 8.44	16	F d 3 m

Proses *annealing* sampel dengan variasi temperatur *annealing* tidak menghasilkan adanya perubahan fasa pada sampel, hal ini berbeda dengan penelitian oleh Irene Rusakova et. al. [37] yang mendapatkan bahwa kenaikan pada temperatur *annealing* dapat mengubah fasa dari partikel nanomagnetik. Pada eksperimen tersebut ia menyintesis partikel MnO dengan cara mendekomposisi *Manganese(II) Formate* di dalam campuran *Tri-N-Octylamine* dan *Oleic Acid* pada temperatur 340^oC; kemudian partikel MnO tersebut diberikan perlakuan *thermal annealing* pada sampai temperatur 700^oC untuk melihat perubahan pada struktur yang mungkin terjadi. Ia mendapatkan bahwa terjadi transformasi fasa dari MnO dan Hausmannite (Mn₃O₄) menjadi Mn₂O₃ seiring dengan kenaikan temperatur *annealing*. Pada temperatur *annealing* 100^oC hingga 200^oC fasa yang terbentuk didominasi oleh MnO dengan sedikit fasa Hausmannite; dari 200^oC hingga 400^oC terbentuk fasa MnO dan Hausmannite; jangkauan temperatur 400^oC hingga 700^oC fasa MnO menghilang dan digantikan oleh Mn₂O₃; mulai temperatur 600^oC sampel hanya memiliki fasa tunggal Mn₂O₃.

Penelitian lain yang dilakukan untuk mempelajari pengaruh temperatur terhadap fasa kristal juga dilakukan oleh X. Hui Huang et. al. [38]. Pada penelitian tersebut ia menumbuhkan kristal *β-Dicalcium silicate* dengan proses kalsinasi pada temperatur antara 650^oC dan 1100^oC. Ia mendapatkan kristal *β-Dicalcium silicate* murni tanpa adanya fasa lain setelah proses kalsinasi dengan ukuran partikel antara 68 nm dan 358 nm. Variasi temperatur pada proses kalsinasi berperan dalam proses kristalisasi partikel *β-Dicalcium silicate* dan juga meningkatkan ukuran partikel.



Gambar 4.5. Pola difraksi sinar X untuk sampel yang disintesis tanpa bantuan proses ultrasonik dengan perbandingan konsentrasi Mn/Fe = 1/2 yang telah diberikan perlakuan *annealing* dengan variasi waktu *annealing*

Selain mempelajari pengaruh variasi temperatur *annealing* pada struktur kristal partikel nanomagnetik, partikel nanomagnetik yang disintesis tanpa ultrasonik juga di-anneal dengan beragam waktu *annealing*; mulai dari setengah jam hingga empat jam. Pola difraksi sinar X pada sampel yang di-anneal dengan variasi waktu *annealing* dapat dilihat pada gambar 4.5.

Pada pola tersebut terlihat bahwa sampel yang di-anneal selama setengah jam tidak memiliki kristalinitas, hal ini ditandai dengan tidak adanya puncak difraksi. Setelah sampel di-anneal selama satu jam mulai terlihat adanya puncak difraksi. Puncak difraksi yang terbentuk ketika sampel di-anneal selama satu jam masih lebar yang menandakan bahwa ukuran partikel nanomagnetik yang terbentuk masih kecil, yaitu sebesar 3 nm. Sampel yang di-anneal selama dua dan empat jam memiliki pola difraksi sinar X yang serupa; akan tetapi pada pola difraksi sampel yang di-anneal selama empat jam memiliki intensitas puncak yang lebih tinggi dan lebar puncak

yang lebih sempit, hal ini menandakan bahwa sampel tersebut memiliki ukuran partikel yang lebih besar dan kristalinitas yang lebih baik daripada sampel yang dianneal selama dua jam. Puncak-puncak difraksi berada sudut: 35° , 42° , 52° , 56° , 62° , 73° yang masing-masing merupakan representasi dari bidang refleksi: (220), (311), (400), (422), (333), (440) yang keseluruhannya merupakan bidang refleksi dari kristal Jacobsite. Selain puncak-puncak tersebut pada sampel dengan lama waktu *annealing* empat jam memiliki puncak tambahan pada 73° yang mewakili bidang refleksi (200) untuk fasa kristal Jacobsite. Puncak-puncak yang terbentuk berada pada sudut yang sama yang menandakan bahwa sampel memiliki fasa yang sama.

Analisis kuantitatif difraksi sinar X pada sampel yang telah dianneal dengan variasi waktu *annealing* menyatakan bahwa proses *annealing* selama satu sampai dua jam menghasilkan partikel nanomagnetik dengan campuran tiga fasa yaitu: Jacobsite (MnFe_2O_4), Hausmannite (Mn_3O_4) dan Hematite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$), sedangkan proses *annealing* selama empat jam akan menghasilkan partikel Jacobsite murni. Seiring dengan pertambahan waktu *annealing* didapatkan bahwa fasa Hematite dan Hausmannite semakin berkurang dan berubah menjadi fasa Jacobsite. Tabel 4.3. merangkum informasi kristal hasil analisis Rietveld. Jacobsite dan Hausmannite yang dihasilkan.

Tabel 4.3. Hasil analisis Rietveld pada sampel setelah *annealing* dengan variasi waktu *annealing* yang disintesis tanpa menggunakan proses ultrasonik dengan perbandingan Mn/Fe = 1/2

Waktu Annealing (Jam)	Puncak	Fase	Struktur	Konstanta Kisi (Å)	Ukuran Partikel (nm)	Space Group
0.5	Amorf	Amorf	Amorf	Amorf	Amorf	Amorf
1	(311) (400) (422) (333) (440)	MnFe_2O_4 (92%)	Kubik spinel	a = 8.43 b = 8.43 c = 8.43	3	F d 3 m
	(311) (400) (331)	Mn_3O_4 (1%)	Kubik spinel	a = 8.43 b = 8.43 c = 8.44		F d 3 m

	(422) (333) (440)					
	(208)	A-Fe ₂ O ₃ (7%)	Trigonal	a = 5.10 b = 5.10 c = 13.6		R 3 c
2	(220) (311) (400) (331) (422) (333) (440) (533)	MnFe ₂ O ₄ (>99%)	Kubik spinel	a = 8.45 b = 8.45 c = 8.45	7	F d 3 m
	(311) (400) (331) (422) (333) (440)	Mn ₃ O ₄ (<1%)	Kubik spinel	a = 8.43 b = 8.43 c = 8.43		F d 3 m
	(208)	A-Fe ₂ O ₃ (<1%)	Trigonal	a = 5.10 b = 5.10 c = 13.6		R 3 c
4	(220) (311) (400) (331) (422) (333) (440) (533)	MnFe ₂ O ₄	Kubik spinel	a = 8.43 b = 8.43 c = 8.43	8	F d 3 m

Dari hasil perhitungan persentasi berat fasa pada ketiga kondisi *annealing* tersebut didapatkan bahwa jumlah Jacobsite mencapai hampir 100% setelah dianneal selama 2 jam dengan menyisakan fasa yang lainnya kurang dari 1%. Pada waktu *annealing* 1 jam didapatkan fasa Jacobsite yang terbentuk hanya sebanyak 92%, fasa Hausmannite 1%, dan fasa Hematite sebanyak 7%. Setelah dianneal selama 4 jam partikel yang terbentuk hanya partikel dalam fasa Jacobsite. Perubahan persentase berat fasa ini menandakan bahwa proses *annealing* dapat merusak struktur kristal Hausmannite dan

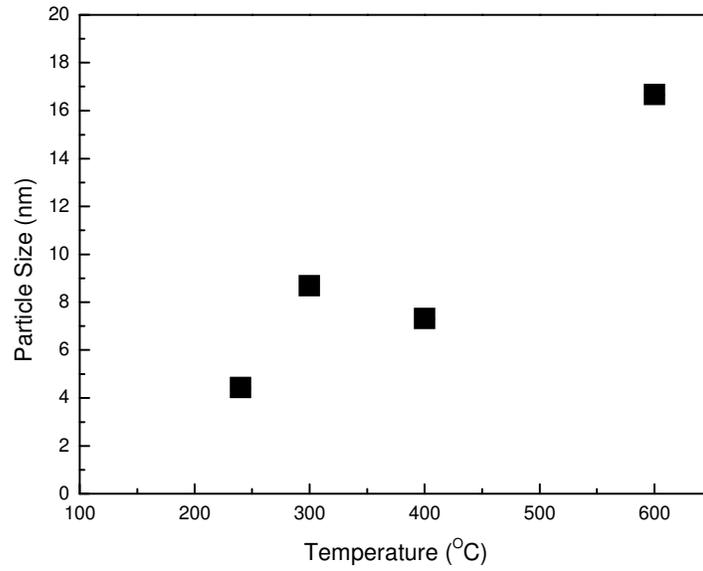
Hematite. Ion-ion yang terdapat pada fasa tersebut terurai pada saat proses *annealing* terjadi dan bergabung dengan Jacobsite yang telah ada.

Penelitian oleh Cor B. De Boer et. al. [39] pada sampel partikel nanomagnetik setelah dianneal menghasilkan perubahan fasa dari Hematite menjadi gabungan fasa Fe dan Magnetite (Fe_3O_4). Pada penelitian ini transformasi fasa terjadi dari Hematite menjadi Jacobsite. Hal ini identik dengan hasil Cor B. De Boer et. al. karena sistem kristal Jacobsite sama dengan Magnetite.

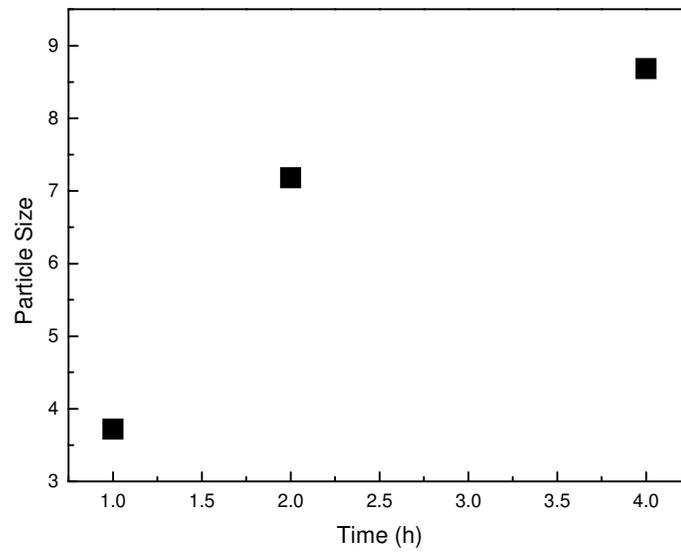
Munculnya fasa Hausmannite (Mn_3O_4) memiliki struktur kristal dengan komposisi ion $(\text{Mn}^{2+})_2\text{Mn}^{3+}\text{O}_4$ pada sampel yang dianneal mungkin terjadi karena tidak digunakan bantuan proses ultrasonik. Shuijin Lei et. al. dalam tulisannya [20] mengatakan bahwa ada kemungkinan ion Mn^{2+} teroksidasi menjadi ion Mn^{3+} . Ion Mn^{3+} yang teroksidasi yang menyebabkan terbentuknya fasa Hausmannite.

Kedua macam variasi *annealing* menghasilkan kecenderungan ukuran partikel nanomagnetik yang meningkat seperti yang dapat dilihat pada gambar 4.6.. Proses *annealing* dengan variasi temperatur *annealing* menghasilkan ukuran partikel antara 4 nm dan 16 nm seperti yang dapat dilihat pada gambar 4.6.(a).

Gambar 4.6.(b) menggambarkan hubungan antara ukuran partikel dan waktu *annealing*. Ukuran partikel yang dihasilkan dari proses *annealing* dengan lama *annealing* antara satu jam hingga empat jam berkisar antara 3 nm dan 8 nm. Kenaikan ukuran partikel pada variasi temperatur *annealing* cenderung meningkat seiring dengan kenaikan temperatur. Partikel yang di-anneal dengan variasi waktu *annealing* menunjukkan kecenderungan yang berbeda dibandingkan dengan partikel yang di-anneal dengan variasi temperatur. Dari hasil fitting data terlihat bahwa ada batas waktu di mana partikel nanomagnetik akan berhenti untuk tumbuh walaupun dipanaskan kembali.



(a)

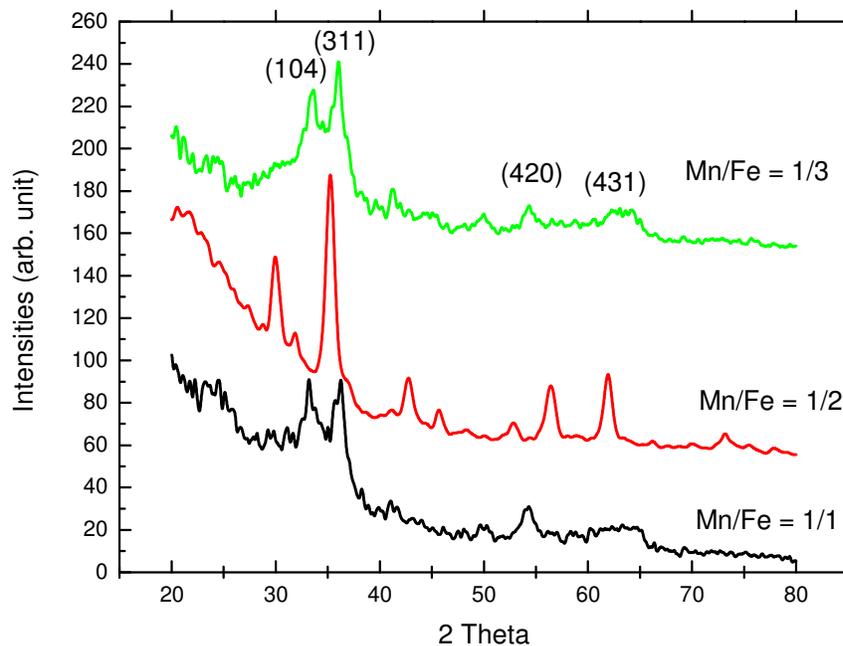


(b)

Gambar 4.6. Profil perubahan ukuran partikel setelah proses *annealing* pada sampel yang disintesis tanpa bantuan proses ultrasonik dengan berbagai kondisi variasi: (a) variasi temperatur *annealing*, (b) variasi waktu *annealing*.

Penelitian mengenai pengaruh *annealing* terhadap ukuran partikel juga dilakukan oleh Kurikka V. P. M. Shafi et. al. [40]. Pada penelitian tersebut ia mencoba menyintesis CoFe_2O_4 dengan cara mencampurkan $\text{Fe}(\text{CO})_5$ dan $\text{Co}(\text{NO})(\text{CO})_3$ dengan metode ultrasonik. Ia mendapatkan partikel amorf sebelum proses *annealing*. Setelah proses *annealing* pada 450°C dan 700°C barulah terbentuk fasa CoFe_2O_4 murni. Seiring dengan penambahan temperatur *annealing* maka bertambah pula ukuran partikel CoFe_2O_4 . Kesimpulan serupa juga didapatkan oleh X. Hui Huang et. al. [38].

Setelah mengetahui efek dari temperatur dan waktu *annealing* terhadap pertumbuhan partikel nanomagnetik Jacobsite, bagaimana efek dari *annealing* pada berbagai macam konsentrasi ion Mangan? Gambar 4.7. memperlihatkan pola difraksi sinar X dari sampel dengan variasi konsentrasi Mn/Fe setelah proses *annealing* selama 4 jam pada 300°C .



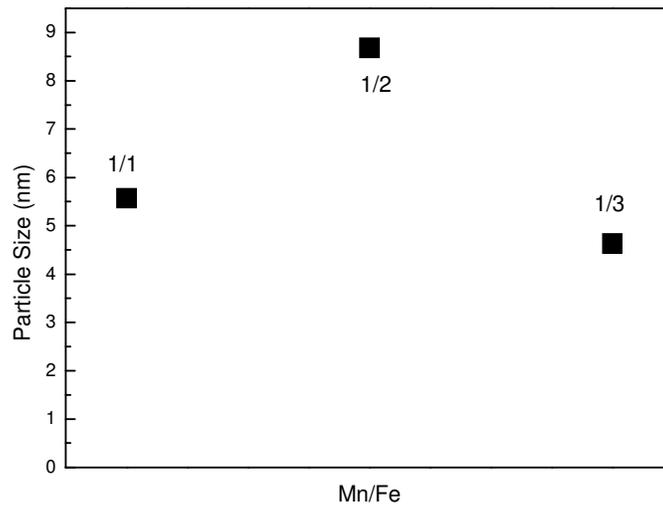
Gambar 4.7. Pola difraksi sinar X untuk sampel yang disintesis tanpa proses ultrasonic dengan variasi perbandingan konsentrasi Mn/Fe

Terlihat pada gambar 4.7. adanya perbedaan pola difraksi sinar X antara perbandingan konsentrasi Mn/Fe = 1/2 dengan Mn/Fe = 1/1 dan Mn/Fe = 1/3. Sampel dengan perbandingan konsentrasi Mn/Fe = 1/2 memiliki fasa Jacobsite yang ditandai dengan adanya puncak pada sudut: 35°, 42°, 52°, 56°, 62°, 73° yang masing-masing merupakan representasi dari bidang refleksi: (220), (311), (400), (422), (333), (440). Sedangkan untuk dua buah sampel lainnya memiliki puncak pada sudut 36° yang mengindikasikan adanya fasa Jacobsite; puncak lainnya, yaitu pada 54° dan 63° merepresentasikan bidang (420) dan (431) untuk base Bixbyite (Mn₂O₃); puncak yang terdapat pada sudut 33°, 54° dan 63° merepresentasikan bidang (104), (420) dan (431) yang mengindikasikan adanya fasa Hematite (α -Fe₂O₃). Hasil analisis Rietveld pada ketiga sampel di atas diberikan pada tabel 4.4..

Tabel 4.4. Informasi hasil analisis Rietveld pada sampel dengan variasi perbandingan konsentrasi Mn/Fe untuk sampel tanpa proses ultrasonik setelah melalui proses annealing

Mn/Fe	Puncak	Fase	Struktur	Konstanta kisi (Å)	Ukuran partikel (nm)	Space Group
1/1	(311)	MnFe ₂ O ₄ (17.2%)	Kubik spinel	a = 8.47 b = 8.47 c = 8.47	5	F d 3 m
	(104) (420) (431)	α -Fe ₂ O ₃ (78.6%)	Trigonal	a = 5.03 b = 5.03 c = 13.0		R -3
	(104) (420) (431)	Mn ₂ O ₃ (4.2%)	Kubik	a = 9.41 b = 9.41 c = 9.41		
1/2	(220) (311) (400) (422) (333) (440) (533)	MnFe ₂ O ₄	Kubik spinel	a = 8.43 b = 8.43 c = 8.43	8	F d 3 m
1/3	(311)	MnFe ₂ O ₄ (37.5%)	Kubik spinel	a = 8.31 b = 8.31 c = 8.31	4	F d 3 m
	(104) (420) (431)	α -Fe ₂ O ₃ (72.5%)	Trigonal	a = 5.03 b = 5.03 c = 13.0		

Adanya perbedaan pada pola difraksi pada sampel-sampel dengan variasi konsentrasi Mn/Fe juga dapat dilihat pada gambar 4.2. Fasa Jacobsite murni hanya dapat dihasilkan pada perbandingan Mn/Fe = 1/2. Hal ini menguatkan penelitian yang dilakukan oleh Jriuan Lei et. Al. [19] yang menyimpulkan bahwa atom-atom Mn dan Fe hanya dapat bergabung menjadi MnFe_2O_4 apabila perbandingan konsentrasi Mn/Fe sekitar 44-65%.



Gambar 4.8. Hubungan antara ukuran partikel dan rasio konsentrasi Mn/Fe pada sampel yang disintesis tanpa proses ultrasonik

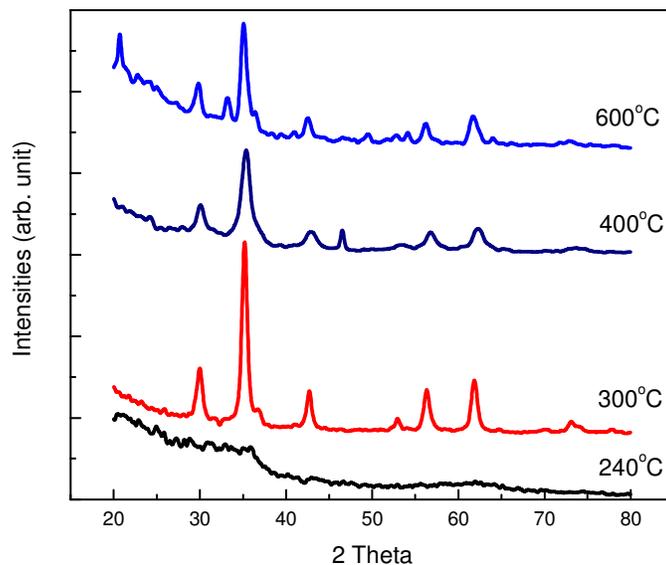
Gambar 4.8. memperlihatkan perbandingan ukuran partikel antara sampel dengan variasi konsentrasi Mn/Fe. Terlihat bahwa ukuran partikel terbesar terdapat pada konsentrasi Mn/Fe = 1/2. Hal ini terjadi mungkin karena seluruh atom yang terdapat pada sintesis dapat dengan mudah bergabung menjadi satu fasa. Pada perbandingan konsentrasi Mn/Fe = 1/1 dan 1/3 terdapat fasa selain Jacobsite, dengan demikian atom-atom pada konsentrasi tersebut terbagi menjadi tiga buah fasa; dengan demikian ukuran partikel tidak sebesar pada sampel dengan konsentrasi Mn/Fe = 1/2.

Penelitian yang dilakukan selanjutnya adalah meneliti struktur partikel nanomagnetik yang disintesis dengan menggunakan bantuan ultrasonik. Kondisi sintesis yang

dilakukan serupa dengan sintesis yang telah dilakukan sebelumnya namun dengan tambahan proses ultrasonik selama 30 menit. Proses ultrasonik dilakukan pada larutan garam awal sehingga warna larutan berubah menjadi kuning tua dan tidak terlihat adanya garam $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ dan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Setelah sampel selesai disintesis dan dikeringkan warna sampel serupa dengan sampel yang disintesis tanpa menggunakan bantuan ultrasonik yaitu coklat kehitaman.

Hasil yang didapat dari karakterisasi struktur dengan XRD untuk sampel dengan perlakuan ultrasonik tidak sama dengan hasil XRD pada sampel tanpa perlakuan ultrasonik dalam hal tidak bisanya dihasilkan partikel nanomagnetik Jacobsite langsung setelah sintesis. Hal ini dapat dilihat pada gambar 4.2.. Pada gambar tersebut terlihat adanya sedikit kristalinitas yang ditandai dengan adanya puncak difraksi yang lebar. Menurut Jriulan Lei et.al. [19] hal ini karena temperatur reaksi yang terlalu rendah, temperatur reaksi yang digunakan adalah 30°C . Pada eksperimen yang Jriulan Lei et. al. lakukan didapatkan partikel nanomagnetik dengan kristalinitas yang baik dengan proses sintesis menggunakan bantuan ultrasonik dan pada temperatur 100°C . Ia menyimpulkan bahwa ultrasonik dapat membantu dalam pembentukan kristal sedangkan temperatur reaksi berpengaruh pada derajat kristalinitas sampel.

Gambar 4.9. menunjukkan pola difraksi sinar X dari sampel dengan perbandingan konsentrasi $\text{Mn/Fe} = 1/2$ yang disintesis dengan bantuan proses ultrasonik. Proses *annealing* menghasilkan partikel nanomagnetik Jacobsite untuk seluruh kondisi variasi. Dengan tidak adanya fasa pengotor lainnya pada sampel partikel nanomagnetik maka dapat disimpulkan bahwa ultrasonik mempercepat proses pemecahan molekul garam $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ dan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ menjadi ion-ion Mn dan Fe seperti yang dikatakan oleh Jriuan Lei et. al. [19].



Gambar 4.9. Pola difraksi sinar X pada sampel dengan variasi konsentrasi Mn/Fe = 1/2 yang disintesis dengan bantuan proses ultrasonik setelah dilakukan proses *annealing* dengan variasi temperatur *annealing*

Pola difraksi sinar X pada gambar 4.9. memperlihatkan bahwa seluruh sampel memiliki puncak difraksi pada sudut yang sama, yang berarti fasa yang dimiliki pada keseluruhan sampel sama; dalam hal ini fasa yang terdapat pada seluruh sampel adalah Jacobsite. Pola difraksi sinar X pada sampel yang dianneal pada temperature 240°C memiliki puncak yang melebar pada kisaran sudut 35°. Seiring dengan bertambahnya temperatur *annealing* maka mulai muncul puncak-puncak difraksi pada beberapa sudut berikut: 35°, 42°, 52°, 56°, 62°, 73° yang masing-masing merupakan representasi dari bidang refleksi: (220), (311), (400), (422), (333), (440). Bertambahnya puncak difraksi merupakan bukti bahwa partikel nanomagnetik bertumbuh seiring proses *annealing* dan tingginya temperature *annealing* berpengaruh pada derajat kristalinitas sampel yang dihasilkan. Tabel 4.5. merangkum hasil analisis Rietveld yang dilakukan pada sampel dengan perbandingan konsentrasi Mn/Fe = 1/2 dari sampel yang disintesis dengan menggunakan bantuan proses ultrasonik dan di-anneal dengan variasi temperatur *annealing*.

Tabel 4.5. Tabel hasil analisis Rietan untuk sampel hasil annealing dengan perbandingan konsentrasi Mn/Fe = 1/2 pada sampel yang disintesis dengan menggunakan bantuan proses ultrasonik.

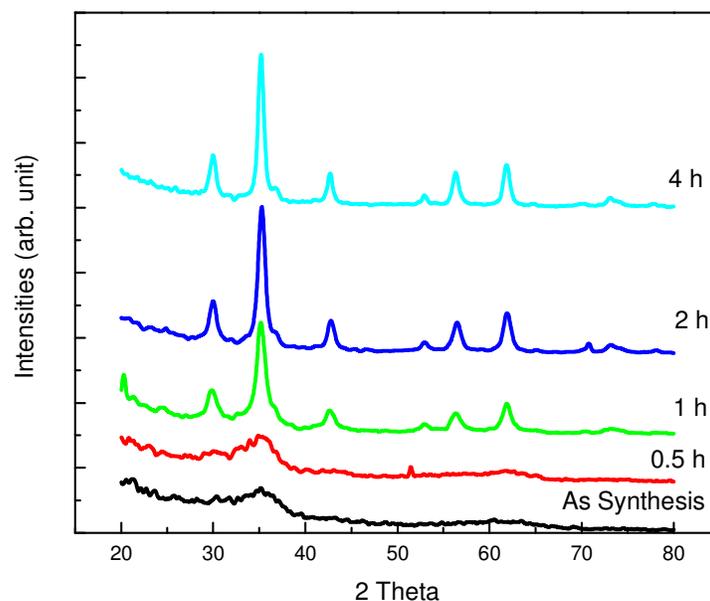
Temperature (°C)	Peak	Fase	Struktur	Konstanta Kisi (Å)	Ukuran Partikel (nm)	Space Group
As Synthesis	(311)	MnFe ₂ O ₄	Kubik spinel	a = 8.39 b = 8.40 c = 8.40	2	F d 3 m
240	(311)	MnFe ₂ O ₄	Kubik spinel	a = 8.38 b = 8.40 c = 8.40	2	F d 3 m
300	(220) (311) (400) (422) (333) (440) (533)	MnFe ₂ O ₄	Kubik spinel	a = 8.49 b = 8.49 c = 8.49	11	F d 3 m
400	(220) (311) (222) (400) (422) (333) (440) (533)	MnFe ₂ O ₄	Kubik spinel	a = 8.40 b = 8.40 c = 8.40	7	F d 3 m
600	(220) (311) (400) (422) (333) (440) (533)	MnFe ₂ O ₄	Kubik spinel	a = 8.43 b = 8.43 c = 8.43	11	F d 3 m

Pola difraksi pada sampel yang telah di-anneal pada temperatur 400°C memiliki puncak tambahan pada sudut 45° yang merefleksikan bidang (222). Puncak ini merupakan puncak dari fasa Jacobsite. Sebelumnya telah dilakukan analisis Rietveld pada pola difraksi sinar X sampel ini dengan memasukkan beberapa fasa tambahan seperti: Magnetite (Fe₃O₄) dan Birnessite (MnO₂) yang juga memiliki puncak difraksi pada sudut ini, akan tetapi hasil analisis Rietveld yang paling baik didapatkan apabila

sampel tersebut hanya memiliki satu fasa, yaitu Jacobsite. Dengan demikian nampaknya pada sampel tersebut hanya terdapat fasa tunggal yaitu Jacobsite, kemudian adanya puncak difraksi tambahan pada sudut 46° hanya merupakan anomali dari proses *annealing*. Untuk mengkonfirmasi ada atau tidaknya fasa Birnessite dalam sampel tersebut perlu dilakukan karakterisasi lain.

Bertambah atau berubahnya fasa seiring dengan perubahan temperatur *annealing* juga pernah diteliti oleh Irene Rusakova et. al. [37]. Pada eksperimen tersebut ia melakukan *annealing* pada partikel MnO pada jangkauan temperatur antara 340°C dan 700°C . Ia mendapatkan bahwa terjadi transformasi fasa dari MnO dan Hausmannite (Mn_3O_4) menjadi Mn_2O_3 seiring dengan kenaikan temperatur *annealing*. Pada temperatur *annealing* 100°C hingga 200°C fasa yang terbentuk didominasi oleh MnO dengan sedikit fasa Hausmannite; dari 200°C hingga 400°C terbentuk fasa MnO dan Hausmannite; jangkauan temperatur 400°C hingga 700°C fasa MnO menghilang dan digantikan oleh Mn_2O_3 ; mulai temperatur 600°C sampel hanya memiliki fasa tunggal Mn_2O_3 . Pada penelitian tersebut terlihat dengan jelas puncak-puncak difraksi sinar X yang bertambah atau berkurang, menandakan bertambah atau berubahnya fasa dari partikel yang ia miliki.

Gambar 4.10. menunjukkan profil difraksi sinar X pada sampel yang di-anneal dengan variasi lamanya waktu *annealing*. Terlihat pada gambar tersebut bahwa seiring dengan bertambahnya waktu intensitas puncak difraksi semakin tinggi dan lebar puncak semakin kecil, dengan demikian dapat disimpulkan bahwa semakin lama proses *annealing* maka derajat kristalinitas sampel menjadi semakin baik. Tabel 4.6. memperlihatkan hasil analisis Rietveld untuk sampel yang dianneal dengan variasi waktu *annealing*. Seluruh sampel memiliki fasa tunggal Jacobsite dengan struktur kristal kubik spinel dan *space group* $fd3m$.



Gambar 4.10. Pola difraksi sinar X pada sampel dengan variasi konsentrasi Mn/Fe = 1/2 yang disintesis dengan bantuan proses ultrasonik setelah dilakukan proses *annealing* dengan variasi waktu *annealing*

Tabel 4.6. Tabel hasil analisis Rietan untuk sampel hasil annealing dengan perbandingan konsentrasi Mn/Fe = 1/2 pada sampel yang disintesis dengan menggunakan bantuan proses ultrasonik.

Waktu (h)	Peak	Fase	Struktur	Konstanta Kisi (Å)	Ukuran Partikel (nm)	Space Group
As Synthesis	(311)	MnFe ₂ O ₄	Kubik spinel	a = 8.39 b = 8.40 c = 8.40	2	F d 3 m
0.5	(311)	MnFe ₂ O ₄	Kubik spinel	a = 8.39 b = 8.40 c = 8.40	2	F d 3 m
1	(220) (311) (400) (422) (333) (440) (533)	MnFe ₂ O ₄	Kubik spinel	a = 8.49 b = 8.49 c = 8.49	8	F d 3 m
2	(220)	MnFe ₂ O ₄	Kubik	a = 8.40	9	F d 3 m

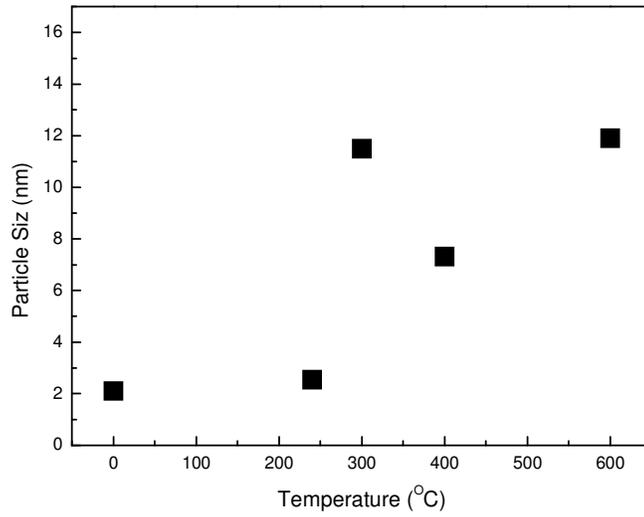
	(311) (400) (422) (333) (440) (533)		spinel	b = 8.40 c = 8.40		
4	(220) (311) (400) (422) (333) (440) (533)	MnFe ₂ O ₄	Kubik spinel	a = 8.43 b = 8.43 c = 8.43	11	F d 3 m

Setelah melalui proses *annealing* tidak ditemukan adanya perbedaan yang berarti dalam hal fasa yang terbentuk antara sampel yang disintesis tanpa dan dengan proses ultrasonik; fasa yang terbentuk hanya Jacobsite. Akan tetapi apakah ada perbedaan antara ukuran partikel dari kedua jenis proses sintesis tersebut? Gambar 4.11. menerangkan profil perubahan ukuran partikel setelah dianneal dengan variasi temperatur dan waktu *annealing*. Pola yang dihasilkan untuk partikel yang disintesis antara sampel yang disintesis tanpa dan dengan bantuan proses ultrasonik serupa. Ukuran partikel dari Jacobsite akan meningkat seiring dengan meningkatnya temperatur dan waktu *annealing*. Ukuran partikel terbesar yang berhasil didapatkan untuk sampel yang disintesis dengan bantuan proses ultrasonik adalah sebesar 11 nm. Ukuran ini didapatkan dari proses *annealing* dengan selama empat jam pada 300°C.

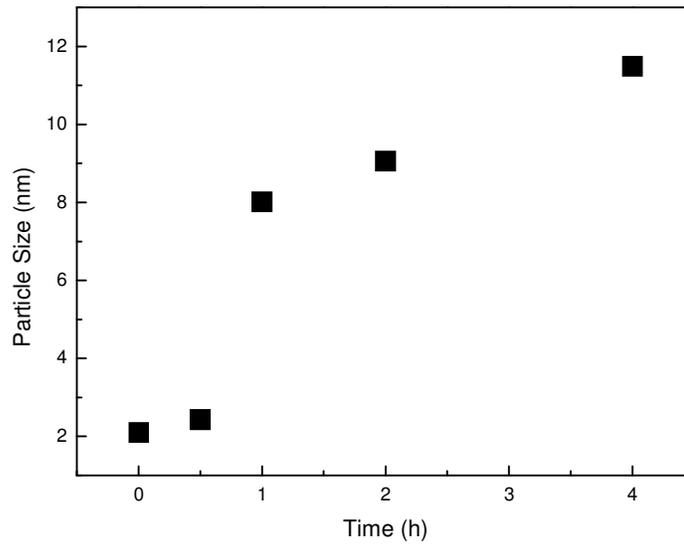
Dari eksperimen yang penulis lakukan didapatkan hal yang sebaliknya bahwa telah terbentuk partikel nanomagnetik Jacobsite setelah disintesis dengan proses sintesis yang menggunakan bantuan proses ultrasonik. Pada penelitian ini terlihat bahwa proses sintesis dengan bantuan ultrasonik lebih cepat menghasilkan partikel nanomagnetik apabila dibandingkan dengan proses sintesis tanpa bantuan ultrasonik. Karena pada eksperimen ini lebih cepat terbentuk fasa Jacobsite setelah disintesis maka terlihat bahwa ukuran partikel yang disintesis dengan bantuan proses ultrasonik lebih besar daripada yang tidak disintesis dengan bantuan ultrasonik.

Gambar 4.11. menunjukkan kecenderungan ukuran partikel terhadap variasi kondisi *annealing*: (a) temperatur *annealing*, (b) waktu *annealing*. Partikel yang di-anneal dengan variasi temperatur *annealing* memiliki kecenderungan kenaikan ukuran partikel seiring dengan kenaikan temperatur; sedangkan pada variasi waktu *annealing* terlihat bahwa terdapat batas waktu *annealing* di mana partikel tidak akan tumbuh apabila dipanaskan lebih lama lagi. Hal serupa juga terjadi pada sampel yang disintesis tanpa menggunakan ultrasonik.

Bertambahnya ukuran partikel dikonfirmasi oleh profil difraksi sinar X dari kedua variasi *annealing* tersebut yang ditunjukkan dari pola difraksi; pertumbuhan kristal yang diwakilkan dengan bertambah tingginya puncak difraksi juga terlihat jelas pada kedua variasi *annealing* tersebut. Partikel Jacobsite tumbuh seiring dengan naiknya temperatur dan lamanya waktu *annealing*; terkecuali pada sampel yang disintesis pada 400^oC selama empat jam. Fenomena ini juga dapat diamati pada sampel yang disintesis tanpa proses ultrasonik pada variasi temperatur *annealing* dan pada temperatur yang sama. Turunnya ukuran partikel ketika temperatur *annealing* dinaikkan pernah pula dilaporkan oleh T. Kim et. al [41] akan tetapi tidak ada penjelasan mengenai mengapa hal seperti terjadi. Pada eksperimen tersebut ia ingin mempelajari hubungan antara karakter magnetisme dan struktur dari partikel nanomagnetik tersebut. Hasil pemeriksaan kurva hysteresis terhadap temperatur *annealing* tidak memperlihatkan adanya hal yang di luar kewajaran. Penyebab fenomena ini masih belum dapat ditentukan.



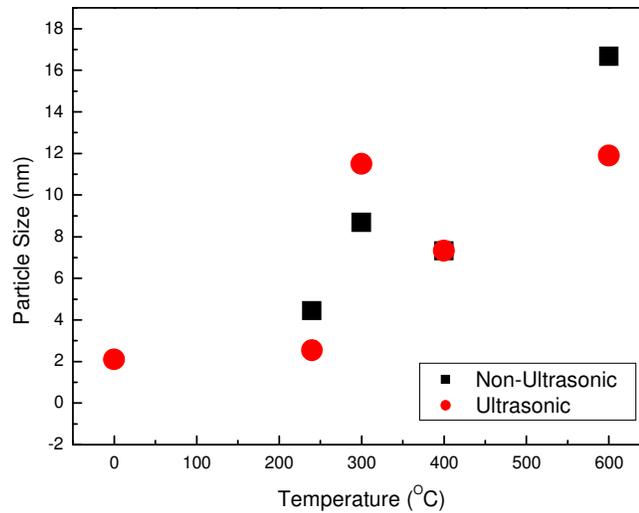
(a)



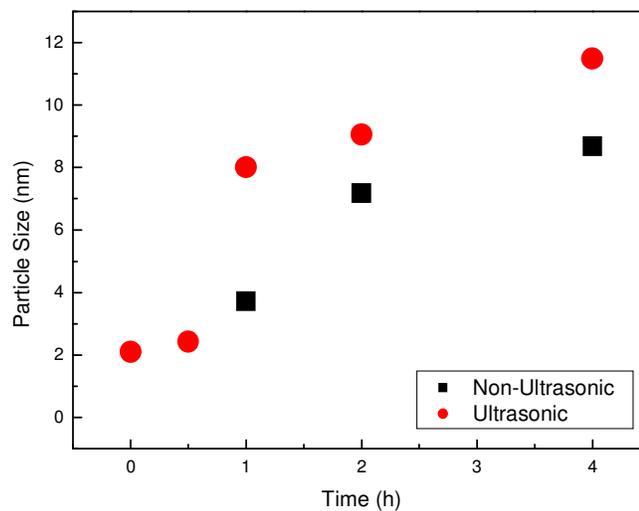
(b)

Gambar 4.11. Profil perubahan ukuran partikel setelah proses *annealing* pada sampel yang disintesis dengan bantuan proses ultrasonik dengan berbagai kondisi variasi: **(a)** variasi temperatur *annealing*, **(b)** variasi waktu *annealing*

Gambar 4.12. memperlihatkan perbandingan antara ukuran partikel sampel yang disintesis (a) dengan dan (b) tanpa proses ultrasonik. Annealing dengan variasi temperatur annealing dan waktu annealing menghasilkan kecenderungan peningkatan ukuran partikel nanomagnetik.



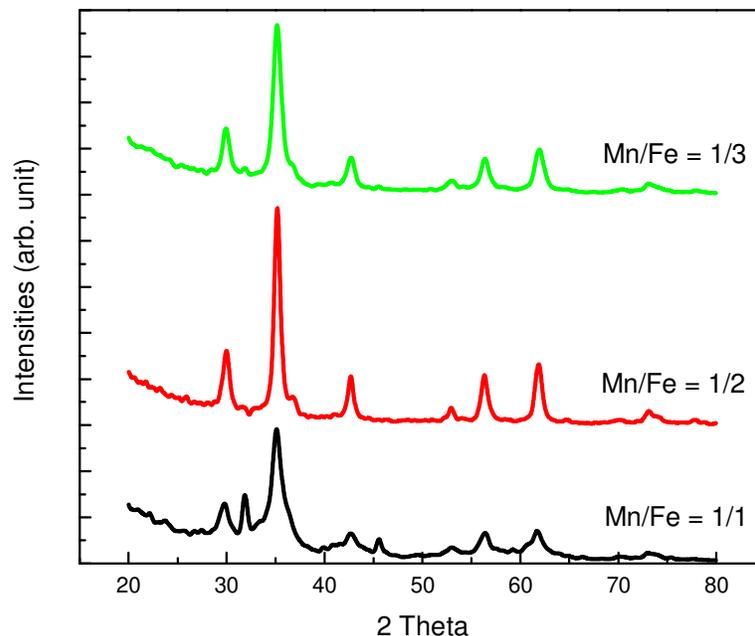
(a)



(b)

Gambar 4.12. Perbandingan ukuran partikel antara sampel yang disintesis tanpa dan dengan proses ultrasonik untuk: (a) variasi temperatur *annealing*; (b) variasi waktu *annealing*

Dapat dilihat dari kedua pola ukuran partikel di atas bahwa penurunan ukuran partikel hanya terjadi pada sampel yang di-anneal dengan variasi temperatur saja; penurunan ukuran partikel terjadi pada temperatur 400°C. Terlihat pada pola variasi waktu *annealing* bahwa ukuran partikel yang disintesis dengan proses ultrasonik lebih besar daripada yang disintesis tanpa proses ultrasonik; sedangkan untuk pola variasi temperatur *annealing* tidak memiliki kecenderungan tertentu.



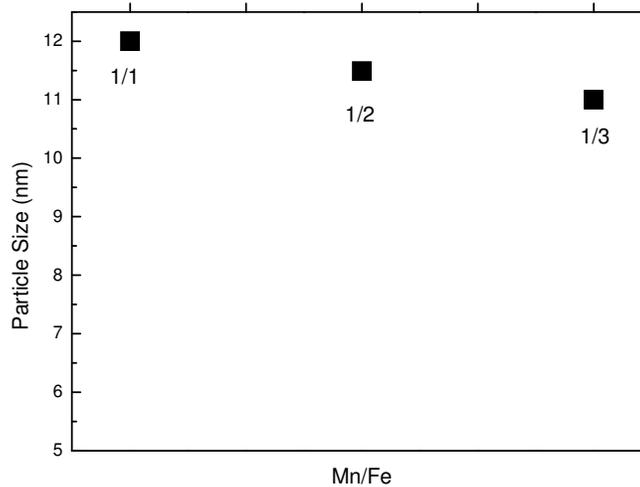
4.13. Perbandingan pola difraksi sinar X untuk sampel yang disintesis dengan berbagai macam perbandingan konsentrasi Mn dan Fe dan telah dianneal pada 300°C selama empat jam.

Gambar 4.13. memperlihatkan pola XRD dari sampel dengan variasi perbandingan konsentrasi yang telah dianneal selama 4 jam pada 300°C. Dari pola XRD pada gambar 4.13. tidak terlihat adanya perbedaan pada puncak-puncak yang muncul sehingga disimpulkan bahwa perbandingan rasio molar Mn(II) dan Fe(III) tidak

memberikan perbedaan dalam hal fasa yang terbentuk. Dari tinggi puncak difraksi disimpulkan bahwa sampel dengan perbandingan molar Mn/Fe = 1/2 memiliki kristalinitas yang paling baik. Hasil analisis Rietveld untuk ketiga sampel tersebut dirangkum dalam tabel 4.7..

Tabel 4.7. Informasi hasil analisis Rietveld pada sampel dengan variasi perbandingan konsentrasi Mn/Fe untuk sampel dengan proses ultrasonik setelah melalui proses annealing

Mn/Fe	Puncak	Fase	Struktur	Konstanta kisi (Å)	Ukuran partikel (nm)	Space Group
1/1	(220) (311) (222) (400) (422) (333) (440) (533)	MnFe ₂ O ₄	Kubik spinel	a = 8.40 b = 8.40 c = 8.40	12	F d 3 m
1/2	(220) (311) (222) (400) (422) (333) (440) (533)	MnFe ₂ O ₄	Kubik spinel	a = 8.40 b = 8.40 c = 8.40	11	F d 3 m
1/3	(220) (311) (222) (400) (422) (333) (440) (533)	MnFe ₂ O ₄	Kubik spinel	a = 8.3769 b = 8.3821 c = 8.3821	11	F d 3 m



Gambar 4.14. Hubungan antara ukuran partikel dan rasio konsentrasi Mn/Fe pada sampel yang disintesis dengan proses ultrasonik

Ukuran partikel dari ketiga sampel tidak terlalu berbeda, partikel Mn/Fe = 1/1 berukuran 12 nm, partikel Mn/Fe = 1/2 berukuran 11.5 nm, dan partikel Mn/Fe = 1/3 berukuran 11 nm. Gambar 4.14. memperlihatkan kecenderungan ukuran partikel terhadap variasi konsentrasi Mn/Fe pada sampel yang diproses dengan ultrasonik. Variasi konsentrasi Mn/Fe untuk sampel yang disintesis dengan ultrasonik tidak memiliki pengaruh yang besar terhadap ukuran partikel. Telah banyak tulisan yang mempelajari hubungan antara fasa, ukuran partikel, dan konsentrasi ion-ion pembentuknya. S. K. Mandal et. al. [42] berusaha untuk menyintesis partikel ZnO yang didoping dengan berbagai macam ion metal (Mn, Fe, Ni, dan Co). Setelah divariasikan konsentrasi ion doping tidak terdapat perbedaan yang signifikan dalam hal fasa yang terbentuk. Fasa yang terbentuk tetap memiliki struktur kristal dan pola difraksi sinar X yang sama dengan yang dimiliki oleh ZnO. Dapat disimpulkan bahwa ion-ion metal melakukan substitusi pada ion Zn. Hasil serupa juga didapatkan oleh Weihua Wang et. al. [35]. Ukuran partikel berubah seiring dengan perubahan konsentrasi ion metal pembentuknya. Untuk eksperimen yang dilakukan pada tulisan ini ukuran partikel berkisar antara 11 nm dan 12 nm untuk ketiga variasi ion metal

pembentuk Jacobsite. Hal ini berbeda dengan penelitian yang dilakukan oleh Hao Zeng et. al. [43]; ia memvariasikan konsentrasi $\text{Mn}(\text{acac})_2$ dan $\text{Fe}(\text{acac})_3$ dan menghasilkan partikel nanomagnetik dengan ukuran dan bentuk yang berbeda.

Kenapa terdapat perbedaan pada sampel yang disintesis tanpa dan dengan proses ultrasonik dalam hal ukuran partikel? Hal ini mungkin karena proses ultrasonik mempercepat terurainya bahan-bahan yang digunakan menjadi ion-ion yang diperlukan untuk pembentukan partikel nanomagnetik yang diinginkan [19, 20, 28].