

KARAKTERISTIK FASA KRISTAL NANOPARTIKEL $Zn_{0,70}Mn_{0,30}O$ HASIL SINTESIS DENGAN METODE KOPRESIPITASI

Heru Harsono ¹⁾, Zahratul Jannah AR ²⁾

¹⁾Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya
Jl. Veteran Malang 65145

²⁾Jurusan Teknik Mesin, Politeknik Negeri Malang Jl. Soekarno-Hatta No.9 Malang 65141
Email : heru_har@ub.ac.id

Abstrak. Nanopartikel $Zn_{0,70}Mn_{0,30}O$ telah berhasil disintesis menggunakan metode kopresipitasi pada suhu rendah menggunakan serbuk zinc acetate dihydrate, serbuk manganese (II) acetate tetrahydrate, larutan HCl 37%, dan larutan NH_4OH 25% sebagai bahan-bahan awal. X-ray Diffraction (XRD) telah digunakan untuk melakukan karakterisasi nanopartikel $Zn_{0,70}Mn_{0,30}O$. Hasil analisis XRD menunjukkan bahwa nanopartikel $Zn_{0,70}Mn_{0,30}O$ mengkristal dengan fasa kristal $Zn_{0,70}Mn_{0,30}O$ dengan fraksi berat sebesar $(58,80 \pm 2,45)\%$, $ZnMn_2O_4$ $(15,76 \pm 0,90)\%$ dan hydrozincite $(25,45 \pm 2,10)$.

Kata kunci: nanopartikel, $Zn_{0,70}Mn_{0,30}O$, fasa kristal, kopresipitasi

1. Pendahuluan

Nanopartikel merupakan suatu partikel dengan ukuran nanometer, yaitu sekitar 1-100 nm. Nanopartikel tersebut memiliki sifat fisik, kimia, mekanik, magnetik dan optik yang unik yang tidak dimiliki oleh material lainya [1]. Nanopartikel magnetik menunjukkan berbagai fenomena magnetik yang unik yang berbeda dari *bulk*-nya, sehingga dengan sifat tersebut dapat menguntungkan untuk berbagai aplikasi [2] seperti bio-aplikasi, katalis, fluida magnetik, *magnetic resonance imaging*, dan media penyimpan data [3].

Sintesis nanopartikel ZnO doping ion-ion logam transisi telah banyak dilakukan oleh peneliti dengan berbagai metode, diantaranya, hidrotermal, dekomposisi termal, *sol-gel*, mikro emulsi, kopresipitasi, dan sonokimia [4]. Diantara metode tersebut, metode kopresipitasi merupakan metode yang cukup efektif dan dapat bekerja pada suhu rendah. Selain itu, karena dapat mengontrol ukuran partikel, metode kopresipitasi dapat digunakan untuk mengevaluasi ketergantungan sifat magnetik terhadap ukuran partikel [5].

Dalam penelitian ini, metode kopresipitasi digunakan untuk mensintesis nanopartikel $Zn_{0,70}Mn_{0,30}O$ dan melakukan kajian terhadap fasa kristalnya. Dengan demikian diharapkan dari hasil penelitian ini diperoleh informasi tentang fasa kristal yang terjadi pada nanopartikel $Zn_{0,70}Mn_{0,30}O$.

2. Metodologi Penelitian

Nanopartikel $Zn_{0,70}Mn_{0,30}O$ dipreparasi dengan metode kopresipitasi. Serbuk $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ dicampur dengan serbuk $Mn(CH_3COO)_2 \cdot 4H_2O$ dan dilarutkan dalam larutan HCl. Larutan NH_4OH kemudian diteteskan untuk mendapatkan pH larutan 9. Larutan tersebut diaduk dengan pengaduk magnetik pada suhu 85 °C selama 6 jam. Endapan larutan dicuci dan dikeringkan pada suhu 100 °C selama 3 jam, kemudian dilakukan kalsinasi pada suhu 350 °C selama 3 jam.

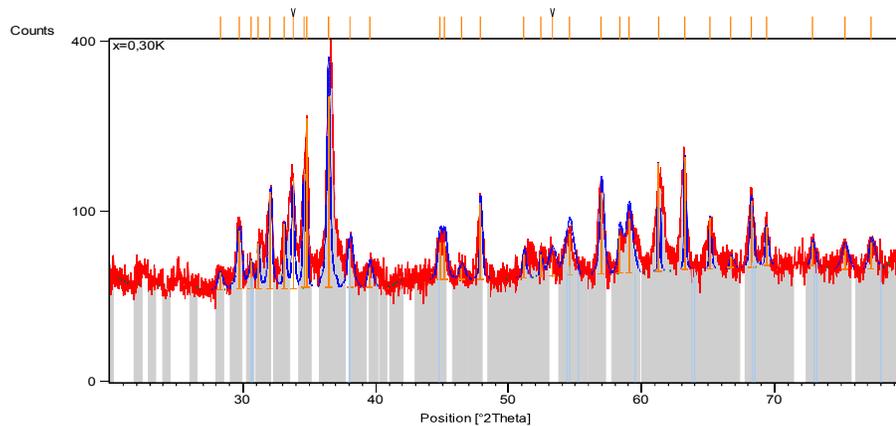
Nanopartikel $Zn_{0,70}Mn_{0,30}O$ yang dihasilkan dikarakterisasi dengan menggunakan X-ray Diffractometer (XRD) Phillips X'pert Powder diffractometer dengan radiasi CuK_{α} ($\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$). Analisis identifikasi fasa dilakukan dengan program High Score Plus dan analisis pola difraksi keseluruhan dengan metode penghalusan Rietveld menggunakan program Rietica untuk memperoleh informasi yang lebih detil terkait fasa kristal dari partikel nano $Zn_{0,70}Mn_{0,30}O$.

3. Hasil dan Pembahasan

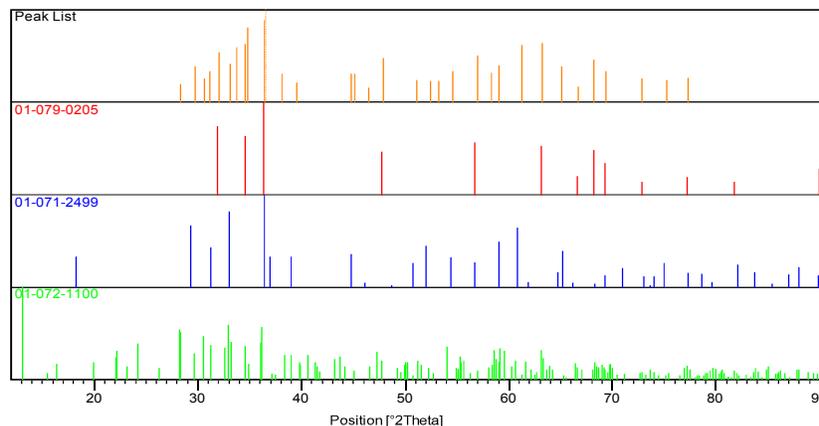
Nanopartikel $Zn_{0,70}Mn_{0,30}O$ yang telah berhasil disintesis dengan metode Kopresipitasi, dilakukan karakterisasi dengan menggunakan X-ray Diffractometer (XRD). Proses selanjutnya adalah identifikasi fasa kristal yang terbentuk dengan cara *search and match* (mencocokkan) pola difraksi

yang terukur dengan data base fasa-fasa terkompilasi. Fasa yang cocok dicari *International Crystal Structure Data* (ICSD), dari data kristalografi ICSD direkonstruksi pola difraksinya dengan menggunakan program analisis Rietveld sehingga diperoleh pola difraksi terhitung ini digunakan untuk proses *refinement* (penghalusan) pola difraksi hasil pengamatan. Selanjutnya adalah proses *refinement* data XRD hasil pengamatan dengan melakukan iterasi parameter-parameter struktur. Proses ini hanya dianggap akurat jika diperoleh parameter-parameter kecocokan, seperti $GoF < 4\%$ dan nilai $R_p < 20\%$, $R_{wp} < 20\%$, $R_{exp} < 20\%$, semakin kecil semakin baik. Dari proses *refinement* ini diperoleh parameter fasa kristal baru dari data pengamatan. Pola *X-ray diffraction* (XRD) dari nanopartikel $Zn_{0,70}Mn_{0,30}O$ yang disintesis menggunakan metode kopresipitasi ditunjukkan pada Gambar 1.

Untuk mengetahui prosentase fasa *zinc oxide*, $ZnMn_2O_4$ dan *hydrozincite* yang terdapat dalam nanopartikel $Zn_{0,70}Mn_{0,30}O$, dilakukan perhitungan harga fraksi berat. Fraksi berat *zinc oxide* dan fasa impuritas diperoleh dari hasil *refinement* menggunakan program Rietica. Proses *refinement* dilakukan pada *background*, *sample displacement*, faktor skala, parameter pelebaran puncak dan ukuran kristal. Hasil perhitungan kristalografi dan fraksi berat diperlihatkan pada Tabel 1 dan Tabel 2.



Gambar 1. Profil Pola XRD Nanopartikel $Zn_{0,70}Mn_{0,30}O$



Gambar 2. Profil Identifikasi Fasa Kristal Nanopartikel $Zn_{0,70}Mn_{0,30}O$

Berdasarkan Gambar 2, kehadiran fasa impuritas $ZnMn_2O_4$ ini berkaitan dengan adanya keadaan valensi dari Mn^{3+} , hasil investigasi *pseudoternary* $ZnO-MnO-Mn_2O_3$ [6]. Meskipun intensitas puncak dari impuritas lebih rendah dibandingkan dengan puncak difraksi utama (ZnO), adanya fasa $ZnMn_2O_4$ ketika konsentrasi doping Mn semakin bertambah akan menyebabkan penurunan penempatan ion Mn^{2+} pada posisi Zn^{2+} . Sehingga kehadiran puncak-puncak difraksi tambahan dipengaruhi oleh kenaikan konsentrasi doping Mn.

Tabel 1. Kristalografi Nanopartikel $Zn_{0,70}Mn_{0,30}O$

A (Å)	Δa (Å)	c (Å)	Δc (Å)	V (Å ³)	ΔV (Å ³)	XRD Density	Grain Size (nm)	Δ Grain Size (nm)	APF
3,2498	0,0006	5,2059	0,0010	47,6152	0,0146	5,46	40,48	1,22	0,75516

Tabel 2. Fraksi berat Nanopartikel $Zn_{0,70}Mn_{0,30}O$

Komposisi Fasa Kristal		
$Zn_{0,70}Mn_{0,30}O$ (%)	$ZnMn_2O_4$ (%)	<i>Hydrozincite</i> (%)
$58,80 \pm 2,45$	$15,76 \pm 0,90$	$25,45 \pm 2,10$

Berdasarkan Tabel 2, pada nanopartikel $Zn_{0,70}Mn_{0,30}O$ masih terdapat fasa impuritas $ZnMn_2O_4$ dan hydrozincite. Kehadiran fasa impuritas pada pola difraksi berkaitan dengan solubilitas atom Mn. Ketika konsentrasi Mn sebagai dopan semakin meningkat, namun posisinya sudah tidak dapat lagi menggantikan posisi Zn pada bidang kristalografi, maka dimungkinkan atom-atom Mn membentuk formasi tersendiri yang terdeteksi sebagai impuritas.

3. Simpulan

Hasil analisis XRD nanopartikel $Zn_{0,70}Mn_{0,30}O$ menunjukkan bahwa fasa kristal yang terbentuk adalah fasa kristal $Zn_{0,70}Mn_{0,30}O$ dengan fraksi berat sebesar sebesar ($58,80 \pm 2,45$)%, fasa $ZnMn_2O_4$ dengan fraksi berat sebesar ($15,76 \pm 0,90$)% dan fasa *hydrozincite* dengan fraksi berat sebesar ($25,45 \pm 2,10$)%.

Daftar Pustaka

- [1]. Abdullah, M., 2009. *Pengantar nanosains*, ITB: Bandung
- [2]. Jun, Y. W., Seo, J. W. dan Cheon, 2008, *Nanoscaling Law of Magnetic Nanoparticles And Their Applicabilities In Biomedical Science*, Acc. Chem. Res 41(2): 179-189
- [3]. Lu, A.H., Salabas, E. L., dan Schuth, F., 2007, Magnetic Nanoparticles: synthesis, protection, functionalization, and application, *Angewandte Chemistry of Sciences*, vol. 46, pp. 1222-1244
- [4]. P. Tartaj, M. P. Morales, S. Veintemillas-Verdaguer, T. Gonzalez-Carreno, and C. Serna, The preparation of magnetic nanoparticles for applications in biomedicine, *J. Phys. D: Appl. Phys*, Vol. 36, 2003, pp.183-197
- [5]. Y. Qu, H. Yang, N. Yang, Y. Fan, H. Zhu, and G. Zou, The effect of reaction temperature on the particle size, structure and magnetic properties of coprecipitated $CoFe_2O_4$ nanoparticles," *Materials Letters*, Vol. 60, No. 29-30, 2006, pp. 3548–3552
- [6]. L.B. Duan, G.H.Rao, J.Yu, Y.C.Wang, W.G.Chu and L.N.Zhang, Structural and magnetic properties of $Zn_{1-x}Mn_xO$ ($0 \leq x \leq 0,40$) nanoparticles. *Journal of Applied Physics*, 102, 2007, 103907.