

## IDENTIFIKASI FASA DAN INFORMASI KRISTAL NANOPARTIKEL OKSIDA SPINEL $\text{CuCr}_2\text{O}_4$ MEMANFAATKAN ANALISIS XRD BERBASIS METODE *RIETVELD REFINEMENT*

JUAN DE BEBETHO<sup>1</sup>, AGUNG IMADUDDIN<sup>2</sup>, DICKY REZKY MUNAZAT<sup>1</sup>, BUDHY KURNIAWAN<sup>1\*</sup>

<sup>1</sup>Departemen Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia  
Kampus UI Depok, Kota Depok, 16424, Provinsi Jawa Barat, Indonesia

<sup>2</sup>Pusat Riset Material Maju, Organisasi Riset Nanoteknologi dan Material, Badan Riset dan Inovasi Nasional  
Gedung 440-442, Kawasan Puspiptek, Serpong, Kabupaten Tangerang, 15314, Provinsi Banten, Indonesia

\*Corresponding author  
Email: [budhy.kurniawan@sci.ui.ac.id](mailto:budhy.kurniawan@sci.ui.ac.id)

Diserahkan : 02/10/2023  
Diterima : 02/10/2023  
Dipublikasikan : 02/02/2024

**Abstrak.** Nanopartikel spinel oksida  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$  memiliki sejumlah sifat fisika dan kimia yang telah diaplikasikan dalam beragam sektor teknologi. Proses produksi dari material  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$  yang memanfaatkan reaksi termal yang umumnya lebih rendah dibandingkan tingkat ketahanan termal dari material  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$  yakni di suhu  $1.000^\circ\text{C}$ . Penelitian ini berusaha untuk menguji pengaruh suhu sintering yang berada di  $1.000^\circ\text{C}$  sebagai rentang suhu uji terhadap kontributor struktur di skala kristal. Metode sintesis dalam memproduksi material yakni sol-gel serta karakterisasi untuk mengungkap informasi kristal yakni difraksi sinar X (XRD) dengan metode analisa *Rietveld Refinement*. Diketahui bahwa eksistensi ganda dari dua struktur kristal  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$  muncul, dengan dominasi berasal dari struktur  $\beta_2\text{-CuCr}_2\text{O}_4$ . Impuritas yang berasal dari komponen lain yakni  $\text{CuCrO}_2$  juga dapat dideteksi dengan fraksi volume yang tidak dominan dibandingkan komponen utama pada  $\beta_2\text{-CuCr}_2\text{O}_4$ .

**Kata kunci:** Oksida Spinel,  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$ , Difraksi Sinar X, *Rietveld Refinement*

**Abstract.**  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$  nanoparticle exhibits a variety of physical and chemical properties that have found applications across various technological sectors. The production process of  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$  materials, utilizing a common thermal reaction, typically operates at temperatures lower than the material's thermal resistance level, which stands at  $1,000^\circ\text{C}$ . This research aims to investigate the impact of sintering temperature, specifically at  $1,000^\circ\text{C}$ , as a testing temperature range on the structural contributors at a crystal scale. The synthesis method employed for material production is the sol-gel process, and crystal information is unveiled through X-ray diffraction (XRD) characterization with *Rietveld Refinement* analysis. It is noted that a dual existence of two  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$  crystal structures arises, with the predominant one being the  $\beta_2\text{-CuCr}_2\text{O}_4$  structure. Impurities originating from other components, such as  $\text{CuCrO}_2$ , can also be detected, with a non-dominant volume fraction in comparison to the primary component in  $\beta_2\text{-CuCr}_2\text{O}_4$ .

**Keywords:** Spinel Oxide,  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$ , X-Ray Diffraction, *Rietveld Refinement*

## 1. Pendahuluan

Nanokristal merupakan nanopartikel bergeometri tiga dimensi dengan beragam sifat fisika maupun sifat kimia istimewa yang memiliki sejumlah aplikasi dalam perkembangan bidang teknologi [1]. Nanokristal yang disesuaikan dengan jenis material yang dipilih dibuktikan memiliki aplikasi langsung di bidang biomedik, lingkungan, perminyakan, pengolahan limbah air, sampai penyimpanan energi berkelanjutan [2, 3, 4, 5, 6]. Tipe material yang memiliki keunggulan tersebut yakni komponen oksida spinel dengan rumus  $AB_2O_4$ , dengan A merupakan ion divalen dan B merupakan ion trivalen [7]. Spinel oksida berbasis krom yakni  $CuCr_2O_4$  merupakan salah satu contoh material bertipe spinel karena keunggulannya seperti tidak bersifat toksik dan ekonomis dalam proses pembuatannya menarik perhatian agar dapat diaplikasikan lebih luas [8].

Diketahui bahwa unsur penyusun  $CuCr_2O_4$  yakni  $CuO$  dan  $Cr_2O_3$  merupakan senyawa berbasis metal oksida juga memiliki sejumlah sifat fisika dan kimia unggul.  $CuO$  telah dikenal luas sebagai komponen utama yang memainkan peranan penting dalam pembentukan material kuprat yang bersifat sebagai superkonduktor bersuhu kritis tinggi [9]. Sedangkan  $Cr_2O_3$  memiliki aplikasi sebagai senyawa penyusun utama pada penampil kristal cair (LCD) dikarenakan daya tahannya terhadap perkenaan suhu lingkungan yang sangat tinggi diatas suhu  $1.000^{\circ}C$  [10]. Untuk  $CuCr_2O_4$  sebagai komponen tunggal terkenal dalam bidang ilmu material dikarenakan memiliki aplikasi dalam memproduksi hidrogen ( $H_2$ ) melalui metode fotokatalisis [11].

Proses produksi melalui beragam metode sintesis seperti *sol-gel*, *self combustion*, *hydrothermal*, beserta reaksi padatan telah dimanfaatkan untuk membentuk kondisi fasa tunggal dari material  $CuCr_2O_4$  [8,12,13,14]. Pemilihan proses sintesis dari  $CuCr_2O_4$  menjadi penting untuk diperhatikan agar dapat membentuk nanopartikel yang diharapkan. Salah satu tahapan yakni pemanfaatan basis prekursor menunjukkan bahwa pemanfaatan prekursor berbasis nitrat menghasilkan ukuran kristalit maupun partikel di skala nano melalui beragam metode sintesis, diantaranya yakni *microwave method* maupun *facile synthesis* [7,15]. Metode sintesis juga menyertakan keterlibatan faktor termal menunjukkan bahwa suhu termal pembentukan dari material  $CuCr_2O_4$  berada di rentang suhu  $600^{\circ}C$  [7,14,15]. Riset ini ingin menunjukkan bahwa rute berbasis metode sintesis sol-gel dapat membentuk  $CuCr_2O_4$  ketika perkenaan suhu termal produksi di suhu  $1.000^{\circ}C$  demi membuktikan ketahanan material  $CuCr_2O_4$  berada direntang suhu tersebut. Investigasi terhadap material  $CuCr_2O_4$  dilakukan dengan melakukan penentuan fasa beserta informasi umum kristal melalui analisis data difraksi sinar X (XRD).

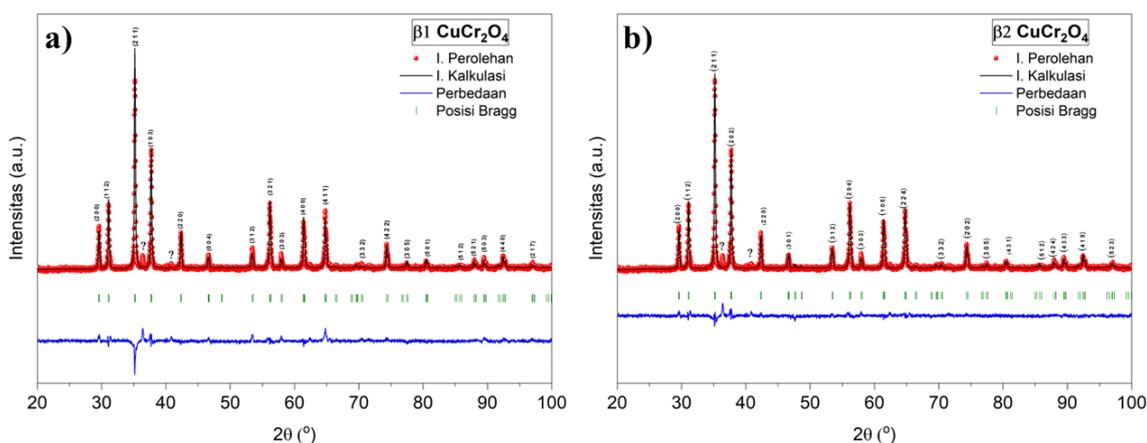
## 2. Metode Penelitian

Material spinel  $CuCr_2O_4$  disintesis menggunakan metode sol-gel. Senyawa prekursor yang dimanfaatkan yakni  $Cu(NO_3)_2$  (99,5%) dan  $CrO_3$  (99,0%), ditimbang berdasarkan perhitungan stoikiometrinya.  $C_6H_8O_7$  (99,0%) ditimbang dengan rasio massa senyawa prekursor terhadap asam sitrat sebesar 1:1.2, dimanfaatkan sebagai kompleks ion logam pada proses sintesis [16]. Senyawa  $Cu(NO_3)_2$  dan  $C_6H_8O_7$  dicampurkan dengan air akuades sampai larut merata. Untuk senyawa  $CrO_3$  perlu dicampurkan dengan larutan  $HNO_3$  untuk memperoleh prekursor sintesis dalam basis nitrat pada senyawa  $Cr(NO_3)_3$ . Seluruh prekursor dalam wujud larutan diaduk menggunakan batang magnetik sambil dipanaskan menggunakan *magnetic hot plate* sampai suhu larutan mencapai  $70^{\circ}C$ . Larutan prekursor kemudian diberi larutan amonia untuk memperoleh pH larutan prekursor sebesar 7. Larutan dipanaskan dan dibiarkan menguap sampai diperoleh prekursor dalam bentuk gel. Gel perolehan dipanaskan dalam oven pada suhu  $190^{\circ}C$

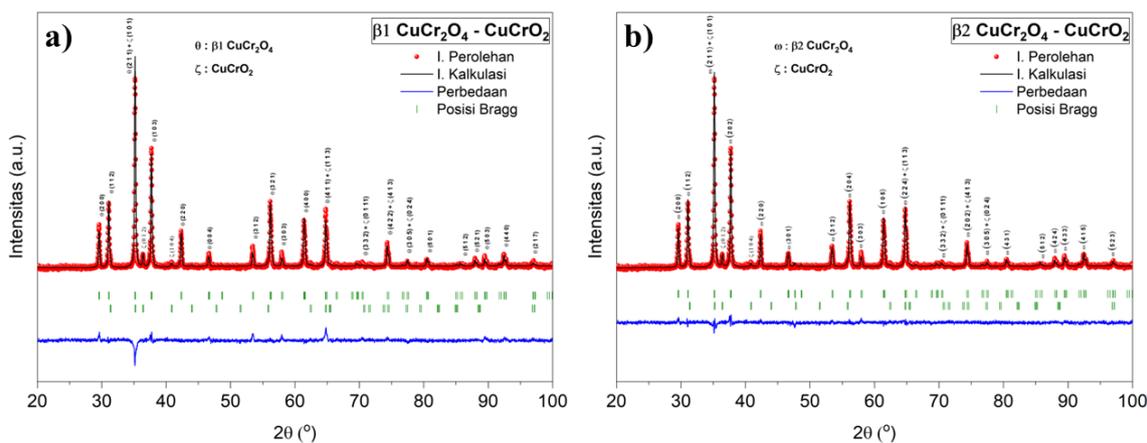
selama 2 jam untuk menghilangkan kandungan air pada gel. Kalsinasi dilakukan pada gel kering pada suhu 400°C selama 6 jam untuk menghilangkan material organik residu. Bubuk kalsinasi kemudian dicetak dalam bentuk pelet dengan pemberian tekanan aksial sebesar 10 ton dan disintering pada suhu 1.000°C selama 12 jam. Karakterisasi terhadap struktur memanfaatkan difraksi sinar X (XRD) menggunakan alat X'pert PANalytical *diffractometer* dengan radiasi CuK $\alpha$  ( $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$ ). Pola difraksi sinar X direkam dengan rentang sudut  $2\theta$  dari 20° sampai 100° serta ukuran kenaikan sebesar 0,02° per 15 detik.

### 3. Hasil dan Pembahasan

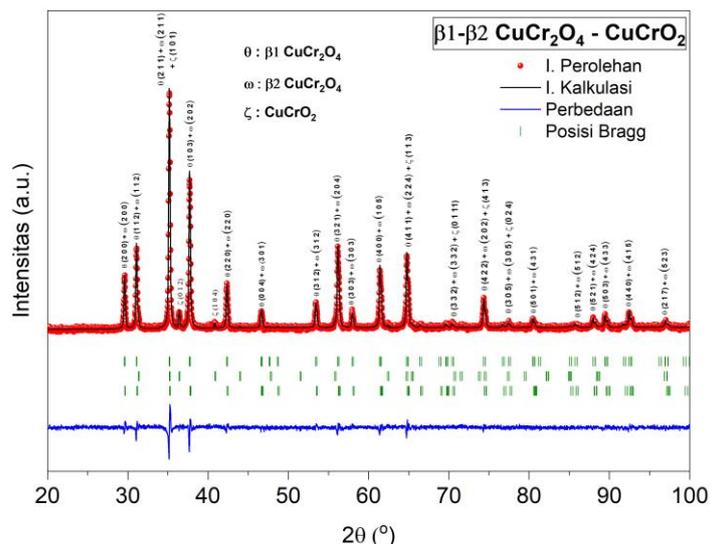
Pola XRD yang dihasilkan oleh sampel material diuji di suhu ruang sebagaimana yang ditunjukkan pada Gambar 1 sampai 3. Pengolahan data dari pola XRD perolehan memanfaatkan perangkat lunak *Fullprof* dengan basis metode analisis *Rietveld Refinement*. Sebagaimana yang ditunjukkan pada Gambar 1 sampai 3, terdapat lima analisa XRD yang dilakukan pada sampel material dengan memanfaatkan variasi acuan informasi kristal material CuCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> yang diperoleh dari situs web *Crystallography Open Database*. Terdapat dua jenis fasa berbeda yang dimiliki oleh material CuCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> yang didasarkan atas perbedaan kelompok ruang yang dimiliki, yakni  $\beta$ 1- CuCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> dengan kelompok ruang I 41/a m d dan  $\beta$ 2- CuCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> dengan kelompok ruang I -4 2 d [17].



**Gambar 1.** Analisis *Rietveld Refinement* untuk Grafik XRD dengan Basis Informasi Kristal  $\beta$ 1-CuCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> dan  $\beta$ 2-CuCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub>



**Gambar 2** Analisis *Rietveld Refinement* untuk Grafik XRD dengan Basis Informasi Kristal  $\beta$ 1-CuCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> dan  $\beta$ 2-CuCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> dengan Pengaruh Impuritas oleh CuCrO<sub>2</sub>



**Gambar 3.** Analisis *Rietveld Refinement* untuk grafik XRD dengan Gabungan Basis Informasi Kristal dari  $\beta$ 1- $\text{CuCr}_2\text{O}_4$ ,  $\beta$ 2- $\text{CuCr}_2\text{O}_4$ , dan Impuritas  $\text{CuCrO}_2$

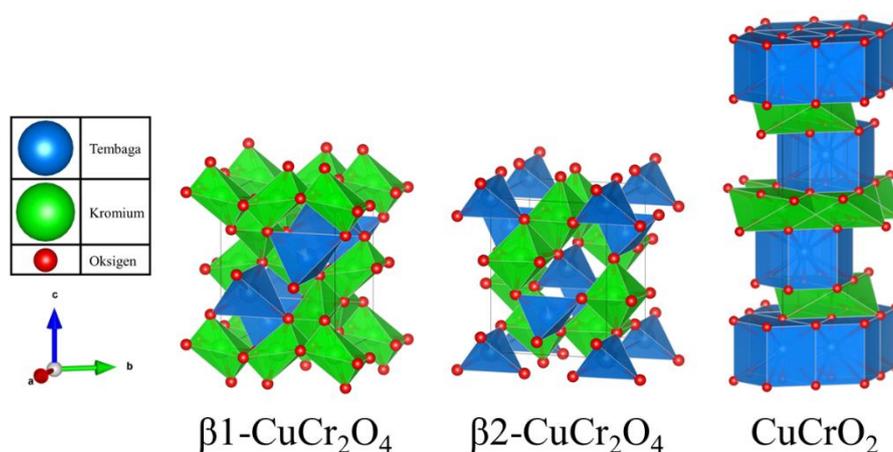
Dua analisis pertama yang dilakukan yakni mengidentifikasi kecenderungan pola XRD yang diperoleh terhadap kedua basis informasi kristal yang dimiliki oleh  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$ . Gambar 1a dan 1b menunjukkan kesesuaian pola XRD terhadap acuan dengan fraksi volume yang ditunjukkan pada Tabel 1 bernilai 100%. Akan tetapi, diketahui bahwa puncak pada sudut  $36,32^\circ$  dan  $40,85^\circ$  tidak dapat dilakukan pengolahan *Rietveld Refinement*. Hal ini menunjukkan bahwa terdapat impuritas yang timbul sebagai akibat dari perlakuan panas dengan suhu sintering sebesar  $1.000^\circ\text{C}$ , sehingga memunculkan fasa baru dalam fraksi volume yang lebih kecil dibandingkan dengan fasa utama acuan. Komponen material yang berperan sebagai impuritas pada sampel material berasal dari  $\text{CuCrO}_2$ . Hal ini diajukan sebagai pemilik impuritas dikarenakan eksistensi dari impuritas harus berasal dari komponen dengan basis material Cu-Cr-O serta mulai menunjukkan pertumbuhan fasa dengan perkenaan suhu di atas suhu sintering  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$  yakni  $600^\circ\text{C}$ .  $\text{CuCrO}_2$  merupakan komponen berbasis Cu-Cr-O dengan basis kristal heksagonal dan suhu sintering pembentukan fasa tunggal adalah  $1.300^\circ\text{C}$  [18]. Sehingga dua analisis berikutnya memanfaatkan informasi kristal  $\text{CuCrO}_2$  sebagai fasa impuritas untuk kedua basis  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$  sebagai fasa utama sebagaimana yang ditunjukkan pada Gambar 2.

Mengacu pada Tabel 1, fraksi volume yang dimiliki oleh  $\text{CuCrO}_2$  untuk kedua analisis secara berurut sebesar 3,13% dan 3,04% menunjukkan bahwa hanya sebagian kecil dari impuritas  $\text{CuCrO}_2$  yang eksis pada sampel material serta tidak mempengaruhi struktur kristal dari fasa utama dengan tidak adanya pergeseran parameter kisi sebelum dan sesudah fasa impuritas diolah menggunakan metode *Rietveld Refinement*. Akan tetapi, tidak dapat dibenarkan bahwa terdapat dua fasa utama yang dimiliki oleh sampel material secara bersamaan. Oleh karena itu, dilakukan satu analisis terakhir dengan menjadikan  $\beta$ 1- $\text{CuCr}_2\text{O}_4$  sebagai fasa impuritas. Basis tindakan ini dilakukan atas faktor diskrepansi yang ditunjukkan oleh analisa pertama dan ketiga dengan informasi kristal  $\beta$ 1- $\text{CuCr}_2\text{O}_4$  selalu memiliki nilai  $\sigma^2$  lebih besar dibandingkan analisa kedua dan keempat dengan informasi kristal  $\beta$ 2- $\text{CuCr}_2\text{O}_4$ . Selain itu, hal ini dilakukan untuk mengungkap bahwa fasa  $\beta$ 2- $\text{CuCr}_2\text{O}_4$  merupakan fasa utama dari sampel material dengan tetap menunjukkan eksistensi dari fasa  $\beta$ 1- $\text{CuCr}_2\text{O}_4$  sebagai fasa sekunder serta fasa  $\text{CuCrO}_2$  merupakan fasa impuritas.

**Tabel 1.** Parameter Kisi, Faktor Diskrepansi, dan Fraksi Volume terhadap Pengolahan Data XRD untuk Tiap Tinjauan

Basis Kristal	Parameter Kisi				Faktor Diskrepansi			Fraksi Volume (%)
	a (Å)	b (Å)	c (Å)	V (Å <sup>3</sup> )	$\sigma^2$	Rp	Rwp	
<b>1a)</b>								
$\beta 1$ -CuCr <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	6,0362	6,0362	7,7875	283,744	3,46	40,2	20,4	100
<b>1b)</b>								
$\beta 2$ -CuCr <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	6,0359	6,0359	7,7876	283,718	2,23	31,4	16,3	100
<b>2a)</b>								
$\beta 1$ -CuCr <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	6,0362	6,0362	7,7875	283,744	2,79	35,1	18,2	96,87
CuCrO <sub>2</sub>	2,9753	2,9753	17,1214	131,262				
<b>2b)</b>								
$\beta 2$ -CuCr <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	6,0359	6,0359	7,7876	283,718	1,68	28,2	14,1	96,96
CuCrO <sub>2</sub>	2,9755	2,9755	17,1217	131,271				
<b>3a)</b>								
$\beta 1$ -CuCr <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	6,0279	6,0279	7,7699	282,326	2,44	31,1	16,9	10
$\beta 2$ -CuCr <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	6,0359	6,0359	7,7876	283,718				87,27
CuCrO <sub>2</sub>	2,9755	2,9755	17,1217	131,271				2,73

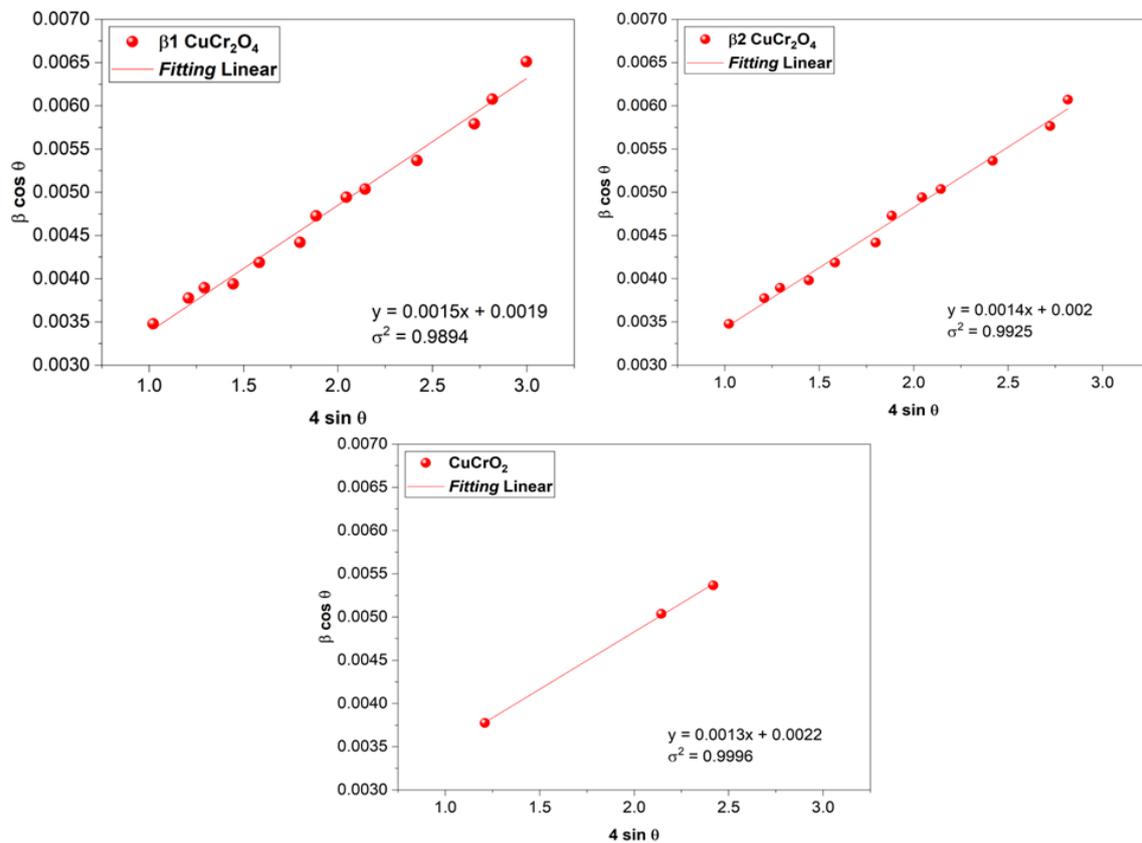
Analisa kelima sebagaimana yang ditunjukkan pada Gambar 3 menunjukkan kesesuaian antara pernyataan yang diberikan sebelumnya dengan fraksi volume dari  $\beta 2$ -CuCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> sebesar 87,27% sebagai fasa utama, 10% untuk  $\beta 1$ -CuCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> sebagai fasa sekunder serta 2,73% untuk CuCrO<sub>2</sub> sebagai fasa impuritas. Hal ini menunjukkan bahwa tidak ada persaingan antara kedua fasa yang dimiliki oleh CuCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> serta diduga bahwa sifat fisika yang dominan akan dimiliki oleh sampel material berasal dari fasa  $\beta 2$ -CuCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub>. Visualisasi terhadap ketiga fasa yang dimiliki oleh sampel material dapat dilihat pada Gambar 4.

**Gambar 4.** Visualisasi Kristal  $\beta 1$ -CuCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub>,  $\beta 2$ -CuCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, dan Impuritas CuCrO<sub>2</sub>

Perangkat lunak yang dipakai untuk melakukan visualisasi yakni VESTA (*Visualization for Electronic and Structural Analysis*). Analisis terkait ukuran kristalit beserta regangan mikro yang dimiliki oleh sampel material memanfaatkan metode Williamson-Hall dengan persamaan sebagai berikut [19].

$$\beta \cos \theta = \frac{k\lambda}{\langle D_{WH} \rangle} + 4 \epsilon \sin \theta \quad (1)$$

$\beta$  merupakan nilai FWHM (*Full Width at Half Maximum*) dari puncak difraksi yang dimiliki oleh sampel material,  $\lambda$  menunjukkan panjang gelombang  $\text{CuK}\alpha$  sebesar  $1,5406 \text{ \AA}$  yang dipakai dalam karakterisasi difraksi sinar X,  $\langle D_{WH} \rangle$  merupakan ukuran kristalit rata-rata yang dimiliki oleh sampel,  $\epsilon$  merupakan regangan mikro yang dimiliki oleh sampel, serta  $\theta$  merupakan sudut tempat puncak difraksi sebagai basis dari pengukuran FWHM. Nilai rata-rata ukuran kristalit didapati dari tiap komponen material yang berkontribusi pada pola XRD, oleh karena itu dilakukan plot Williamson-Hall pada Gambar 5 baik untuk komponen  $\beta 1\text{-CuCr}_2\text{O}_4$ ,  $\beta 2\text{-CuCr}_2\text{O}_4$ , maupun  $\text{CuCrO}_2$ .



**Gambar 5.** Plot Williamson-Hall terhadap Eksistensi Kristal  $\beta 1\text{-CuCr}_2\text{O}_4$ ,  $\beta 2\text{-CuCr}_2\text{O}_4$ , dan Impuritas  $\text{CuCrO}_2$

**Tabel 2.** Ukuran Kristalit dan Regangan Mikro berbasis Metode Williamson-Hall untuk Tiap Tinjauan

Komponen Tinjauan	$\langle D_{WH} \rangle$ (nm)	$\epsilon$ (%)
$\beta 1\text{-CuCr}_2\text{O}_4$	92,436	0,0019
$\beta 2\text{-CuCr}_2\text{O}_4$	99,0386	0,002
$\text{CuCrO}_2$	106,6569	0,0022

Tabel 2 menunjukkan ukuran kristalit rata-rata beserta regangan mikro yang ditunjukkan oleh tiap komponen pada sampel. Diketahui bahwa skala ukuran kristalit yang dimiliki oleh sampel berada pada rentang 100 nm, sehingga sampel yang dihasilkan masih digolongkan pada kategori nanomaterial. Kontribusi regangan mikro terbesar yang berasal dari fasa impuritas  $\text{CuCrO}_2$  memiliki kontribusi terhadap penurunan parameter kisi  $a$  pada komponen  $\beta\text{-CuCr}_2\text{O}_4$  jika dibandingkan antara analisis ketiga (Gambar 2a) dengan analisis kelima (Gambar 3) sebagaimana yang ditunjukkan pada Tabel 1.

#### 4. Kesimpulan

Material  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$  yang disintesis menggunakan metode sol-gel memiliki kecenderungan struktur kristal terhadap  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$  dengan kelompok ruang I -4 2 d ( $\beta\text{-CuCr}_2\text{O}_4$ ). Pengaruh suhu sintering di  $1.000^\circ\text{C}$  selama 12 jam menunjukkan pertumbuhan impuritas yang berasal dari  $\text{CuCrO}_2$ . Eksistensi impuritas tidak mendominasi struktur kristal dari material hasil sintesis yang ditunjukkan dengan fraksi impuritas berada dibawah 4% dari sejumlah analisis data XRD yang dilakukan. Gangguan bentuk geometri terhadap material menunjukkan kontribusi nyata dari impuritas  $\text{CuCrO}_2$  yang memiliki ukuran kristalit dan regangan mikro terbesar. Eksistensi  $\beta\text{-CuCr}_2\text{O}_4$  (kelompok ruang I 41/a m d) berhasil dianalisis. Kemunculan fasa ganda dari  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$  menunjukkan bahwa dominasi struktur dari  $\beta\text{-CuCr}_2\text{O}_4$  akan mempengaruhi struktur kristal dari  $\beta\text{-CuCr}_2\text{O}_4$  dengan bukti berkurangnya ukuran parameter kisi  $a$  dan  $b$  jika dibandingkan antara analisis kehadiran  $\beta\text{-CuCr}_2\text{O}_4$  dan  $\text{CuCrO}_2$  sebagai komponen pengisi dengan dan tanpa kehadiran  $\beta\text{-CuCr}_2\text{O}_4$ . Meskipun begitu, material hasil sintesis tetap menunjukkan ukuran kristalit di ambang batas ukuran nanopartikel yakni 100 nm setelah dilakukan analisa memanfaatkan metode Williamson-Hall.

#### Daftar Pustaka

1. S. Kumari, S. Raturi, S. Kulshrestha, K. Chauhan, S. Dhingra, K. András, et al, A comprehensive review on various techniques for synthesizing nanoparticles, *J. of Materials Research and Technology*, (2023).
2. Y. Yang, Y. Liu, L. Song, X. Cui, J. Zhou, G. Jin, et al, Iron oxide nanoparticle-based nanocomposites in biomedical application, *Trends in Biotechnology*, (2023).
3. D. D. Suppiah, D. M. Julkapli, S. Sagadevan, M. R. Johan, Eco-friendly green synthesis approach and evaluation of environmental and biological applications of iron oxide nanoparticles, *Inorganic Chemistry Communications*, Vol. 152, (2023).
4. M. Schneider, S. M. D. Amorim, K. Cesca, J. D. S. Salla, D. Hotza, E. R. Castellón, et al, Functionalization and characterization of iron oxide nanoparticles recovered from acid mine drainage and application in the enhanced oil recovery, *J. of Molecular Liquids*, Vol. 390, (2023).
5. A. K. Inamdar, R. S. Rajenimbalkar, N. R. Hulsure, A. S. Kadam, B. H. Shinde, S. P. Patole, et al, A review on environmental applications of metal oxide nanoparticles through waste water treatment, *Material Today Proceedings*, (2023).
6. R. H. Althomali, W. A. Adeosun, Wet chemically synthesized metal oxide nanoparticles, characterization and application in electrochemical energy storage: An updated review, *Synthetic Metals*, Vol. 298, (2023).
7. G. Rajeswari, N. Prabavathi, P. Tamizhdurai, A. Prakasam, G. Kumar, Enhancement of the structure, solar cells and vibrational studies of undoped  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$  and La-doped  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$  semiconductor compounds, *Heliyon*, (2022), Vol. 8.

8. R. Peymanfar, H. Ramezanalizadeh, Sol-gel assisted synthesis of  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$  nanoparticles: An efficient visible-light driven photocatalyst for the degradation of water pollutions, *Optik*, Vol. 169, (2018), p. 424-431.
9. M. Lojka, F. Antončík, D. Sedmidubský, T. Hlásek, J. Wild, J. Pavlů, et al, Phase-stable segmentation of BSCCO high-temperature superconductor into micro-, meso-, and nano-sized fractions, *J. of Materials Research and Technology*, Vol. 9, Issue 6 (2020), p. 12071-12079.
10. Monika, R. Sharma, A. Singh, Structural and optical properties of chromium oxide in  $\text{CuCr}_2\text{O}_{4-\delta}$  nanostructured materials, *Materials Today Proceedings*, (2023).
11. S. Saadi, A. Bouguelia, M. Trari, Photoassisted hydrogen evolution over spinel  $\text{CuM}_2\text{O}_4$  (M=Al, Cr, Mn, Fe and Co), *Renewable Energy*, Vol. 31, Issue 14 (2006), p. 2245-2256.
12. P. D. J. Cubas, A. W. Semkiw, F. C. Monteiro, P. L. Weinert, J. F. H. L. Monteiro, S. T. Fujiwara, Synthesis of  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$  by self-combustion method and photocatalytic activity in the degradation of Azo Dye with visible light, *J. of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, (2020), Vol. 401.
13. S. Mobini, F. Meshkani, M. Rezaei, Surfactant-assisted hydrothermal synthesis of  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$  spinel catalyst and its application in CO oxidation process, *J. of Environmental Chemical Engineering*, Vol. 5, Issue 5 (2017), p. 4906-4916.
14. J. Arboleda, A. Echavarria, L. A. Palacio, Synthesis and characterization of  $(\text{NH}_4)_{1.5}\text{Cu}_2\text{Cr}_2\text{O}_8(\text{OH})_{1.5}\cdot\text{H}_2\text{O}$ , *Powder Diffraction*, Vol. 24, Issue 3 (2009), p. 244-246.
15. B. Paul, B. Bhuyan, D. D. Purkayastha, S. S. Dhar, S. Behera, Facile synthesis of spinel  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$  nanoparticles and studies of their photocatalytic activity in degradation of some selected organic dyes, *J. of Alloys and Compounds*, Vol. 648, (2015), p. 629-535.
16. F. Deganello, G. Marci, G. Deganello, Citrate-nitrate auto-combustion synthesis of perovskite-type nanopowders: A systematic approach, *J. of the European Ceramic Society*, Vol. 29, Issue 3 (2009), p. 439-450.
17. J. Schorne-Pinto, P. Chartrand, A. Barnabé, L. Cassayre, Thermodynamic and Structural Properties of  $\text{CuCrO}_2$  and  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$ : Experimental Investigation and Phase Equilibria Modeling of the Cu-Cr-O System, *J. Physical Chemistry C*, Vol. 125, (2021), p. 15069-15084.
18. C. Cheng, Y. Xie, P. Chen, Y. Yu, S. Huang, Y. Li, C. Wang. Colossal dielectric permittivity in  $\text{CuCrO}_2$  ceramics, *Chinese J. of Physics*, Vol. 77, (2022), p. 2811-2817.
19. G. K. Williamson, W. H. Hall, X-ray line broadening from fided aluminum and wolfram, *Acta Metallurgica*, Vol. 1, Issue 1 (1953), p. 22-31.