

Perbandingan Metode Pengukuran SAXS dengan Metode Berbasis Gambar SEM dalam Analisis Distribusi Ukuran Partikel Nano TiO₂

Comparision of SAXS Measurement and SEM-Based Method for TiO₂ Particle Size Distribution Analysis

Nike F. Khusnah¹, Djoko H. Santjojo²

¹Laboratorium Sentral Ilmu Hayati, Universitas Brawijaya, Malang 65145, Indonesia

²Departemen Fisika, Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya, Malang 65145, Indonesia

Abstrak

Ukuran partikel merupakan properti partikel nano yang penting untuk diketahui dalam proses sintesa nanomaterial. Metode pengukuran berbasis gambar micrograf elektron (baik SEM maupun TEM) menjadi metode favorit dalam karakterisasi properti dimensi partikel nano. Prosedur preparasi sampel pada pengukuran berbasis gambar EM membutuhkan kondisi populasi partikel terdispersi merata. Namun kondisi aglomerasi pada sampel serbuk tidak dapat terhindarkan sekalipun prosedur preparasi dispersi dalam larutan dan sonifikasi sampel telah digunakan. Dalam artikel ini akan dibahas metode pengukuran alternatif berbasis hamburan sinar-X yang belum banyak digunakan yakni SAXS (*Small Angle Scattering X-Ray*). Sampel verifikasi SAXS serbuk TiO₂ diukur dengan dua metode yakni SAXS yang dilakukan pada instrumen multi-mode XRD serta metode pengukuran berbasis gambar SEM yang dilakukan dengan instrumen FESEM. Hasil dari pengukuran gambar SEM menunjukkan diameter rata-rata sebesar 15,83 nm. Hasil dari pengukuran SAXS menunjukkan bahwa diameter rata-rata sebesar 4,56 nm. Terlepas dari perbedaan prinsip pengukuran, hasil, maupun prosedur preparasi sampel yang relatif lebih mudah dibandingkan dengan SEM dengan keuntungan tanpa merusak sampel, membuat pengukuran SAXS memiliki potensi untuk dikembangkan.

Kata Kunci : distribusi ukuran partikel, SEM, SAXS, partikel nano

Abstract

Particle size is one of nanoparticle property that need to be evaluated in nanomaterial synthesize process. Electro magnetic image-based method (SEM or TEM) is preferred method for evaluating particle size distribution. The sample preparation procedure requires well-dispersed particle population to obtain good quality image. However, agglomeration is remained as the obstacle even sonication preparation procedure is used. This work presents an unpopular alternative method on particle size distribution measurement that based on X-ray measurement i.e., SAXS (*Small Angle Scattering X-Ray*). Verification Sample for SAXS i.e., TiO₂ nanopowder was measured by SAXS method performed on multipurpose laboratory XRD instrument and by SEM image method performed on FESEM instrument. Result show that mean diameter from SEM method is around 15,83 nm. Meanwhile by SAXS method it gives 4,56 nm. Despite of differences in measurement principal and result, the minimal sample preparation and non-destructive measurements compared to SEM, makes SAXS potentially explored.

Keywords : particle size distribution, SEM, SAXS, nanoparticle

1. Pendahuluan

Nanomaterial adalah bahan alami maupun buatan terdiri atas partikel, dalam keadaan tidak terikat atau sebagai agregat atau aglomerat, dengan 50% atau lebih distribusi ukuran partikel memiliki rentang dimensi 1 – 100 nm (Michen dkk. 2015). Ukuran partikel nano menjadi penting karena properti Fisika-Kimia nanomaterial sangat bergantung kepada ukuran partikel dan interaksi antar partikel. Properti Fisika-Kimia nanomaterial tersebut antara lain reaktivitas, stabilitas suspensi, tekstur, kenampakan, porositas, dan lain sebagainya. Dengan mengetahui ukuran partikel nano beserta efeknya terhadap properti nanomaterial dapat menjamin kesuksesan sintesis nanomaterial (Malvern 2015).

Perkembangan penelitian di universitas-universitas Indonesia dengan tema sintesis nanomaterial perlu diimbangi dengan metode dan fasilitas instrumen karakterisasi nanomaterial yang memadai. Universitas Brawijaya memberikan komitmen tersebut dengan mengadakan fasilitas karakterisasi pada tahun 2019 berupa instrumen *Field Emission Scanning Electron Microscope* (FESEM) dan *multipurposes X-Ray Diffractometer* (XRD). Kedua peralatan memiliki keterkaitan dalam fungsi karakterisasi nanomaterial. Analisis XRD dapat memberikan informasi yang saling melengkapi terhadap karakterisasi nanomaterial berbasis mikroskopi maupun spektroskopi antara lain identifikasi fasa kristal, puritas, maupun ukuran kristalit (Holder dan Schaak 2019). Instrumen FESEM merupakan instrumen SEM dengan sumber elektron bertipe *Field Emission Gun* (FEG) yang mampu menghasilkan gambar mikrograf dengan resolusi lateral sebesar ~1 nm pada tegangan akselerasi 30 kV (FEI. 2012). Sedangkan *multipurpose* XRD merupakan instrumen XRD komersil laboratorium yang dapat dimanfaatkan dalam tiga mode pengukuran antara lain pengukuran fasa kristal bahan (XRD), pengukuran lapisan tipis (XRR), dan pengukuran partikel nano (SAXS) (Bolze, Beckers, dan Kogan 2015).

Metode pengukuran distribusi ukuran partikel nano favorit peneliti yakni berbasis gambar mikrograf elektron. Mikrograf *Transmission Electron Microscope* (TEM) hingga saat ini merupakan satu-satunya data yang dinilai dapat digunakan untuk mendukung klaim ukuran dari sampel partikel nano (Michen dkk. 2015). Namun biayanya yang mahal, proses preparasi sampel yang membutuhkan keahlian tangan terlatih, serta antrian layanan lama membuat peneliti memilih alternatif mikrograf *Scanning Electron Microscope* (SEM) khususnya tipe FESEM, walau secara kualitas gambar jauh berbeda mengingat energi SEM terbatas sebesar 30 kV (Bouzakher-Ghomrasni dkk. 2021). Sekalipun demikian, metode berbasis gambar mikrograf elektron sangat bergantung kepada teknik preparasi sampel. Sampling yang dilakukan harus dapat mewakili secara statistik dari keseluruhan ukuran sampel partikel nano, serta harus dalam kondisi terdispersi atau tersebar secara merata pada *holder* sampel. Teknik dispersi partikel nano serbuk dalam pelarut mudah menguap dengan memanfaatkan tenaga getaran ultrasonik dari *ultrasonic waterbath* maupun *ultrasonic cleaner* diyakini dapat membantu mengurangi aglomerasi atau penumpukan partikel yang dapat menyebabkan kesalahan interpretasi mikrograf akibat batas antar partikel menjadi kabur. Namun demikian teknik tersebut ternyata tidak hanya dipengaruhi oleh tahapan sonifikasi, melainkan banyak faktor lain seperti konsentrasi larutan, pH larutan, metode deposisi larutan, nilai zeta potensial, serta suhu yang mempengaruhi interaksi elektrostatik dan aglomerasi partikel nano (Ghomrasni dkk. 2020).

Metode pengukuran partikel nano dengan memanfaatkan sinar-X dalam fungsi pengukuran distribusi ukuran partikel nano yang dikembangkan peneliti adalah *Small Angle Scattering X-Ray* (SAXS) (Bolze dkk. 2018). Pengukuran SAXS dari sisi kebutuhan instrumen saat ini banyak dikembangkan pada instrumen XRD skala laboratorium komersil, meskipun cikal bakal pengukuran tersebut berasal dari fasilitas penelitian reaktor neutron. Dengan demikian pengukuran SAXS menjadi pengukuran bersifat tanpa merusak (*non-invasive*) yang menggunakan sumber sinar-X skala laboratorium. SAXS membutuhkan sinar-X yang terkolimasi dengan instrumen yang stabil secara mekanik. Intensitas sinar-X yang dihamburkan oleh sampel akan diukur sebagai fungsi sudut hamburan ($2\theta_{\min} < 0.1^\circ$) yang sangat mendekati dengan sinar-X langsung menuju detektor (*direct beam X-Ray*, $2\theta = 0^\circ$). Preparasi sampel yang dilakukan pada pengukuran SAXS memungkinkan untuk menggunakan jumlah sampel lebih banyak, yang dengan kata lain dapat lebih mewakili kondisi sampel.

Dari sejumlah partikel nano yang banyak dikembangkan oleh peneliti, partikel nano TiO₂ merupakan bahan yang banyak digunakan dalam industri seperti cat, produk kosmetik, produk makanan, produk pembersih (Bouzakher-Ghomrasni dkk. 2021) dan obat (Ziental dkk. 2020). TiO₂ adalah serbuk berwarna putih, bersifat tidak mudah terbakar, dan tidak berbau dengan berat molekul 79,9 g/mol, titik didih 2972°C, titik lebur 1843°C, dan densitas relatif 4,26 g/cm³ pada suhu ruang 25°C. Partikel nano TiO₂ umumnya terdiri dari dua fasa kristal yakni anatase dan rutile. Fasa anatase diketahui bersifat lebih reaktif secara kimia, sedangkan fasa rutile diketahui lebih bersifat inert. Komposisi dari kedua fasa kristal akan menentukan tingkat toksitas TiO₂. Namun demikian, seiring berkurangnya ukuran partikel, juga akan mempengaruhi tingkat toksitas TiO₂ (Shi dkk. 2013).

Ukuran partikel nano umumnya disajikan secara statistik dalam bentuk distribusi ukuran partikel baik dalam bentuk kurva distribusi frekuensi maupun kurva distribusi kumulatif (Malvern 2015). Hal tersebut dikarenakan fakta bahwa sintesis sampel secara alami terdiri dari berbagai ukuran. Secara ideal partikel nano akan didekati dengan model padatan 3 dimensi berbentuk bola, sehingga ukuran partikel nano dapat direpresentasikan dengan diameter partikel tersebut. Namun untuk ukuran partikel dengan bentuk selain bola perlu untuk diekuivalenkan dengan partikel berbentuk bola yang secara lengkap diberikan dalam artikel (Desti Yolanda dan Bayu Dani Nandiyanto 2021). Peneliti perlu untuk memahami bahwa setiap metode pengukuran atau instrumen menggunakan model pendekatan ekuivalen yang berbeda serta pemahaman bahwa setiap data hasil pengukuran antar instrumen bersifat saling melengkapi informasi (Bouzakher-Ghomrasni dkk. 2021). Oleh karenanya dalam artikel ini akan disajikan metode pengukuran distribusi nanopartikel dengan dua instrumen yang berbeda baik dari bentuk data, prinsip pengukuran, serta metode analisis data sebagai bahan pertimbangan peneliti dalam memilih metode pengukuran partikel nano yang tersedia di Universitas Brawijaya.

2. Bahan dan Metode

Sampel yang diamati adalah sampel verifikasi SAXS berupa serbuk partikel nano TiO₂ (Batch Number 1008-Ti041508). Sampel tersebut produksi dari Panalytical B.V., yang digunakan sebagai sampel standar untuk verifikasi cara preparasi sampel, program pengukuran SAXS yang dibuat, serta prosedur analisa data menggunakan program EasySAXS. Pengukuran dilaksanakan dengan menggunakan dua instrumen yakni FESEM (FEI Quanta 650 FEG) dan instrumen XRD (Panalytical X'Pert³ Powder). Kedua peralatan berada di bawah pengelolaan Universitas Brawijaya.

Untuk pengukuran dengan instrumen FESEM, bahan Etanol (Merck) digunakan sebagai media dispersor sampel dengan konsentrasi 0.001 g/ml. Suspensi tersebut kemudian dilakukan sonifikasi di dalam *ultrasonic cleaner* (Krisbow 3800 digital) selama 10 menit. Dengan keterbatasan peralatan yang ada di laboratorium, sejumlah 30 ul suspensi kemudian diteteskan diatas silicon-wafer yang telah ditempelkan pada alumunium stub sebagai holder sampel. Tetesan tersebut kemudian dikering anginkan kurang lebih selama 30 menit. Pengamatan dengan instrumen FESEM kemudian dilakukan dalam mode High-Vacuum pada tegangan akselerasi 20 kV dan pada jarak 8 mm.

Pengukuran dengan metode SAXS dilakukan dengan terlebih dahulu memastikan konfigurasi modul optik instrumen XRD dalam mode transmisi. Selanjutnya dilakukan proses alignment lengan optik. Dua holder sampel perlu disiapkan untuk pengukuran SAXS. Holder pertama terdiri atas dua lembar mylar tanpa sampel diantaranya. Holder kedua, 60 mg sampel serbuk partikel nano TiO₂ diletakkan diantara dua lembar mylar. Ketebalan dari sampel serbuk yang disiapkan sebelumnya perlu untuk diatur hingga didapat faktor absorpsi sampel (ratio intensitas sinar-X yang terekam antara sampel holder pertama dengan holder kedua) pada rentang angka 2 - 3. Setelah didapat ketebalan yang memadai, data kemudian diakuisisi dengan program pengukuran SAXS yang telah dibuat. Data selanjutnya dianalisa dengan menggunakan program EasySAXS.

3. Hasil dan Pembahasan

3.1. Karakteristik sampel verifikasi SAXS TiO₂

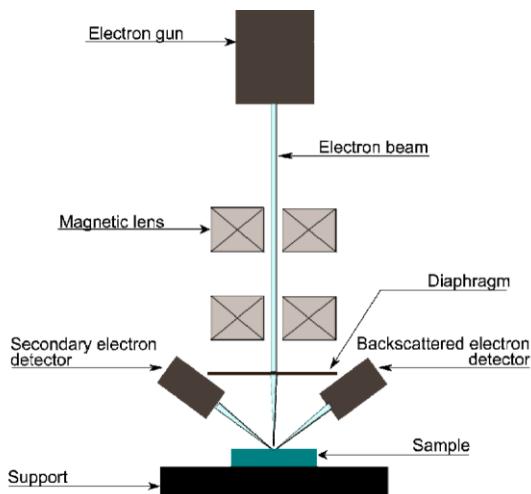
Sampel verifikasi SAXS serbuk partikel nano TiO₂ yang digunakan memiliki karakter berwarna putih dan tidak berbau. Rentang titik lebur 1830 – 1850°C, rentang titik didih 2500 – 3000°C, dan densitas 3,9 g/cm³ pada suhu 20°C. Hasil analisa SAXS sampel tersebut yang telah disajikan oleh produsen instrumen, dengan pendekatan Gaussian, memberikan nilai R50 adalah 44.8 ± 2.0 Å dan Surface-to-Volume Ratio (S/V) sebesar 0.0734 ± 0.0040 Å⁻¹ (Panalytical 2010). Nilai tersebut yang akan dijadikan acuan pembanding hasil pengukuran yang dilakukan dalam artikel ini.

3.2. Karakterisasi ukuran nanopartikel dengan SEM

SEM merupakan metode pencitraan langsung untuk memperoleh informasi distribusi ukuran partikel nano. Gambar 1 menunjukkan skematik umum sebuah instrumen SEM. Bagian *electron gun* memiliki fungsi untuk mengemisikan elektron yang akan dipercepat menuju sampel dengan tegangan pada rentang 1-30 kV. Pada SEM tipe FESEM, electron gun mampu menghasilkan electron beam

terfokus dengan diameter ~1 nm pada tegangan akselerasi 30kV (Delvallée dkk. 2013). Lensa yang berfungsi untuk mengarahkan gerak elektron terbuat dari koil magnet. Interaksi elektron dengan sampel akan menghasilkan dua tipe elektron baru yang berfungsi untuk menghasilkan gambar mikrograf:

- A. *Secondary electron (SE)* adalah elektron baru yang dihasilkan dari interaksi inelastik elektron berasal dari elektron gun dengan sampel. Elektron SE akan menghasilkan mikrograf dengan informasi topografi permukaan sampel dan morfologi dari sampel nanopartikel.
- B. *Backscattered electron (BSE)* adalah elektron yang dihasilkan dari interaksi elastik atau interaksi tanpa kehilangan energi. Elektron BSE merupakan elektron utama yang berasal dari elektron gun yang kemudian dibalikkan oleh interaksi elastik dengan inti atom sampel. Elektron BSE akan menghasilkan mikrograf dengan informasi kontras komposisi atom sampel.



Gambar 1. Skematic SEM

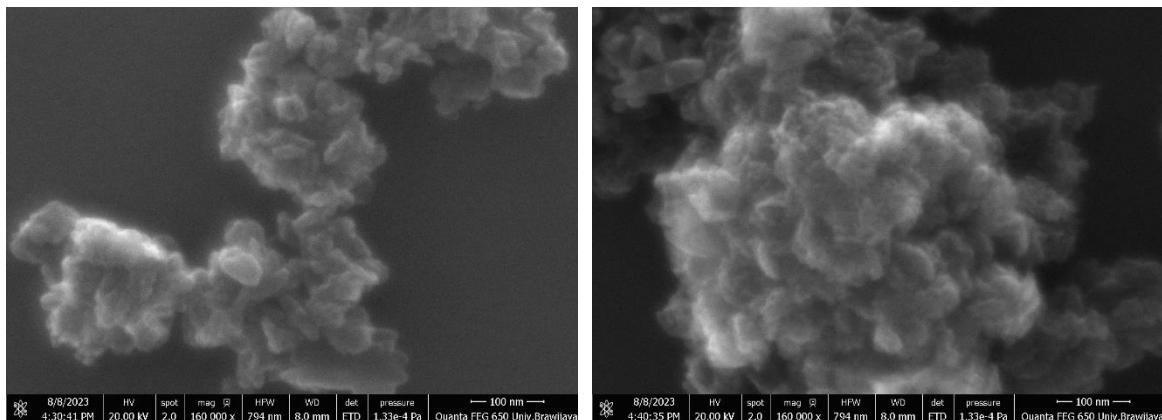
Preparasi sampel SEM secara umum meliputi perekatan sampel pada holder (bahan perekat yang umum digunakan *double-sided carbon tape*) dilanjutkan dengan pelapisan bahan konduktif listrik (khususnya pada sampel yang memiliki nilai konduktifitas listrik rendah). Dalam hal sampel berupa serbuk, partikel-partikel sampel diharapkan dapat tertata secara terpisah antar partikel. Oleh karenanya untuk preparasi partikel nano dilakukan dengan membuat suspensi partikel dengan pelarut yang bersifat mudah menguap. Pemisahan dilakukan karena partikel serbuk khususnya berada di iklim dan humiditas Indonesia berada dalam kondisi menggumpal. Tahapan sonifikasi ditambahkan dengan harapan energi mekanik dengan frekuensi ultrasonik dapat memisahkan partikel tanpa merusak bentuk partikel itu sendiri.

Gambar 2 menampilkan mikrograf SEM sampel verifikasi SAXS partikel nano TiO₂. Mikrograf diambil dengan perbesaran 160.000X dan skala bar 100 nm. Dari mikrograf tersebut tampak bahwa partikel teraglomerasi. Hal tersebut dapat terjadi karena deposisi larutan TiO₂ pada proses preparasi sampel dilaksanakan tanpa instrumen *spin coater*. Namun morfologi partikel pada ke dua mikrograf tampak beberapa bentuk partikel antara lain silinder, bola, dan dan didominasi bentuk ireguler.

Ukuran partikel dilakukan dari gambar SEM hanya dapat dilakukan secara lateral dengan menarik garis secara lateral (sumbu X dan sumbu Y) pada sebuah objek sesuai dengan batas ekuivalen bolanya atau yang dikenal sebagai diameter Feret. Hal tersebut karena SEM tidak mampu memberikan informasi ketinggian (sumbu Z) (Desti Yolanda dan Bayu Dani Nandiyanto 2021). Penarikan garis dilakukan dengan memanfaatkan fitur pada program operasi instrumen FESEM xTmicroscope. Penentuan nilai diameter partikel dapat pula dilakukan dengan program pihak ke tiga secara manual maupun otomatis dengan berbagai model pendekatan seperti program ImageJ atau yang lain (Delvallée dkk. 2013). Data diameter kemudian dapat disajikan dalam bentuk histogram distribusi ukuran partikel nano. Untuk jumlah partikel yang perlu disampling harus dapat memenuhi syarat statistika yakni minimal 100 objek partikel yang diukur. Nilai rata-rata diameter hasil gambar

Khusnah, Santjojo: Perbandingan Metode Pengukuran SAXS dengan Metode Berbasis Gambar SEM dalam Analisis Distribusi Ukuran Partikel Nano TiO₂

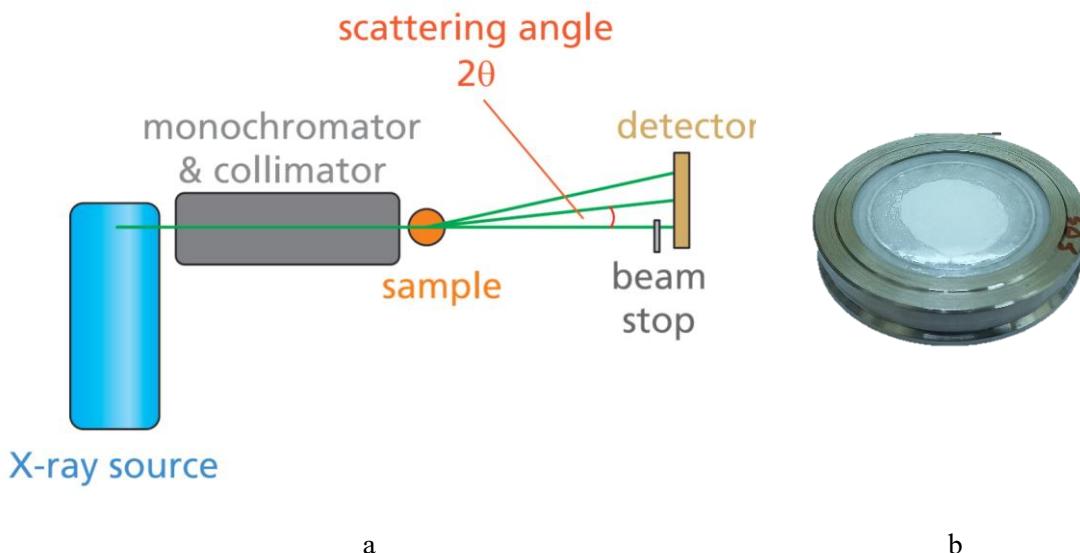
didapatkan sebesar 15,83 nm dengan deviasi sebesar 2,55 nm. Karena penarikan garis dilaksanakan secara manual, akibatnya penentuan batas partikel sangat bergantung pada kejelian analis dalam melihat batas partikel.



Gambar 2. Mikrograf SEM sampel verifikasi SAXS partikel nano TiO₂

3.3. Karakterisasi ukuran nanopartikel dengan SAXS

Metode SAXS merupakan metode yang dibangun untuk peruntukan pemngukuran dimensi partikel dalam orde nanometer. Batas partikel yang dapat diukur dengan metode ini adalah hingga 300 nm (Krumrey dkk. 2014). Gambar 3a menampilkan skematik pengukuran SAXS. Pada metode pengukuran ini, sinar-X yang hampir sejajar (terkolidasi) diarahkan menuju sampel dan intensitas hamburannya direkam pada sisi seberang sampel oleh detektor sebagai fungsi sudut hamburan (2θ) dengan rentang maksimal 5° . Data rekaman detector ini yang kemudian akan dibandingkan dengan model matematis untuk menentukan distribusi ukuran partikel nano. Oleh karenanya metode SAXS merupakan metode pengukuran tidak langsung.



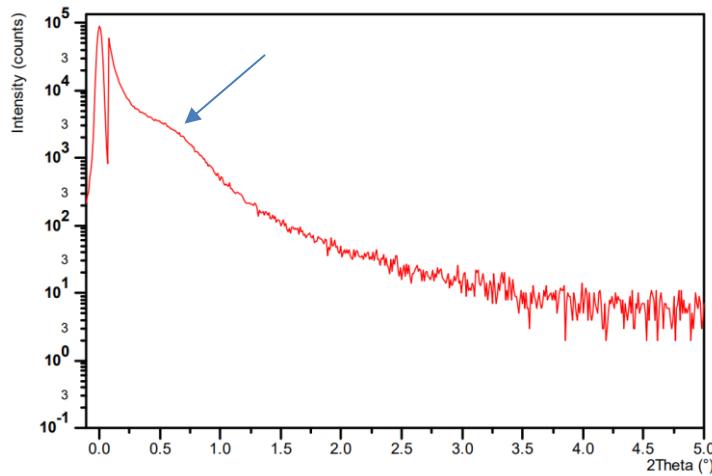
Gambar 3. a. Prinsip pengukuran SAXS dan b. Holder sampel serbuk SAXS

Preparasi sampel SAXS dapat dikatakan relatif lebih mudah yakni meletakkan sampel serbuk diantara dua lembar mylar yang kemudian di letakkan pada holder seperti ditampilkan pada Gambar 3b. Yang perlu diperhatikan dalam proses preparasi ini adalah ketebalan serbuk agar diperoleh faktor

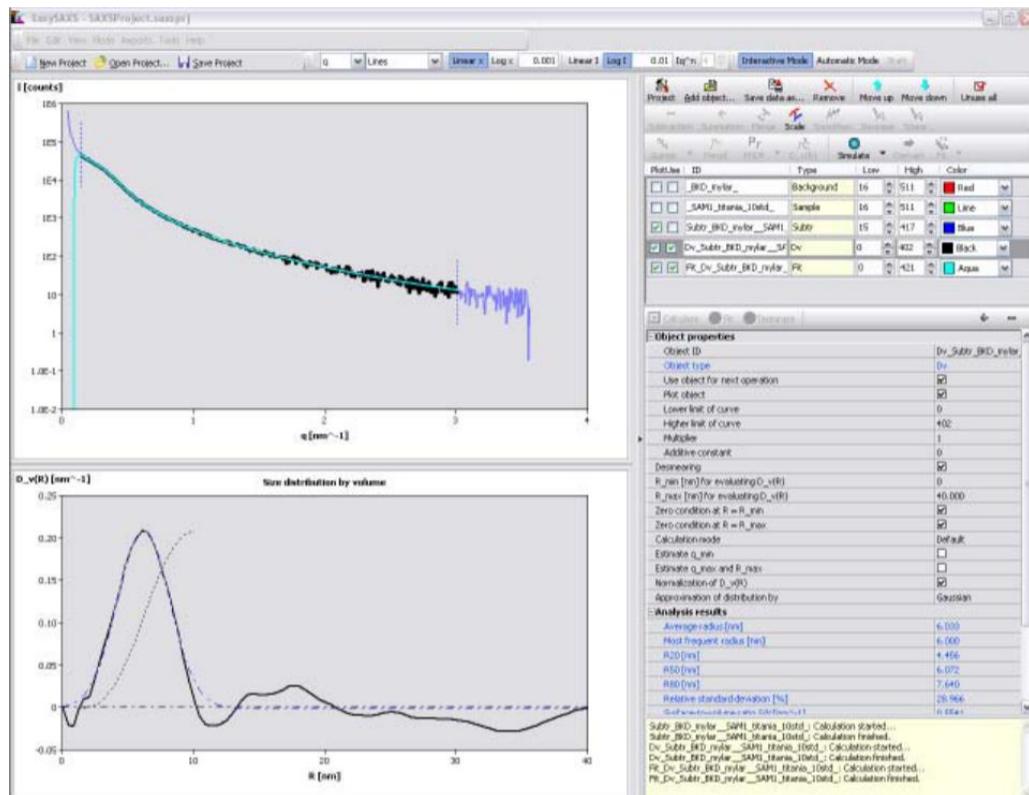
Khusnah, Santjojo: Perbandingan Metode Pengukuran SAXS dengan Metode Berbasis Gambar SEM dalam Analisis Distribusi Ukuran Partikel Nano TiO₂

absorpsi pada rentang 2-3. Jika hasil faktor absorpsi melebihi angka 3, maka sampel dapat ditipiskan dengan menyisihkan serbuk pada bagian tengah sampel menuju sisi tepi. Untuk preparasi sampel dalam artikel ini memberikan faktor absorpsi sebesar 3,017.

Bentuk data atau difraktogram dari pengukuran sampel verifikasi SAXS partikel nano TiO₂ ditampilkan pada Gambar 4. Sumbu Y menunjukkan intensitas hamburan sinar-X yang terekam detector sedangkan sumbu X menunjukkan besaran sudut hamburan sinar-X yakni dari 0-5°. Bentuk kurva hamburan dengan sedikit punggung (ditunjuk dengan anak panah pada Gambar 4.) dikategorikan sebagai kurva hamburan konveks. Tipe kurva ini menandakan bentuk partikel berbentuk bola dengan sedikit aglomerasi yang dapat didekati dengan model matematika Gaussian (Panalytical 2016).



Gambar 4. Difraktogram sampel verifikasi SAXS partikel nano TiO₂



Gambar 5. User Interface program EasySAXS

Khusnah, Santjojo: Perbandingan Metode Pengukuran SAXS dengan Metode Berbasis Gambar SEM dalam Analisis Distribusi Ukuran Partikel Nano TiO₂

Analisa data dilakukan dengan menggunakan program EasySAXS produk dari Malvern Panalytical yang tampilan *user interface* diberikan pada Gambar 5. Tahapan olah data secara umum antara lain adalah menghitung selisih data sampel dengan data background yang dilanjutkan dengan kalkulasi distribusi ukuran berbasis volume D_v(R) dengan memilih model matematis yang memadai. Hasil Analisa kemudian diberikan dalam bentuk laporan yang ditampilkan pada Gambar 6. Untuk sampel verifikasi SAXS partikel nano TiO₂ didapatkan bahwa diameter rata-rata sebesar 45,6 Å (4,56 nm). Selain nilai diameter rata-rata jika dibandingkan dengan data yang diberikan oleh produsen sampel pada sub bab 3.1 didapati bahwa nilai R₅₀ adalah $45,2 \pm 2,6$ Å dan Surface-to-Volume Ratio (S/V) sebesar $0,0726 \pm 0,0190$ Å⁻¹.



Gambar 4. Laporan Analisa data EasySAXS

4. Kesimpulan

Tujuan dari artikel ini adalah menyajikan perbandingan dua metode pengukuran distribusi ukuran partikel sampel verifikasi SAXS partikel nano TiO₂ dengan metode langsung yakni pengukuran berbasis gambar SEM dan metode tidak langsung yakni pengukuran berbasis sinar-X SAXS. Nilai diameter rerata yang dihasilkan dari metode SEM memberikan nilai lebih besar antara lain dikarenakan faktor subjektifitas analis dalam menentukan batas objek yang diukur. Terlepas dari perbedaan hasil ukuran partikel serta prinsip pengukuran dari kedua metode tersebut, kemudahan preparasi sampel yang diberikan oleh metode pengukuran SAXS, membuat SAXS layak untuk dikembangkan.

Ucapan terima kasih

Penulis menyampaikan terimakasih kepada Helly Nurul Karima dan Choirunil Chotimah atas dukungan serta sponsor penulis hingga karya ini dapat terwujud.

Daftar Pustaka

Bolze, Joerg, Detlef Beckers, dan V. Kogan. 2015. "Characterization of protein solutions using SAXS on a multipurpose laboratory X-ray diffractometer."

Khusnah, Santjojo: *Perbandingan Metode Pengukuran SAXS dengan Metode Berbasis Gambar SEM dalam Analisis Distribusi Ukuran Partikel Nano TiO₂*

- Bolze, Joerg, Vladimir Kogan, Detlef Beckers, dan Martijn Fransen. 2018. "High-performance small- A nd wide-angle X-ray scattering (SAXS/WAXS) experiments on a multi-functional laboratory goniometer platform with easily exchangeable X-ray modules." *Review of Scientific Instruments* 89(8).
- Bouzakher-Ghomrasni, Najoua dkk. 2021. "Dimensional measurement of TiO₂ (Nano) particles by SAXS and SEM in powder form." *Talanta* 234.
- Delvallée, A dkk. 2013. "Comparison of nanoparticle diameter measurements by Atomic Force Microscopy and Scanning Electron Microscopy." Dalam *16th International Congress of Metrology*, EDP Science, 06007.p1-06007.p6. <http://dx.doi.org/10.1051/metrology/201306007>.
- Desti Yolanda, Yustika, dan Asep Bayu Dani Nandiyanto. 2021. *How to Read and Calculate Diameter Size from Electron Microscopy Images*. <http://ejournal.upi.edu/index.php/AJSEE/>.
- FEI. 2012. "FEI Quanta 650 FEG Product Data." *FEI*.
- Ghomrasni, Najoua Bouzakher dkk. 2020. "Challenges in sample preparation for measuring nanoparticles size by scanning electron microscopy from suspensions, powder form and complex media." *Powder Technology* 359: 226–37.
- Holder, Cameron F., dan Raymond E. Schaak. 2019. "Tutorial on Powder X-ray Diffraction for Characterizing Nanoscale Materials." *ACS Nano* 13(7): 7359–65.
- Krumrey, Michael, Raul Garcia-Diez, Christian Gollwitzer, dan Stefanie Langner. 2014. *Size Determination of Nanoparticles with Small-angle X-ray Scattering*.
- Malvern. 2015. Malvern Instruments Limited *WHITEPAPER: A basic guide to particle characterization*. Malvern Instruments Limited.
- Michen, Benjamin dkk. 2015. "Avoiding drying-artifacts in transmission electron microscopy: Characterizing the size and colloidal state of nanoparticles." *Scientific Reports* 5.
- Panalytical. 2010. *EasySAXS Verification Samples: Instruction for Use*. Netherlands.
- . 2016. *Quick Start Guide EasySAXS*. 4 ed. Netherlands: Panalytical B.V. www.PANalytical.com.
- Shi, Hongbo, Ruth Magaye, Vincent Castranova, dan Jinshun Zhao. 2013. "Titanium dioxide nanoparticles: a review of current toxicological data." *Particle and Fibre Toxicology* 10(15). <http://www.particleandfibretoxicology.com/content/10/1/15>.
- Ziental, Daniel dkk. 2020. "Titanium dioxide nanoparticles: Prospects and applications in medicine." *Nanomaterials* 10(2).