

## **ANALISIS PERMUKAAN NANOPARTIKEL FERIT SENG BERDASARKAN ADSORPSI ISOTERM GAS NITROGEN**

**Kadarisman dan Iis Nurhasanah**

*Departemen Fisika, Fakultas Sains dan Matematika, Universitas Diponegoro, Jl. Prof. Soedarto, S.H., Semarang 50275*

E-mail: [nurhasanah@fisika.fsm.undip.ac.id](mailto:nurhasanah@fisika.fsm.undip.ac.id)

*Received: 8 April 2020; revised: 11 Juli 2020; accepted: 15 Juli 2020*

### **ABSTRACT**

*This research aims to analyze surface characteristic of zinc ferrite nanoparticles based on the  $N_2$  adsorption isotherm. The morphology and size of zinc ferrite nanoparticles were observed using a scanning electron microscope. Analysis of  $N_2$  adsorption isotherm using the Brunauer-Emmett-Teller equation obtained a specific surface area of  $9.78 \text{ m}^2/\text{g}$  and mesoporous structure. Zinc ferrite nanoparticles were composed of spherical primary particles with a diameter of 67 nm. The size of the nanoparticles obtained from the specific surface area analysis was greater than the scanning electron microscope image analysis. This finding shows that zinc ferrite nanoparticles are agglomerating to form larger secondary particles.*

**Keywords:** *Zinc ferrite, nanoparticle, surface area, agglomeration*

### **ABSTRAK**

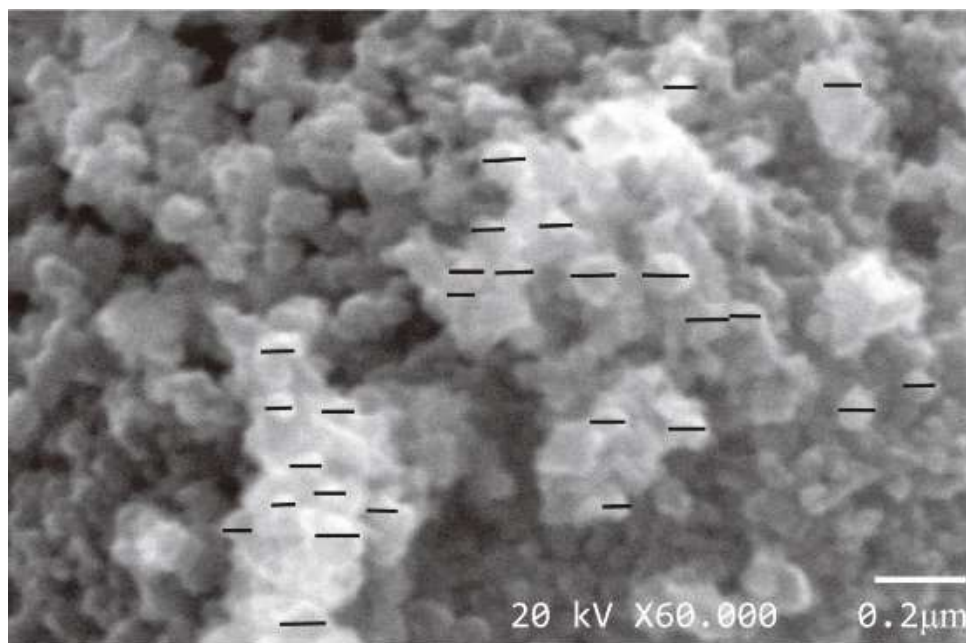
*Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis permukaan nanopartikel ferit seng berdasarkan adsorpsi isotherm  $N_2$ . Morfologi dan ukuran nanopartikel ferit seng diamati menggunakan scanning electron microscope. Analisis adsorpsi isotherm  $N_2$  menggunakan persamaan Brunauer-Emmett-Teller mendapatkan luas permukaan spesifik nanopartikel ferit seng  $9,78 \text{ m}^2/\text{g}$  dan struktur mesopori. Nanopartikel ferit seng tersusun oleh partikel primer berbentuk bola. Ukuran nanopartikel yang diperoleh dari analisis luas permukaan spesifik lebih besar dari analisis citra scanning electron microscope. Hal ini menunjukkan nanopartikel ferrite seng bersifat aglomerasi membentuk partikel sekunder yang berukuran lebih besar.*

**Kata kunci:** *ferit seng, nanopartikel, luas permukaan, aglomerasi*

### **PENDAHULUAN**

Nanomaterial dengan ukuran tidak lebih dari 100 nm memiliki sifat fisis dan kimia unik yang berbeda dari mikromaterial atau *bulk material*. Secara umum, sifat-sifat unik nanomaterial sangat ditentukan oleh ukuran dan karakteristik permukaannya, seperti: luas permukaan spesifik, ukuran dan distribusi pori, dan morfologi permukaan [1, 2]. Nanomaterial memiliki luas permukaan

spesifik yang besar, sehingga cenderung tidak stabil dan membentuk keadaan aglomerasi. Aglomerasi mempengaruhi sifat fisis dan kimia nanopartikel yang dapat membatasi kinerja aplikasi nanomaterial [2, 3]. Dengan demikian, analisis karakteristik permukaan nanomaterial sangat diperlukan untuk menunjang realisasi aplikasi nanomaterial, terutama yang melibatkan interaksi dengan permukaan nanopartikel.



**Gambar 1.** Citra SEM nanopartikel ferit seng.

Permukaan nanopartikel biasanya dianalisis berdasarkan adsorpsi isotherm gas pada permukaan material. Jumlah gas yang teradsorpsi pada permukaan dikorelasikan dengan luas permukaan dan ukuran pori [4-6]. Pada penelitian ini, adsorpsi-desorpsi gas  $N_2$  pada permukaan nanopartikel digunakan untuk menganalisis karakteristik permukaan nanopartikel ferit seng. Nanopartikel ferit seng merupakan semikonduktor magnetik yang memiliki potensi aplikasi pada berbagai teknologi komersial. Karakteristik permukaan nanopartikel ferit seng sangat berperan pada aplikasinya, khususnya pada proses katalisis dan biomedis yang didominasi oleh mekanisme yang terjadi pada permukaan nanopartikel ferit seng [7-10]. Luas permukaan spesifik nanopartikel ferit seng ditentukan berdasarkan adsorpsi isotherm  $N_2$  menggunakan metode Brunauer-Emmett-Teller (BET). Morfologi dan ukuran partikel dianalisis menggunakan citra *scanning electron microscope* (SEM). Selain itu, ukuran nanopartikel ferit seng ditentukan secara tidak langsung dari analisis luas permukaan dan dibandingkan dengan

ukuran nanopartikel yang diestimasi dari citra SEM untuk menentukan keadaan aglomerasi nanopartikel ferit seng.

#### **METODE PENELITIAN**

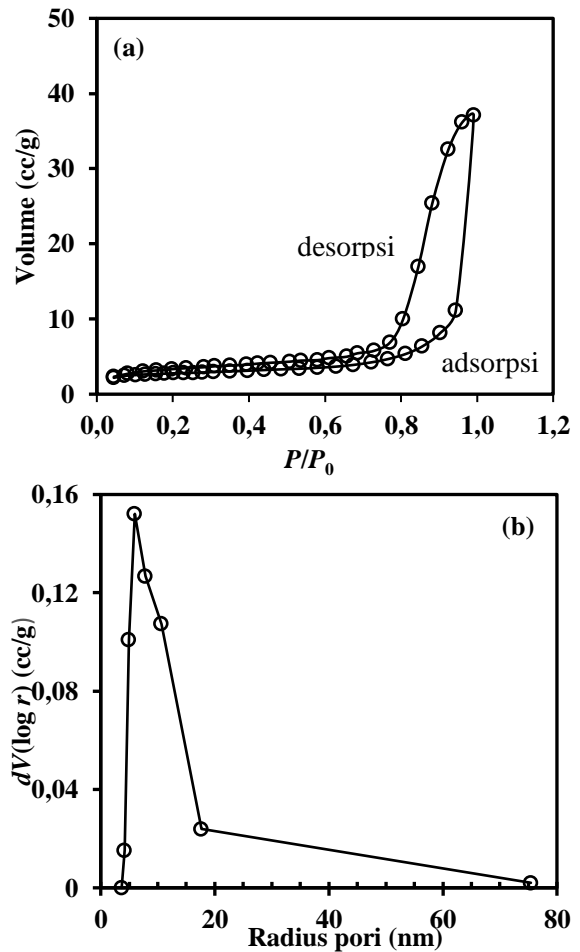
Nanopartikel ferit seng disintesis menggunakan metode presipitasi dari prekursor  $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$  dan  $Zn(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$  dengan prosedur seperti yang dideskripsikan pada literatur [9,10]. Morfologi dan ukuran nanopartikel ferit seng dianalisis menggunakan SEM. Metode BET digunakan untuk menentukan luas permukaan spesifik dan distribusi ukuran pori.

#### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

Gambar 1 menunjukkan citra SEM nanopartikel ferit seng, tampak sebaran partikel-partikel primer yang cenderung berbentuk bola. Partikel-partikel primer tersebar dengan diameter dalam rentang 65 s.d 74 nm dan diameter rata-rata 67 nm. Selain itu, teramati pula partikel-partikel

yang saling berkelompok membentuk aglomerat. Secara umum, nanopartikel yang berbentuk bola memiliki energi internal dalam skala volume partikel dan energi permukaan dalam skala luasan permukaan. Energi per partikel merupakan penjumlahan dari energi internal dan energi permukaan per partikel yang berbanding terbalik dengan ukuran partikel. Dengan demikian, partikel berukuran nano memiliki energi total yang besar dan cenderung membentuk aglomerat. Selain itu, aglomerasi juga dapat disebabkan oleh kelembaban akibat keberadaan H<sub>2</sub>O pada permukaan nanopartikel. Aglomerasi menghasilkan partikel sekunder berukuran lebih besar dari partikel primer.

Gambar 2(a) menunjukkan grafik adsorpsi-desorpsi isoterm N<sub>2</sub> terhadap tekanan relatif ( $P/P_0$ ). Proses adsorpsi dan desorpsi N<sub>2</sub> pada permukaan nanopartikel ferit seng menunjukkan kurva yang hampir berimpit pada tekanan relatif rendah. Hal tersebut menunjukkan pembentukan *monolayer* pada permukaan nanopartikel ferit seng. Selanjutnya, diikuti pembentukan *multilayer* pada tekanan relatif lebih tinggi. Pembentukan *multilayer* mengindikasikan bahwa permukaan nanopartikel ferit seng telah ditempati oleh molekul gas N<sub>2</sub>. Daerah cekungan (*loop*) terbentuk ketika nilai tekanan relatif mendekati satu. Karakteristik grafik adsorpsi-desorpsi isoterm tersebut bersesuaian dengan grafik isoterm tipe IV yang menyatakan jenis adsorpsi pada permukaan mesopori. Dengan demikian ferit seng termasuk ke dalam material mesopori yang memiliki ukuran pori sekitar 2 s.d 50 nm. Hal ini dapat dilihat pada Gambar 2(b) yang menunjukkan distribusi pori nanopartikel ferit seng dominan dalam rentang sekitar 5 s.d 20 nm. Pori pada permukaan nanopartikel ferit seng akan memberikan efek pembatasan jumlah lapisan adsorbat dan terjadi fenomena kondensasi kapiler, sehingga terbentuk histerisis.



**Gambar 2.** (a) Grafik adsorpsi dan desorpsi isotermal N<sub>2</sub> dan (b) distribusi radius pori nanopartikel ferit seng.

Luas permukaan nanopartikel ferit seng dianalisis menggunakan metode BET dengan membuat grafik Persamaan (1) [6].

$$\frac{\frac{P}{P_0}}{n\left[1-\frac{P}{P_0}\right]} = \frac{1}{Cn_m} + \frac{C-1}{Cn_m} \left(\frac{P}{P_0}\right) \quad (1)$$

dengan  $n$  adalah jumlah gas yang teradsorpsi pada tekanan relatif  $P/P_0$ ,  $C$  adalah konstanta persamaan BET dan  $n_m$  adalah kapasitas adsorpsi *monolayer*. Luas permukaan spesifik ditentukan menggunakan persamaan (2) [6].

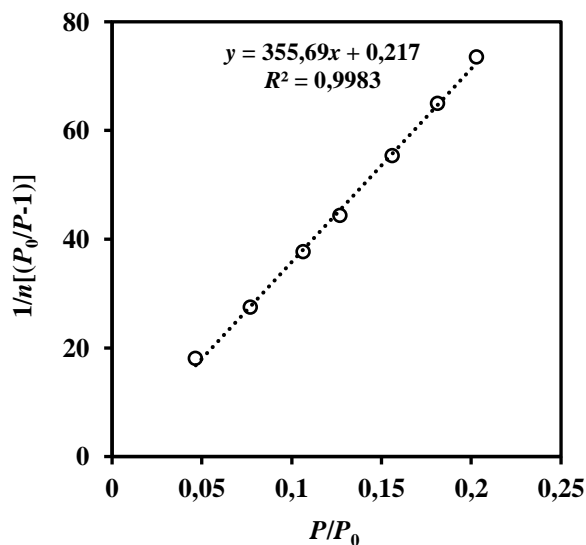
$$S = \frac{n_m L \sigma_m}{m} \quad (2)$$

dengan  $S$  adalah luas permukaan spesifik ( $m^2/g$ ),  $L$  adalah bilangan Avogadro ( $6,02 \times 10^{23}$ ),  $\sigma_m$  adalah luas penampang gas nitrogen ( $16,2 \times 10^{-20} m^2/molekul$ ),  $m$  adalah massa molekul gas nitrogen ( $28 g/mol$ ), sedangkan  $n_m$  diperoleh menggunakan persamaan (3)[6].

$$n_m = \frac{1}{s + i} \quad (3)$$

dengan  $s$  adalah kemiringan grafik dan  $i$  adalah titik potong.

Gambar 3 menunjukkan grafik persamaan (1) yang merupakan garis lurus dengan kemiringan 355,69 dan titik potong pada 0,217. Substitusi nilai-nilai tersebut ke Persamaan (3) memberikan nilai kapasitas adsorpsi *monolayer* sebesar  $2,8 \times 10^{-3} cc/g$ . Luas permukaan spesifik nanopartikel ferit seng yang diperoleh menggunakan Persamaan (2) adalah  $9,78 m^2/g$ . Luas permukaan spesifik menunjukkan luas permukaan nanopartikel ferit seng yang berinteraksi dengan gas  $N_2$ . Semakin luas permukaan yang berinteraksi maka semakin luas pula luas permukaan spesifik yang teridentifikasi.



**Gambar 3.** Grafik persamaan BET adsorpsi isoterm  $N_2$  pada nanopartikel ferit seng.

Secara matematis, luas permukaan spesifik dikorelasikan dengan ukuran nanopartikel berdasarkan Persamaan (4)[11].

$$S = \frac{6}{\rho D} \quad (4)$$

dengan  $\rho$  adalah kerapatan ferit seng yang dalam penelitian ini yaitu  $5,38 g/cm^3$  dan  $D$  adalah ukuran partikel. Dengan demikian, ukuran partikel dapat ditentukan secara tidak langsung dari pengukuran luas permukaan spesifik menggunakan persamaan (4) yaitu  $114 nm$ . Ukuran partikel tersebut lebih besar dari ukuran partikel yang diestimasi secara langsung dari citra SEM. Hal ini menunjukkan bahwa nanopartikel ferit seng bersifat aglomerasi membentuk partikel sekunder berukuran lebih besar.

## KESIMPULAN

Karakteristik permukaan nanopartikel ferit seng telah dianalisis menggunakan kurva adsorpsi-desorpsi gas  $N_2$ . Nanopartikel ferit seng memiliki luas permukaan spesifik BET  $9,78 m^2/g$ . Citra SEM menunjukkan nanopartikel ferit seng tersusun oleh partikel berbentuk bola dengan diameter rata-rata  $67 nm$ . Penentuan ukuran partikel berdasarkan analisis permukaan BET menghasilkan ukuran yang lebih besar dari pengamatan citra SEM. Hal itu menunjukkan nanopartikel ferit seng bersifat aglomerasi. Penelitian lebih lanjut diperlukan untuk mereduksi aglomerasi nanopartikel ferit seng.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] Kolahalam LA, Viswanath IVK, Diwakar, BS, Govindh B, Reddy V, Murthy YLN. Review on nanomaterials: Synthesis and applications. *Materials Today: Proceedings*. 2019; 18: 2182-2190.

- [2] Lorite I, Romero JJ, Fernandez F, Influence of the nanoparticles agglomeration state in the quantum-confinement effects: Experimental evidences. *AIP Advances*. 2015; 5: 037105.
- [3] Bantz C, Koshkina O, Lang T, Galla HJ, Kirkpatrick CJ, Stauber RH, Maskos M. The surface properties of nanoparticles determine the agglomeration state and the size of the particles under physiological conditions. *Beilstein Journal of Nanotechnology*. 2014; 5: 1774-1786.
- [4] Ladavos AK, Katsoulidis AP, Losifidis A, Triantafyllidis KS, Pinnavala TJ, Pomonis PJ. The BET equation, the inflection points of N<sub>2</sub> adsorption isotherms and the estimation of specific surface area of porous solids. *Microporous and Mesoporous Materials*. 2012; 151: 126-133.
- [5] Scherdel C, Reichenauer G, Wiener M. Relationship between pore volumes and surface areas derived from the evaluation of N<sub>2</sub>-sorption data by DR-, BET- and t-plot. *Microporous and Mesoporous Materials*. 2010; 132: 572-575.
- [6] Lapham DP, Lapham JL. BET surface area measurement of commercial magnesium stearate by krypton adsorption in preference to nitrogen adsorption. *International Journal of Pharmaceutics*. 2019; 568: 118522.
- [7] Iqbal MA, Sharma R, Kamaluddin. Studies on interaction of ribonucleotides with zinc ferrite nanoparticles using spectroscopic and microscopic techniques. *Karbala International Journal of Modern Science*. 2015; 1: 49-59.
- [8] Mahmoodi NM. Zinc Ferrite nanoparticle as a magnetic catalyst: Synthesis and dye degradation. *Materials Research Bulletin*. 2013; 48: 4225-4260.
- [9] Karnaji, Nurhasanah I. Photodegradation of rhodamine B using ZnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> nanoparticles synthesized by precipitation method. *IOP Conference Series: Material Science and Engineering*. 2017: 1757-8981.
- [10] Hidayatullah M, Nurhasanah I, Budi WS. ZnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> nanoparticles for potential application in radiosensitization. *Journal of Physics: Conference Series*. 2016; 694: 012028.
- [11] Lakshmi M, Kumar KV, Thyagarajan, K. An investigation of structural and magnetic properties of Cr-Zn ferrite nanoparticles prepared by a sol-gel process. *Journal of Nanostructure in Chemistry*. 2015; 5: 365-373.