p-ISSN : 2302-4216
e-ISSN : 2830-1765
Inovasi Fisika Indonesia
https://ejournal.unesa.ac.id/index.php/inovasi-fisika-indonesia
Published by:
Program Studi Fisika
Jurusan Fisika FMIPA
Universitas Negeri Surabaya
Kampus Unesa Ketintang Jl. Ketintang Gd. C3 Lt. 1
Surabaya - Indonesia
jifi@unesa.ac.id

Jurnal Inovasi Fisika Indonesia (IFI) Volume 15 Nomor 3 Tahun 2026, hal 493-502

SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOKOMPOSIT Fe_3O_4@mSiO_2 MENGGUNAKAN METODE SOL-GEL

[1)]Zahra Naufalia Prasetyo, [2)]Munasir

[1)] Program Studi Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Surabaya, email: zahra.22076@mhs.unesa.ac.id
[2)] Program Studi Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Surabaya, email: munasir_physics@unesa.ac.id

Abstrak

Nanokomposit Fe_3O_4@mSiO_2 merupakan material yang menggabungkan sifat magnetik Fe_3O_4 dengan stabilitas kimia silika. Penelitian ini bertujuan untuk menyintesis nanokomposit Fe_3O_4@mSiO_2 menggunakan metode sol–gel serta mengidentifikasi karakteristik struktur kristal dan gugus fungsi material yang dihasilkan. Sintesis dilakukan melalui beberapa tahapan, yaitu aktivasi Fe_3O_4, pelapisan awal SiO_2, pembentukan silika mesopori menggunakan cetakan CTAB, serta penghilangan cetakan melalui pencucian menggunakan metanol asam. Karakterisasi material dilakukan dengan metode *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR). Hasil analisis XRD menunjukkan tujuh puncak difraksi pada posisi 2θ sebesar 30,29° (220), 35,66° (311), 43,33° (400), 53,83° (422), 57,31° (511), 62,95° (440), dan 74,61° (533). Pola tersebut menunjukkan bahwa fase kristal magnetit tetap teridentifikasi setelah proses sintesis. Hasil FTIR memperlihatkan pita serapan pada bilangan gelombang sekitar 3400 cm^{-1} yang berkaitan dengan gugus O–H, 1630 cm^{-1} (H_2O), 1080 dan 800 cm^{-1} (Si–O–Si), 950 cm^{-1} (Si–OH), serta 570 cm^{-1} (Fe–O). Keberadaan pita-pita tersebut menunjukkan adanya komponen magnetit dan silika dalam material hasil sintesis. Pergeseran beberapa pita serapan mengindikasikan kemungkinan interaksi kimia antara kedua komponen pada permukaan material. Berdasarkan hasil XRD dan FTIR, sintesis berhasil menghasilkan material yang mengandung fase kristal Fe_3O_4 dan komponen silika. Namun, pembentukan struktur inti–kulit (*core–shell*) secara langsung serta keberadaan ikatan Fe–O–Si masih memerlukan pembuktian melalui karakterisasi lebih lanjut.

Kata Kunci: Nanokomposit, Silika Mesopori, Amorf, inti-Kulit, kristal

Abstract

The Fe_3O_4@mSiO_2 nanocomposite combines the magnetic properties of Fe_3O_4 with the chemical stability of silica. This study aimed to synthesize Fe_3O_4@mSiO_2 nanocomposites using the sol–gel method and investigate their crystal structure and functional groups. The synthesis involved several stages, including Fe_3O_4 activation, initial SiO_2 coating, mesoporous silica formation using CTAB as a template, and template removal through acidic methanol washing. Material characterization was performed using X-Ray Diffraction (XRD) and Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR). The XRD analysis revealed seven diffraction peaks at 2θ values of 30.29° (220), 35.66° (311), 43.33° (400), 53.83° (422), 57.31° (511), 62.95° (440), and 74.61° (533). These diffraction patterns indicate that the crystalline magnetite phase remained identifiable after synthesis. The FTIR spectrum exhibited absorption bands at approximately 3400 cm^{-1}, corresponding to O–H groups, 1630 cm^{-1} (H_2O), 1080 and 800 cm^{-1} (Si–O–Si), 950 cm^{-1} (Si–OH), and 570 cm^{-1} (Fe–O). These absorption bands indicate the presence of magnetite and silica components in the synthesized material. Shifts in several absorption bands suggest possible chemical interactions between the two components at the material interface. Based on the XRD and FTIR results, the synthesis produced a material containing crystalline Fe_3O_4 and silica components. However, direct confirmation of the core–shell structure and the formation of Fe–O–Si bonds requires further characterization

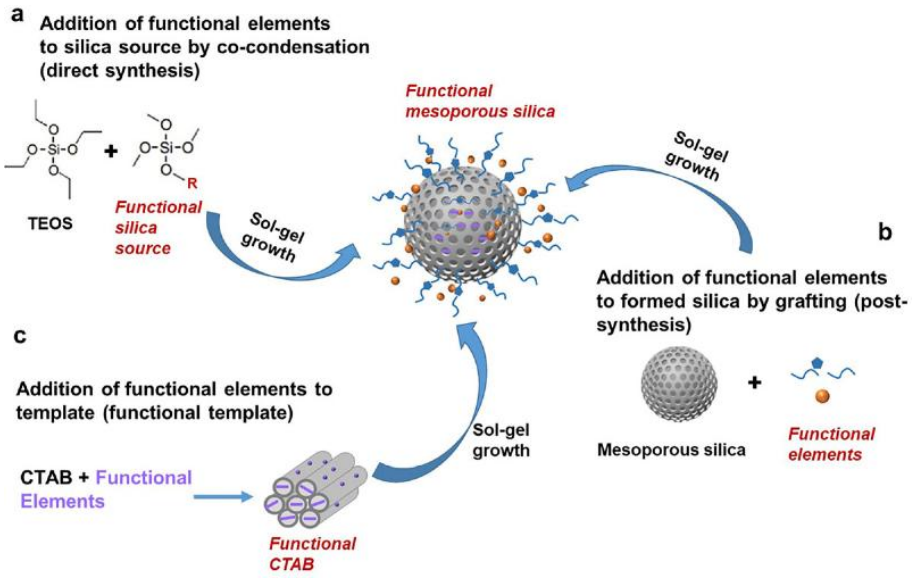
Keywords: *Nanocomposite, Mesoporous Silica, Amorphous, Core-shell, crystal*

p-ISSN : 2302-4216
e-ISSN : 2830-1765
Inovasi Fisika Indonesia
https://ejournal.unesa.ac.id/index.php/inovasi-fisika-indonesia
Published by:
Program Studi Fisika
Jurusan Fisika FMIPA
Universitas Negeri Surabaya
Kampus Unesa Ketintang Jl. Ketintang Gd. C3 Lt. 1
Surabaya - Indonesia
jifi@unesa.ac.id

I. PENDAHULUAN

Perkembangan nanoteknologi dalam bidang material mendorong pengembangan berbagai jenis nanomaterial dengan karakteristik yang dapat disesuaikan untuk kebutuhan aplikasi tertentu. Salah satu pendekatan yang banyak digunakan adalah penggabungan dua material atau lebih melalui sistem *core–shell*, yaitu struktur yang dirancang dengan mengombinasikan karakteristik material inti dan lapisan luarnya (Nguyen et al., 2021). Salah satu material yang berpotensi dikembangkan melalui pendekatan tersebut adalah Fe_3O_4@$mSiO_2$, yang menggabungkan sifat magnetik magnetit (Fe_3O_4) dengan kestabilan kimia dan karakteristik porositas silika mesopori ($mSiO_2$). Nanopartikel Fe_3O_4 memiliki sifat superparamagnetik yang memungkinkan material memberikan respons terhadap medan magnet eksternal tanpa mempertahankan magnetisasi setelah medan dihilangkan (Ye et al., 2011). Karakteristik tersebut menjadikan Fe_3O_4 berpotensi digunakan pada berbagai aplikasi yang membutuhkan proses pemisahan material secara magnetik. Namun, ukuran partikelnya yang relatif kecil dapat meningkatkan kecenderungan aglomerasi akibat interaksi magnetik antarpartikel. Selain itu, Fe_3O_4 juga rentan mengalami oksidasi yang dapat memengaruhi kestabilan sifat fisik dan kimianya (Behipour et al., 2026).

Salah satu upaya untuk mengatasi permasalahan tersebut adalah memodifikasi permukaan Fe_3O_4 menggunakan silika mesopori ($mSiO_2$). Silika berperan sebagai lapisan pelindung yang dapat membantu meningkatkan kestabilan kimia dan mengurangi kontak langsung antarpartikel magnetit. Selain itu, karakteristik mesopori pada silika berpotensi menyediakan luas permukaan yang lebih besar serta ruang pori yang mendukung interaksi dengan molekul lain. Pembentukan lapisan silika dapat dilakukan melalui metode sol–gel yang melibatkan reaksi hidrolisis dan kondensasi prekursor silika, seperti *tetraethyl orthosilicate* (TEOS), hingga terbentuk jaringan Si–O–Si (Cai et al., 2020). Penggunaan metode ini memungkinkan pengaturan proses pembentukan lapisan melalui variasi kondisi sintesis, seperti konsentrasi prekursor, pH, waktu reaksi, dan penggunaan surfaktan sebagai cetakan pori. Interaksi antara gugus hidroksil pada permukaan magnetit dengan gugus silanol dari silika juga berpotensi menghasilkan interaksi kimia pada antarmuka kedua material.



Gambar 1. Skema tahapan silika berpori melalui metode sol-gel pada nanopartikel Fe_3O_4@$mSiO_2$ (Han et al., 2024).

Meskipun penggabungan Fe_3O_4 dan silika telah banyak dikaji, pengendalian proses pelapisan serta pembentukan pori pada lapisan silika masih menjadi aspek penting dalam pengembangan material tersebut. Pembentukan lapisan silika tidak hanya bergantung pada proses hidrolisis dan kondensasi TEOS, tetapi juga dipengaruhi oleh tahapan aktivasi permukaan magnetit, penggunaan surfaktan, dan proses penghilangan

cetakan pori. Penggunaan cetakan *cetyltrimethylammonium bromide* (CTAB) menjadi salah satu pendekatan untuk membantu membentuk struktur berpori pada silika. Namun, keberadaan CTAB setelah proses sintesis perlu dihilangkan agar tidak menghambat karakteristik permukaan material. Oleh karena itu, diperlukan pengaturan tahapan sintesis yang meliputi aktivasi Fe_3O_4, pelapisan awal silika, pembentukan pori menggunakan CTAB, serta pelepasan cetakan melalui pencucian menggunakan metanol asam. Rangkaian tahapan tersebut menjadi fokus pengembangan dalam penelitian ini untuk menghasilkan material yang mengandung komponen magnetit dan silika mesopori.

Selain proses sintesis, identifikasi karakteristik material juga diperlukan untuk mengetahui perubahan yang terjadi setelah penggabungan kedua komponen. Karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) digunakan untuk mengidentifikasi fase kristal serta mengevaluasi perubahan struktur kristal Fe_3O_4 setelah proses pelapisan. Fase silika yang bersifat amorf umumnya tidak menghasilkan puncak difraksi tajam, sehingga keberadaannya dapat diamati melalui perubahan pola difraksi dan karakteristik latar belakang pada hasil XRD (Han & An, 2021). Sementara itu, *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR) digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi penyusun material, seperti Fe–O pada magnetit serta Si–O–Si dan Si–OH pada silika (Madhavi et al., 2022). Keberadaan gugus-gugus tersebut dapat memberikan informasi mengenai komponen penyusun dan kemungkinan interaksi kimia antara Fe_3O_4 dengan silika. Meskipun demikian, hasil XRD dan FTIR memiliki keterbatasan dalam membuktikan susunan inti dan lapisan luar secara langsung. Oleh sebab itu, interpretasi hasil karakterisasi perlu dibatasi pada identifikasi fase kristal dan gugus fungsi, sedangkan konfirmasi morfologi serta struktur inti–kulit memerlukan teknik karakterisasi tambahan.

Berdasarkan uraian tersebut, penelitian ini difokuskan pada sintesis nanokomposit Fe_3O_4@mSiO_2 menggunakan metode sol–gel dengan tahapan aktivasi magnetit, pelapisan awal SiO_2, penggunaan CTAB sebagai cetakan pembentuk pori, serta penghilangan template melalui pencucian metanol asam. Fokus pengembangan penelitian terletak pada penerapan rangkaian tahapan sintesis tersebut untuk menggabungkan komponen magnetit dan silika mesopori dalam satu material. Selanjutnya, karakteristik material hasil sintesis dianalisis menggunakan XRD untuk mengidentifikasi fase kristal dan menghitung ukuran kristalit menggunakan persamaan Scherrer, serta FTIR untuk mengidentifikasi gugus fungsi dan kemungkinan interaksi kimia antara kedua komponen. Melalui penelitian ini, diharapkan diperoleh informasi mengenai karakteristik struktur kristal dan gugus fungsi material Fe_3O_4@mSiO_2 setelah proses sintesis menggunakan metode sol–gel.

II. METODE

A. Rancangan Penelitian

Penelitian ini menggunakan metode eksperimen melalui pendekatan sol–gel untuk sintesis nanokomposit Fe_3O_4@mSiO_2. Proses sintesis dilakukan secara bertahap, meliputi aktivasi permukaan Fe_3O_4, pelapisan awal menggunakan SiO_2, pembentukan silika mesopori dengan template CTAB, serta penghilangan template untuk memperoleh material akhir. Setiap tahapan dilakukan dengan mengacu pada komposisi bahan dan kondisi reaksi yang telah ditentukan.

1. Tahap Aktivasi

Sebanyak 0,07 g serbuk Fe_3O_4 dimasukkan ke dalam Duran berukuran 100 mL yang telah berisi 28 mL larutan HCl 0,1 M. Campuran kemudian disonikasi selama 20 menit untuk membantu proses dispersi partikel dan aktivasi permukaannya. Setelah proses sonikasi selesai, suspensi disentrifugasi untuk memisahkan endapan dari larutan. Endapan yang diperoleh dicuci menggunakan akuades secara berulang hingga mencapai pH netral. Pemeriksaan pH dilakukan terhadap air hasil pencucian. Endapan hasil aktivasi selanjutnya langsung digunakan pada tahap pelapisan SiO_2 tanpa melalui proses pengeringan.

2. Pelapisan SiO_2

Endapan Fe_3O_4 hasil aktivasi dimasukkan ke dalam Duran berukuran 250 mL, kemudian ditambahkan 45 mL etanol dan 9 mL akuades. Selanjutnya, sebanyak 0,3 mL larutan amonia 28 wt% ditambahkan ke dalam campuran untuk menciptakan kondisi basa dengan pH minimal 10. Nilai pH diperiksa setelah penambahan

amonia. Apabila pH belum mencapai 10, larutan amonia ditambahkan kembali hingga diperoleh kondisi yang diinginkan. Campuran kemudian disonikasi selama 10 menit agar homogen. Sebanyak 0,05 g *tetraethyl orthosilicate* (TEOS) ditambahkan sebagai prekursor silika, kemudian campuran diaduk menggunakan magnetik stirer selama 3 jam pada suhu ruang. Setelah proses reaksi selesai, campuran disentrifugasi untuk memperoleh endapan. Endapan tersebut langsung digunakan pada tahap berikutnya tanpa pengeringan.

3. Pembentukan mSiO_2 (CTAB)

Endapan hasil pelapisan awal dimasukkan ke dalam gelas Duran berukuran 250 mL, kemudian ditambahkan campuran 22 mL etanol dan 22 mL akuades. Sebanyak 0,1 mL larutan amonia 28 wt% ditambahkan untuk mempertahankan kondisi basa dengan pH minimal 10. Nilai pH campuran diperiksa dan apabila belum mencapai nilai yang ditentukan, amonia ditambahkan kembali. Selanjutnya, campuran disonikasi selama 10 menit hingga homogen. Sebanyak 0,14 g *cetyltrimethylammonium bromide* (CTAB) ditambahkan sebagai template dalam pembentukan pori pada lapisan silika. Campuran kemudian disonikasi kembali selama 10 menit agar CTAB terdistribusi secara merata.

4. Pelapisan mSiO_2

Sebanyak 0,13 g TEOS dilarutkan dalam 22 mL etanol, kemudian disonikasi selama 10 menit hingga homogen. Larutan TEOS tersebut selanjutnya ditambahkan secara bertahap ke dalam campuran pada tahap sebelumnya selama 2 jam sambil dilakukan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer*. Setelah seluruh larutan TEOS ditambahkan, pengadukan dilanjutkan selama 10 jam pada suhu ruang untuk mendukung proses pembentukan jaringan silika. Setelah reaksi selesai, padatan dipisahkan melalui proses sentrifugasi. Selanjutnya, dilakukan penghilangan template CTAB menggunakan larutan metanol asam yang dibuat dari campuran 1 g HCl dan 9 g metanol. Larutan tersebut diatur hingga mencapai pH 3 menggunakan larutan HCl 0,1 M. Endapan hasil sintesis kemudian dicuci sebanyak tiga kali menggunakan larutan metanol asam tersebut, dengan bantuan sonikasi selama 15 menit pada setiap pencucian. Setelah itu, endapan dibilas menggunakan 10 mL akuades hingga mencapai pH netral. Tahap pencucian dilanjutkan menggunakan 10 mL metanol sebanyak tiga kali, dengan sonikasi selama 15 menit pada setiap pencucian. Material yang diperoleh kemudian dikeringkan menggunakan oven pada suhu 60 °C hingga terbentuk serbuk nanokomposit Fe_3O_4@mSiO_2.

B. Teknik Pengumpulan Data

Pengumpulan data dilakukan melalui karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR) terhadap material Fe_3O_4@mSiO_2 hasil sintesis. Karakterisasi XRD dilakukan di Laboratorium Sentral Mineral dan Material Maju FMIPA Universitas Negeri Malang menggunakan sumber radiasi sinar-X Cu Kα dengan panjang gelombang 1,5406 Å. Pengujian ini bertujuan untuk mengidentifikasi fase kristal Fe_3O_4 serta mengetahui perubahan karakteristik struktur kristal setelah proses pelapisan silika. Data hasil pengukuran berupa pola difraksi yang menunjukkan hubungan antara intensitas dan sudut difraksi (2θ). Selanjutnya, pola difraksi dianalisis menggunakan perangkat lunak Origin untuk menentukan posisi puncak, intensitas, dan lebar puncak pada setengah tinggi maksimum (FWHM). Pengujian ini bertujuan untuk mengidentifikasi gugus fungsi dan ikatan kimia penyusun material Fe_3O_4@mSiO_2. Spektrum yang diperoleh dianalisis berdasarkan posisi pita serapan pada bilangan gelombang tertentu untuk mengidentifikasi gugus Fe–O, Si–O–Si, Si–OH, dan O–H. Data hasil karakterisasi selanjutnya diolah menggunakan perangkat lunak Origin untuk memperjelas spektrum serta mengamati perubahan posisi dan intensitas pita serapan yang menunjukkan kemungkinan interaksi antara komponen magnetit dan silika.

C. Teknik Pengolahan Data

Data hasil karakterisasi XRD dan FTIR diolah menggunakan perangkat lunak Origin untuk membantu penyajian grafik dan analisis karakteristik material. Analisis XRD dilakukan dengan mengamati posisi puncak difraksi (2θ), intensitas, serta lebar puncak pada setengah tinggi maksimum atau *Full Width at Half Maximum* (FWHM). Identifikasi fase kristal dilakukan dengan membandingkan pola difraksi hasil pengukuran terhadap

data referensi standar. Jarak antarbidang kristal dihitung menggunakan Hukum Bragg sebagaimana ditunjukkan pada Persamaan (1).

$$n\lambda = 2d \sin\theta \quad (1)$$

dimana :
n : bilangan bulat orde difraksi
λ : panjang gelombang sinar x
d : jarak antar bidang kristal
θ : sudut difraksi
Penentuan ukuran kristalit dilakukan dengan menggunakan persamaan Scherrer.

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (2)$$

di mana :
D : Ukuran kristalit (nm)
K : faktor bentuk
λ : panjang gelombang sinar-X
β: lebar puncak pada setengah tinggi (dalam radian)
θ: sudut Bragg

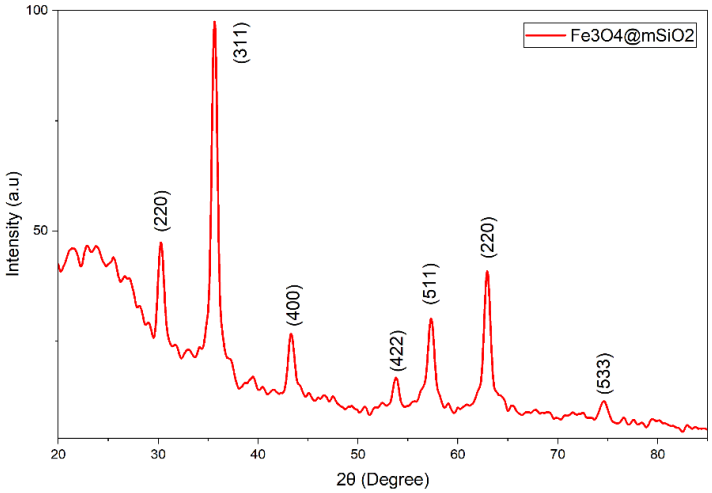
Nilai FWHM diperoleh melalui analisis pelebaran puncak difraksi menggunakan perangkat lunak Origin. Sebelum digunakan dalam perhitungan, nilai FWHM dikonversi dari derajat ke radian. Selanjutnya, nilai FWHM, panjang gelombang sinar-X, konstanta Scherrer, dan sudut Bragg dimasukkan ke dalam persamaan Scherrer untuk memperoleh ukuran kristalit pada masing-masing bidang kristal. Hasil perhitungan kemudian digunakan untuk menentukan ukuran kristalit rata-rata material.

Analisis FTIR dilakukan dengan mengamati posisi bilangan gelombang dan karakteristik pita serapan yang muncul pada spektrum. Identifikasi gugus fungsi dilakukan dengan mencocokkan bilangan gelombang hasil pengukuran terhadap referensi literatur. Perubahan posisi dan intensitas pita serapan digunakan untuk membahas keberadaan gugus fungsi penyusun material serta kemungkinan interaksi antara Fe_3O_4 dan lapisan silika.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. *X-Ray Diffraction* (XRD)

Karakterisasi XRD dilakukan untuk mengetahui struktur kristal nanokomposit Fe_3O_4@$mSiO_2$ hasil sintesis. Analisis ini bertujuan mengidentifikasi fase yang terbentuk serta melihat pengaruh proses pelapisan silika terhadap struktur kristal Fe_3O_4. Pola difraksi hasil karakterisasi ditampilkan pada **Gambar 2.**



Gambar 2. Pola Difraksi XRD Fe_3O_4@mSiO

Dari **Gambar 2.** diperoleh pola difraksi material Fe_3O_4@mSiO_2 menunjukkan sejumlah puncak pada sudut 2θ sebesar 30,29°, 35,66°, 43,33°, 53,83°, 57,31°, 62,95°, dan 74,61°. Puncak-puncak tersebut secara berurutan diidentifikasi sebagai bidang kristal (220), (311), (400), (422), (511), (440), dan (533) yang merupakan karakteristik struktur spinel kubik magnetit. Hasil ini menunjukkan bahwa fase kristal Fe_3O_4 masih teridentifikasi setelah proses pelapisan silika. Perbandingan dengan material Fe_3O_4 sebelum pelapisan menunjukkan adanya kemiripan posisi puncak difraksi. Pada material Fe_3O_4, puncak karakteristik muncul pada sudut 2θ sebesar 30,23°, 35,59°, 43,27°, 53,57°, 57,07°, dan 62,75°. Setelah pelapisan silika, puncak-puncak tersebut teramati pada posisi yang relatif berdekatan, yaitu 30,29°, 35,66°, 43,33°, 53,83°, 57,31°, dan 62,95°. Perbedaan posisi puncak yang relatif kecil menunjukkan bahwa proses pelapisan tidak menyebabkan perubahan fase kristal magnetit secara signifikan. Dengan demikian, struktur kristal Fe_3O_4 tetap teridentifikasi setelah proses modifikasi permukaan menggunakan silika.

Selain posisi puncak, pola difraksi Fe_3O_4@mSiO_2 memperlihatkan intensitas puncak yang lebih rendah dan bentuk puncak yang cenderung melebar dibandingkan material Fe_3O_4 sebelum pelapisan. Perubahan tersebut berkaitan dengan keberadaan lapisan silika yang bersifat amorf sehingga tidak menghasilkan puncak difraksi kristalin yang tajam. Lapisan silika dapat memengaruhi intensitas difraksi yang terdeteksi dari inti magnetit karena adanya tambahan komponen nonkristalin pada material. Sementara itu, pelebaran puncak dapat berkaitan dengan perubahan ukuran domain kristalin maupun kontribusi regangan kisi. Oleh karena itu, perubahan bentuk puncak tidak dapat dikaitkan hanya dengan pembentukan lapisan silika, tetapi perlu dipertimbangkan bersama hasil perhitungan ukuran kristalit. Ukuran kristalit selanjutnya dihitung menggunakan persamaan Scherrer dengan faktor bentuk kristalit sebesar 0,9 dan panjang gelombang sinar-X Cu Kα sebesar 1,5406 Å. Perhitungan dilakukan berdasarkan nilai FWHM dari puncak difraksi yang dianalisis.

Hasil perhitungan menunjukkan bahwa ukuran kristalit pada bidang (220), (311), (400), (422), (511), dan (220) masing-masing sebesar 17,42 nm, 42,39 nm, 13,57 nm, 28,75 nm, 19,71 nm, dan 37,42 nm. Berdasarkan keenam nilai tersebut, diperoleh ukuran kristalit rata-rata sebesar 26,54 nm. Variasi ukuran kristalit pada setiap bidang menunjukkan adanya perbedaan karakteristik pelebaran puncak difraksi. Nilai tersebut menggambarkan ukuran domain kristalin yang berkontribusi terhadap difraksi sinar-X dan tidak secara langsung menunjukkan ukuran keseluruhan partikel nanokomposit. Hasil pengukuran menunjukkan adanya beberapa puncak difraksi pada sudut 2θ tertentu yang menjadi karakteristik fase Fe_3O_4. Posisi puncak difraksi dan indeks bidang kristal yang diperoleh disajikan pada **Tabel 1.**

Tabel 1. Posisi puncak difraksi XRD Fe_3O_4@mSiO_2

Posisi 2θ (°)	Bidang Kristal (hkl)
30,29	(220)
35,66	(311)
43,33	(400)
53,83	(422)
57,31	(511)
62,95	(220)
74,61	(533)

Berdasarkan hasil karakterisasi XRD, sampel Fe_3O_4@mSiO_2 menunjukkan beberapa puncak difraksi pada 2θ sebesar 30,29°, 35,66°, 43,33°, 53,83°, 57,31°, 62,95°, dan 74,61°. Puncak-puncak tersebut menunjukkan bahwa karakteristik struktur kristal Fe_3O_4 masih dipertahankan setelah proses pelapisan menggunakan silika. Meskipun demikian, intensitas puncak yang mengalami penurunan dan pelebaran menunjukkan adanya pengaruh lapisan silika terhadap pola difraksi material. Hal ini dapat dikaitkan dengan sifat silika yang cenderung amorf sehingga kontribusinya tidak menghasilkan puncak difraksi tajam seperti fase kristalin Fe_3O_4. Hasil tersebut sejalan dengan penelitian (Tessarolli et al., 2019) yang melaporkan bahwa karakteristik fase magnetit masih dapat diamati pada material Fe_3O_4@SiO_2 setelah proses pelapisan silika. Dengan

demikian, hasil XRD pada jurnal IFI menunjukkan kesesuaian dengan penelitian terdahulu, terutama dalam mempertahankan karakteristik kristal Fe_3O_4 setelah penambahan lapisan silika.

Untuk mengetahui kesesuaian hasil karakterisasi XRD, dilakukan perbandingan antara karakteristik sampel Fe_3O_4@mSiO_2 pada penelitian ini dengan hasil penelitian terdahulu. Perbandingan tersebut mencakup karakteristik struktur kristal Fe_3O_4 serta pengaruh penambahan lapisan silika terhadap pola difraksi. Hasil perbandingan disajikan pada **Tabel 2.**

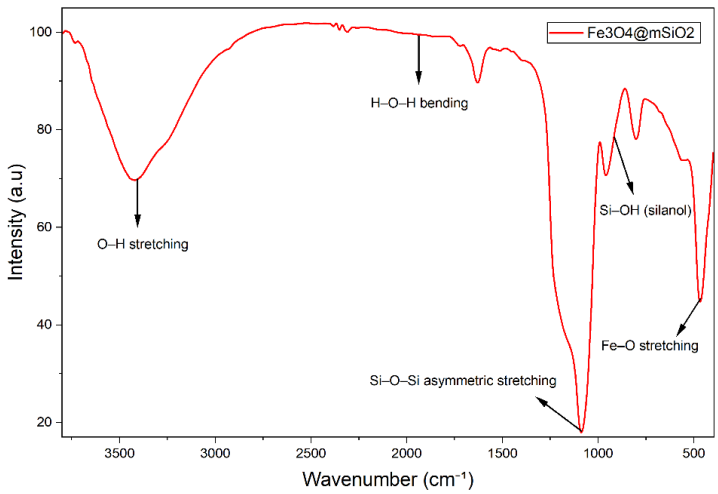
Tabel 2. Perbandingan aspek hasil karakteristik XRD Fe_3O_4@mSiO_2

Aspek	Hasil	Penelitian Terdahulu Sumber : (Tessarolli et al., 2019)
Struktur kristal	Puncak difraksi menunjukkan karakteristik struktur kristal Fe_3O_4 masih dipertahankan setelah pelapisan silika	Penelitian Tessarolli et al. (2019) juga mengidentifikasi pola difraksi Fe_3O_4 pada sampel Fe_3O_4@SiO_2
Pengaruh pelapisan SiO_2	Intensitas puncak cenderung menurun dan puncak melebar	Pelapisan SiO_2 pada Fe_3O_4 juga memengaruhi pola difraksi material, tanpa menghilangkan karakteristik utama magnetit
Fase silika	Silika bersifat amorf sehingga tidak menghasilkan puncak kristalin tajam seperti Fe_3O_4	Keberadaan silika dapat teridentifikasi melalui karakterisasi FTIR, sementara pola XRD tetap didominasi fase magnetit

Hasil tersebut sejalan dengan penelitian (Tessarolli et al., 2019) yang melaporkan bahwa karakteristik fase magnetit masih dapat diamati pada material Fe_3O_4@SiO_2 setelah proses pelapisan silika. Dengan demikian, hasil XRD menunjukkan kesesuaian dengan penelitian terdahulu, terutama dalam mempertahankan karakteristik kristal Fe_3O_4 setelah penambahan lapisan silika.

B. *Fourier Transform Infrared* (FTIR)

Karakterisasi FTIR digunakan untuk mengidentifikasi ikatan kimia yang terdapat pada nanokomposit Fe_3O_4@mSiO_2. Analisis ini bertujuan mengetahui keberadaan gugus fungsi khas Fe_3O_4 dan silika, sekaligus mengamati terbentuknya interaksi antara kedua material selama proses sintesis. Spektrum FTIR hasil karakterisasi ditunjukkan pada **Gambar 3.**



Gambar 3. Gugus Fungsi Fe_3O_4@mSiO_2

Pada **Gambar 3.** menunjukkan spektrum FT-IR nanokomposit Fe_3O_4@mSiO_2 hasil sintesis. Berdasarkan hasil karakterisasi, material Fe_3O_4@mSiO_2 menunjukkan beberapa pita serapan yang berkaitan dengan komponen magnetit dan silika. Pada material Fe_3O_4 sebelum pelapisan, pita serapan utama teridentifikasi pada bilangan gelombang sekitar 560 cm^{-1} yang merupakan karakteristik vibrasi ikatan Fe–O. Setelah proses pelapisan, pita serapan tersebut teramati pada sekitar 570 cm^{-1}. Pergeseran sebesar 10 cm^{-1} ini menunjukkan

adanya perubahan lingkungan ikatan pada permukaan material setelah penambahan komponen silika (Ning et al., 2018). Meskipun demikian, pergeseran tersebut belum cukup untuk memastikan terbentuknya ikatan Fe–O–Si secara langsung. Selain pita Fe–O, spektrum Fe_3O_4@mSiO_2 memperlihatkan pita serapan baru yang berkaitan dengan pembentukan jaringan silika. Pita dominan pada sekitar 1080 cm^{-1} menunjukkan vibrasi asimetris Si–O–Si, sedangkan serapan pada sekitar 800 cm^{-1} berkaitan dengan vibrasi Si–O–Si. Keberadaan kedua pita tersebut menunjukkan terbentuknya jaringan siloksan dari proses hidrolisis dan kondensasi prekursor TEOS selama sintesis. Sementara itu, pita pada sekitar 950 cm^{-1} berkaitan dengan gugus Si–OH yang menunjukkan masih adanya gugus silanol pada permukaan material. Pita serapan lain juga terlihat pada bilangan gelombang sekitar 3400 cm^{-1} dan 1630 cm^{-1}. Serapan pada daerah 3400 cm^{-1} berkaitan dengan vibrasi ulur O-H yang berasal dari gugus hidroksil dan molekul air teradsorpsi. Adapun pita pada sekitar 1630 cm^{-1} menunjukkan vibrasi tekuk H–O–H dari molekul air yang masih terdapat pada permukaan material. Keberadaan pita-pita tersebut berkaitan dengan sifat hidrofilik permukaan silika yang memungkinkan terjadinya interaksi dengan molekul air (Mahmud et al., 2021). Jika dibandingkan dengan spektrum Fe_3O_4 sebelum pelapisan, perubahan yang paling terlihat adalah munculnya pita-pita karakteristik silika pada daerah sekitar 1080, 950, dan 800 cm^{-1}, disertai pergeseran pita Fe–O dari sekitar 560 menjadi 570 cm^{-1}. Perubahan ini menunjukkan bahwa komponen silika telah terbentuk pada material dan terdapat kemungkinan interaksi antara permukaan magnetit dengan gugus silanol. Interaksi tersebut dapat melibatkan pembentukan ikatan Fe–O–Si pada antarmuka kedua komponen. Namun, keberadaan ikatan tersebut masih perlu dikonfirmasi melalui analisis yang lebih spesifik karena FTIR hanya memberikan indikasi berdasarkan karakteristik pita serapan.

Berdasarkan hasil FTIR, keberadaan pita Fe–O menunjukkan bahwa komponen magnetit tetap terdapat dalam material setelah sintesis, sedangkan pita Si–O–Si dan Si–OH menunjukkan terbentuknya jaringan silika. Hasil ini memperkuat temuan XRD mengenai keberadaan komponen Fe_3O_4 dan silika dalam material hasil sintesis. Untuk memperkuat hasil identifikasi gugus fungsi, dilakukan perbandingan posisi pita serapan FTIR sampel Fe_3O_4@mSiO_2 dengan hasil penelitian terdahulu. Perbandingan ini bertujuan untuk mengetahui kesesuaian karakteristik gugus fungsi Fe–O, Si–O–Si, dan Si–OH yang menjadi penanda keberadaan komponen magnetit dan silika. Hasil perbandingan disajikan pada **Tabel 3.**

Tabel. 3 Perbandingan karakteristik FTIR Fe_3O_4@mSiO_2

Gugus fungsi	Hasil (cm^{-1})	Penelitian terdahulu (cm^{-1}) Sumber : (Boustani et al., 2018)	Kesesuaian
O–H	±3400	±3400	Sesuai
H–O–H	±1630	±1620–1635	Mendekati
Si–O–Si	±1080	±1081–1101	Mendekati
Si–OH	±950	±949–950	Sesuai
Fe–O	±570	±570–592	Mendekati

Berdasarkan **Tabel 3.** posisi pita serapan pada sampel Fe_3O_4@mSiO_2 menunjukkan kesesuaian dengan rentang bilangan gelombang yang dilaporkan dalam penelitian terdahulu. Kesamaan tersebut terutama terlihat pada pita serapan Fe–O, Si–O–Si, dan Si–OH. Dengan demikian, hasil FTIR mendukung hasil karakterisasi XRD bahwa material Fe_3O_4@mSiO_2 telah terbentuk melalui penambahan komponen silika pada Fe_3O_4.

IV. PENUTUP

A. Simpulan

Penelitian ini telah berhasil dilakukan menjadi material Fe_3O_4@mSiO_2 menggunakan metode sol–gel melalui beberapa tahapan, yaitu aktivasi Fe_3O_4, pelapisan awal SiO_2, pembentukan silika mesopori menggunakan CTAB sebagai template, serta penghilangan template melalui pencucian menggunakan metanol asam. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa fase kristal Fe_3O_4 dengan struktur spinel kubik tetap teridentifikasi setelah proses sintesis, yang ditunjukkan oleh tujuh puncak difraksi pada 2θ sebesar

30,29°, 35,66°, 43,33°, 53,83°, 57,31°, 62,95°, dan 74,61°. Berdasarkan perhitungan menggunakan persamaan Scherrer, diperoleh ukuran kristalit rata-rata sebesar 26,54 nm. Sementara itu, hasil karakterisasi FTIR menunjukkan keberadaan pita serapan Fe–O pada sekitar 570 cm^{-1}, Si–O–Si pada 1080 dan 800 cm^{-1}, Si–OH pada 950 cm^{-1}, serta O–H dan H_2O pada sekitar 3400 dan 1630 cm^{-1}. Keberadaan pita-pita tersebut menunjukkan bahwa material hasil sintesis mengandung komponen magnetit dan silika. Pergeseran pita serapan Fe–O dari sekitar 560 menjadi 570cm^{-1} juga mengindikasikan kemungkinan adanya perubahan lingkungan ikatan akibat penambahan komponen silika. Dengan demikian, hasil karakterisasi XRD dan FTIR mendukung keberhasilan pembentukan material yang mengandung fase kristal Fe_3O_4 dan gugus fungsi silika. Namun, pembentukan struktur *core–shell* serta keberadaan ikatan Fe–O–Si secara langsung belum dapat dipastikan berdasarkan karakterisasi yang dilakukan sehingga diperlukan pengujian lebih lanjut.

B. Saran

Penelitian selanjutnya disarankan untuk melakukan karakterisasi tambahan guna memperoleh informasi yang lebih menyeluruh mengenai karakteristik material Fe_3O_4@mSiO_2. Karakterisasi *Transmission Electron Microscopy* (TEM) diperlukan untuk mengamati morfologi partikel serta mengonfirmasi keberadaan dan ketebalan lapisan silika secara langsung. Pengujian *Brunauer–Emmett–Teller* (BET) dapat dilakukan untuk mengetahui luas permukaan spesifik, volume pori, dan distribusi ukuran pori material, serta *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM) diperlukan untuk mengevaluasi sifat magnetik Fe_3O_4 sebelum dan sesudah proses pelapisan silika. Selain itu, perlu dilakukan perbandingan karakteristik Fe_3O_4 sebelum dan sesudah pelapisan berdasarkan parameter struktur kristal, ukuran kristalit, intensitas difraksi, serta gugus fungsi yang terbentuk untuk mengetahui pengaruh proses modifikasi permukaan terhadap karakteristik material. Melalui pengembangan tersebut, diharapkan hubungan antara parameter sintesis, karakteristik struktur, morfologi, porositas, dan sifat magnetik material dapat diketahui secara lebih menyeluruh.

DAFTAR PUSTAKA

Behipour, F., Tarighat, M. A., Abdi, G., & Proestos, C. (2026). Development of multifunctional Fe3O4@SiO_2@Ag@Ag2O nanocomposite for paraben detection and Pseudo-Fenton catalytic degradation. *Environmental Chemistry and Ecotoxicology*, *8*, 810–821. https://doi.org/10.1016/j.enceco.2025.12.024

Cai, W., Guo, M., Weng, X., Zhang, W., Owens, G., & Chen, Z. (2020). Modified green synthesis of Fe3O4@SiO2 nanoparticles for pH responsive drug release. *Materials Science and Engineering C*, *112*. https://doi.org/10.1016/j.msec.2020.110900

Cassia Mayora, D., Sugihartono, I., Purwandanu Soewoto, H., Futukhillah Fataba Alaih, A., Triyono, D., Setiawan Mohar, R., Swee Tiam, T., & Fisika dan Aplikasinya, J. (n.d.). *SPEKTRA: Jurnal Fisika dan Aplikasinya SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION ANALYSIS OF FE 3 O 4 /SiO 2 CORE SHELL*. https://doi.org/10.21009/SPEKTRA

Han, J. S., & An, G. S. (2021). Preparation of dual-layered core–shell fe3o4@sio2 nanoparticles and their properties of plasmid dna purification. *Nanomaterials*, *11*(12). https://doi.org/10.3390/nano11123422

Komail Boustani1, Saber Farjami Shayesteh2, Mojtaba Salouti3, Atefeh Jafari2 , Alireza Ahadpour Shal4Synthesis, characterisation and potentialbiomedical applications of magnetic core–shell structures: carbon-, dextran-, SiO2- andZnO-coated Fe3O4 nanoparticles. doi: 10.1049/iet-nbt.2017.0044www.ietdl.org

Liu, H., Siani, P., Bianchetti, E., Zhao, J., & Di Valentin, C. (2021). Multiscale simulations of the hydration shells surrounding spherical Fe3O4nanoparticles and effect on magnetic properties. *Nanoscale*, *13*(20), 9293–9302. https://doi.org/10.1039/d1nr01014j

Madhavi, Kumar, M., Ansari, J. R., Kumar, V., Nagar, S., & Sharma, A. (2022). Fe3O4 Coated SiO2 Magnetic Nanoparticles for Enhanced Antibacterial Activity and Electrochemical Sensing. *Metals*, *12*(12). https://doi.org/10.3390/met12122145

Mahmud, N., Benamor, A., Nasser, M. S., Ba-Abbad, M. M., El-Naas, M. H., & Mohammad, A. W. (2021).

Effective Heterogeneous Fenton-Like degradation of Malachite Green Dye Using the Core-Shell Fe3O4@SiO2 Nano-Catalyst. *ChemistrySelect*, *6*(4), 865–875. https://doi.org/10.1002/slct.202003937

Mohammad, M., Ahmadpoor, F., & Shojaosadati, S. A. (2020). *The 11 th International Chemical Engineering Congress & Exhibition (IChEC 2020) Fouman, Iran*.

Nguyen, M. D., Tran, H. V., Xu, S., & Lee, T. R. (2021). Fe3O4 nanoparticles: Structures, synthesis, magnetic properties, surface functionalization, and emerging applications. In *Applied Sciences (Switzerland)* (Vol. 11, Number 23). MDPI. https://doi.org/10.3390/app112311301

Ning, J., Wang, M., Luo, X., Hu, Q., Hou, R., Chen, W., Chen, D., Wang, J., & Liu, J. (2018). SiO2 stabilized magnetic nanoparticles as a highly effective catalyst for the degradation of basic fuchsin in industrial dyewastewaters. *Molecules*, *23*(10). https://doi.org/10.3390/molecules23102573

Ye, F., Qin, J., Toprak, M. S., & Muhammed, M. (2011). Multifunctional core-shell nanoparticles: Superparamagnetic, mesoporous, and thermosensitive. *Journal of Nanoparticle Research*, *13*(11), 6157–6167. https://doi.org/10.1007/s11051-011-0272-8