

## ANALISIS STRUKTUR MIKRO *CORE SHELL* Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub> BERBASIS MATERIAL ALAM

Ika Kurnia Fina Sa'adah<sup>1)</sup>, Munasir<sup>2)</sup>

<sup>1)</sup>Program Studi S1 Fisika, FMIPA, UNESA, E-mail [ikasaadah@mhs.unesa.ac.id](mailto:ikasaadah@mhs.unesa.ac.id)

<sup>2)</sup>Dosen Fisika, FMIPA, UNESA, E-mail [munasir\\_physics@unesa.ac.id](mailto:munasir_physics@unesa.ac.id)

### Abstrak.

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui bentuk struktur mikro dan *core shell* dari nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub>. Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah berbasis material alam yaitu Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dari pasir besi Lumajang, SiO<sub>2</sub> dari pasir Bancar Tuban dan Pasir Talaud, PEG 4000. Penelitian ini dilakukan dengan cara mencairkan PEG 4000, kemudian ditambahkan a-SiO<sub>2</sub> dari pasir Bancar dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dengan komposisi masing-masing. Mengulangi langkah tersebut dengan SiO<sub>2</sub> yang berbeda yaitu c-SiO<sub>2</sub> dari pasir Talaud. Setelah itu dikarakterisasi dengan XRD, FTIR, dan TEM. Hasil *X-Ray Diffraction* (XRD) menunjukkan bahwa dengan SiO<sub>2</sub> yang berbeda tidak mempengaruhi struktur kubik dari partikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Hasil *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) didapatkan puncak-puncak yang menunjukkan adanya puncak a-SiO<sub>2</sub> dan magnetik (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) yaitu ikatan Si-O-Fe pada bilangan gelombang 555-568 cm<sup>-1</sup>. Sedangkan hasil dari *Transmission Electron Microscope* (TEM) didapatkan bentuk *core shell* Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub> dengan ukuran partikel sebesar ~25 nm dan ketebalan silika ~ 9nm, dimana partikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> terselimuti oleh partikel SiO<sub>2</sub>. Hal ini menunjukkan bahwa nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub> berbasis material alam telah berhasil diformasikan sebagai *core shell* Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub>.

**Kata kunci:** *core shell*, nanokomposit, silika, dan magnetik.

### Abstract

This research aims to know the microstructure shape of the shell and core shell of nanocomposite Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub>. The material that used is a natural based material which is Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> from Lumajang iron sand, SiO<sub>2</sub> from Bancar Tuban sand and Talaud sand, PEG 4000. This research is done by melting PEG 4000, then added a-SiO<sub>2</sub> from Bancar sand and Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> with each composition. Repeating that step by using different type of SiO<sub>2</sub> which is c-SiO<sub>2</sub> from Talaud sand. After that the result is characterized with XRD, FTIR, and TEM. The outcome of *X-Ray Diffraction* (XRD) shows that different SiO<sub>2</sub> does not influence the cubic structure of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> particle. The result of *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR) obtained many peaks that shows the peak of SiO<sub>2</sub> particle and magnetic particle (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) which is the bound of Si-O-Fe on 555-568 cm<sup>-1</sup> wavenumber. While the result of *Transmission Electron Microscope* (TEM) obtained the shape of core shell Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub> with the particle size about ~25 nm and the silica thickness is about ~9nm where the Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> particle is covered by the SiO<sub>2</sub> particle. This shows that the nanocomposite Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub> based on natural material has managed to formed as core shell of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub>.

**Kata kunci:** *core shell*, nanocomposite, silica, and magnetic.

### PENDAHULUAN

Teknologi nanopartikel akhir-akhir ini telah berkembang pesat untuk diaplikasikan dalam bidang kesehatan dan industri. Partikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> merupakan material berukuran nano yang mempunyai sifat magnetic. Pemanfaatan nanopartikel magnetit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> antara lain sebagai toner, media pencatat magnetik, untuk bahan diagnose, dan terapi kanker (Berkovsky, 1993; dan Hilberti, dkk., 1997). Material Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> mempunyai sifat

magnetik yang sangat baik karena memiliki keunggulan dibanding senyawa mineral lain. Sifat magnetik Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> memberikan keunggulan dalam merespon medan magnet luar sehingga magnetit memiliki hubungan kuat dalam medan magnet dibandingkan senyawa besi oksida lainnya. Magnetit merupakan senyawa kimia dalam bentuk besi oksida yang terdapat dalam mineral pasir selain kandungan pasir besi seperti maghemit (γ-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dan hematite (α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Pasir tersebut biasa disebut pasir besi (*iron sands*) atau pasir hitam (*black sands*) (Berkovsky, 1993).

Di Indonesia, sumber daya alam bahan galian berupa pasir sangat melimpah. Keberadaan pasir ini menarik untuk diteliti potensi pasirnya. Salah satu daerah yang terdapat pasir besi adalah Kabupaten Lumajang. Oleh karena itu, pada penelitian ini akan digunakan pasir besi dengan sampel pasir besi dari Kabupaten Lumajang. Berbagai metode sintesis telah dikembangkan, maka diperlukan pengembangan metode agar reaksi berlangsung lebih efisien. Sintesis material adalah reaksi antara dua zat atau lebih dengan menggunakan alat tertentu untuk membentuk zat baru. Sintesis ini dilakukan untuk memperoleh produk baru dan sifat fisis yang berbeda dari penyusun material tersebut.

Sintesis partikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, pada umumnya menggunakan metode kopresipitasi. Namun teknologi yang paling efektif dan ekonomis adalah metode adsorpsi tanpa degradasi kimia (Merdekani, 2013). Salah satu bahan adsorpsi yang telah banyak digunakan adalah silika. Bahan silika memiliki beberapa keuntungan diantaranya bahan murninya dapat dengan mudah disintesis dalam skala besar dan memiliki kapasitas pertukaran kation yang tinggi. Hal ini menjadikan silika berguna dalam perkembangan berbagai jenis teknologi nanokomposit, yaitu kombinasi antara dua material atau lebih yang masing-masing material penyusun (matrik dan filler) memiliki sejumlah sifat berbeda.

Pada penelitian sebelumnya, metode yang digunakan untuk mensintesis nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub> adalah sol gel dan kopresipitasi. Dengan metode sol gel, telah berhasil disintesis nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub> dengan ukuran partikel 30 nm menggunakan bahan utama TEOS (*Tetraethyl Orthosilicate*) (G.H.Du, 2006). Pada penelitian Suryani dengan metode kopresipitasi, ukuran partikel nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dengan penambahan konsentrasi silika 5% sebesar 11,45 nm dan 20% sebesar 12,37 nm. Bahan utama yang digunakan oleh Suryani adalah FeSO<sub>4</sub>, 7H<sub>2</sub>O, FeCl<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O, dan larutan *Sodium Silicate Solution* (Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>) (Suryani, 2015).

Berdasarkan uraian diatas, peneliti tertarik dengan penelitian yang berkaitan dengan nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub>, namun dari bahan yang berbeda yaitu berbasis material alam, sintesis Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dari pasir besi Lumajang sedangkan Sintesis SiO<sub>2</sub> dari pasir Bancar Tuban dan pasir Talaud. Dalam proses nanokomposit dengan penambahan material lain seperti silika (SiO<sub>2</sub>) berfungsi untuk mengontrol ukuran dan struktur pori Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Pencampuran Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan SiO<sub>2</sub> nantinya membentuk formasi *core shell* Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub> (Farzad Zamani, 2014).

## METODE PENELITIAN

### A. Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini adalah gelas kimia, gelas ukur, *magnetic stirrer*, kertas saring, neraca digital, spatula, pH meter, pipet, stopwatch,

spatula, corong, crucible, mortal dan alu, magnet permanen, kardus dan lampu 60 watt. Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain pasir Bancar Tuban, pasir Talaud, pasir besi Lumajang, NaOH, HCl 2M, NH<sub>4</sub>OH, PEG 4000, dan aquades.

### B. Variabel Operasional Penelitian

Variabel operasional yang digunakan dalam penelitian ini meliputi variabel manipulasi adalah jenis silika(a-SiO<sub>2</sub>/c-SiO<sub>2</sub>). Variabel kontrol adalah massa Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Sedangkan variabel respon adalah bentuk *core shell* Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub>.

### C. Prosedur Penelitian

Pembentukan nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@a-SiO<sub>2</sub>, Pertama dengan mencairkan serbuk PEG dengan diaduk diatas stirer pada suhu 60°C selama 10 menit. Setelah itu menambahkan serbuk a-SiO<sub>2</sub> dengan diaduk sampai merata. Memasukkan serbuk Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> kedalam campuran tersebut selama 5 menit sampai Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> memutar dengan sendirinya. Nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> divariasikan dengan jenis SiO<sub>2</sub> dan massa PEG yang berbeda-beda. Endapan yang dihasilkan dikeringkan pada suhu ruang. Mengulangi langkah tersebut dengan SiO<sub>2</sub> yang berbeda yaitu c-SiO<sub>2</sub>.

**Tabel 1.** Komposisi komposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> @SiO<sub>2</sub>

Sampel	Massa(gram)			
	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	a-SiO <sub>2</sub>	c-SiO <sub>2</sub>	PEG
1	0.5	0.75	-	0.75
2	0.5	-	0.75	0.75

### Tahap Karakterisasi Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub>.

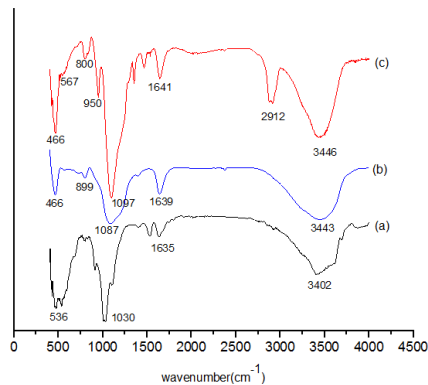
Nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub> dikarakterisasi dengan XRD untuk mengetahui terjadinya komposit antara keduanya yaitu Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan SiO<sub>2</sub>. FTIR untuk mengetahui gugus fungsi yang dimiliki oleh sampel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub>. Selain itu dikarakterisasi juga dengan TEM untuk mengetahui morfologi dan bentuk *core shell* Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub>.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### A. Nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@a-SiO<sub>2</sub>

Difraktogram hasil XRD menunjukkan pola difraksi dari silika amorf dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Berdasarkan hasil XRD, puncak difraksi nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@a-SiO<sub>2</sub> terjadi pada 2θ = 30.07°, 35.46°, 43.17°, 53.55°, 56.97° yang menunjukkan peak dari partikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> tidak berubah, dengan bidang kristal masing-masing (220), (311), (400), (422), dan (511).

Setelah diuji XRD, hasil sintesis nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@a-SiO<sub>2</sub> dikarakterisasi dengan FTIR untuk mengetahui gugus-gugus fungsi dari sampel nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@a-SiO<sub>2</sub>. Gambar 1 merupakan hasil pengujian FTIR dari sintesis nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@a-SiO<sub>2</sub>.

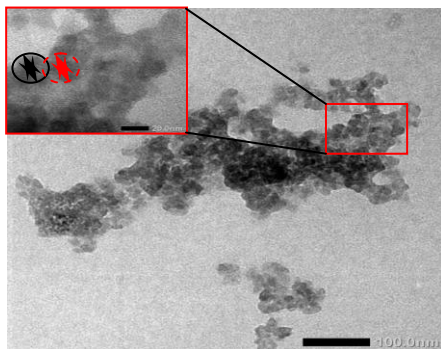


**Gambar 1.** Hasil uji FTIR (a) nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, (b) nanopartikel a-SiO<sub>2</sub>, dan (c) nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@a-SiO<sub>2</sub>

Berdasarkan hasil uji FTIR pada Gambar 1, pada bilangan gelombang 468 cm<sup>-1</sup> adanya vibrasi bending ikatan Si-O-Si or O-Si-O. Pada bilangan gelombang 567 cm<sup>-1</sup> merupakan karakteristik pita serapan dari ikatan Fe-O, sehingga diidentifikasi adanya nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Sedangkan pada bilangan gelombang 950 dan 1097 cm<sup>-1</sup> menunjukkan vibrasi asimetri dan simetri stretching dari ikatan Si-O-Si di dalam oksigen pada silika, sehingga partikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> berhasil dilapisi oleh lapisan a-SiO<sub>2</sub> (Farzad Zamani et al, 2014). Pada bilangan gelombang 1641-3464 cm<sup>-1</sup> merupakan vibrasi *stretching* dan *bending* ikatan H-O-H. Gugus-gugus fungsi tersebut memiliki kemiripan dengan karakteristik gugus fungsi nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@a-SiO<sub>2</sub> yang diperoleh dari referensi.

### B. TEM Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@a-SiO<sub>2</sub>

Uji TEM dilakukan untuk mengetahui struktur morfologi dari sampel. Pada penelitian ini yang diuji TEM adalah nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@a-SiO<sub>2</sub> yang diformasikan sebagai *core shell* Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@a-SiO<sub>2</sub>.



**Gambar 2.** Estimasi ukuran partikel nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@a-SiO<sub>2</sub>

Berdasarkan hasil TEM pada Gambar 2 terlihat bahwa bentuk partikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@a-SiO<sub>2</sub> berbentuk bulat seperti bola dengan permukaan yang halus. Rata-rata ukuran partikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@a-SiO<sub>2</sub> sebesar ~25 nm dan terjadi aglomerasi (penggumpalan) partikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> di dalam bulatan kecil sehingga permukaan SiO<sub>2</sub> tumbuh di atas atau melapisi partikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Bentuk *core shell* Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@a-SiO<sub>2</sub> menunjukkan bahwa partikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> berwarna hitam kemudian terselimuti oleh partikel SiO<sub>2</sub> yang berwarna abu-abu agak terang. Dengan demikian, hal ini menunjukkan bahwa nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@a-SiO<sub>2</sub> telah berhasil yang diformasikan sebagai *core shell* Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@a-SiO<sub>2</sub>.

## SIMPULAN DAN SARAN

### A. SIMPULAN

Berdasarkan hasil dan pembahasan yang telah dilakukan dalam penelitian ini, maka dapat diambil kesimpulan antara lain:

1. Partikel silika dari pasir Bancar memiliki struktur amorf (a-SiO<sub>2</sub>) dan dari pasir Talaud memiliki struktur kristal quartz (c-SiO<sub>2</sub>).
2. Dari hasil XRD dapat teramati bahwa puncak nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub> mirip dengan struktur nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> karena lapisan dari a-SiO<sub>2</sub> merupakan lapisan tidak mengubah struktur nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> meskipun SiO<sub>2</sub> memiliki struktur yang berbeda. Sedangkan hasil dari FTIR didapatkan puncak-puncak yang menunjukkan adanya puncak SiO<sub>2</sub> (Si-O-Si) dan -OH, gugus fungsi dari magnetik Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> terdapat ikatan Fe-O, sedangkan nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub> terdapat gugus fungsi Si-O-Fe.
3. Berdasarkan analisis TEM membuktikan bahwa sintesis nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub> telah berhasil membentuk *core shell* yang ditandai dengan partikel ferromagnetik Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> terselimuti dalam rongga partikel SiO<sub>2</sub> dengan rata-rata ukuran partikel sebesar ~25 nm dan ketebalan silika sebesar ~9nm.

### B. SARAN

Dalam penelitian ini disarankan sebelum melakukan komposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@a-SiO<sub>2</sub>, pastikan bahwa partikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan SiO<sub>2</sub> itu benar-benar sampel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan SiO<sub>2</sub> yang berukuran nanometer. Selain itu, Sebelum karakterisasi TEM, sebaiknya dipastikan dulu sampel yang akan diuji TEM dan saat pengujian TEM kita harus melihat hasilnya secara langsung agar hasil gambarnya sesuai dengan harapan.

## DAFTAR PUSTAKA

- Hilberty *et al.* 1997. *Invest Radiol.* 32 (1997)705.
- Abbas, Mohamed. 2014. Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub> Core/Shell Nanocubes:Novel Coating Approach with Tunable Silica Thickness and Enhancement in Stability and Biocompatibility. 5:6.
- Ahangaran *et al.* 2013. *Surface modification of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> @ SiO<sub>2</sub> microsphere by silane coupling agent.* Jurnal International Nano Letters.
- Alizadeh, Abdolhamid *et al.* 2012. *Biguanide-Functionalized Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub> Magnetic Nanoparticles: An Efficient Heterogeneous Organosuperbase Catalyst for Various Organic Transformations in Aqueous Media.* Bull Korean Chem.Vol.33, No.8.
- Berkovky.*et.al.* 1993. *Magnetic Fluids: Engineering Application.* Oxford: Oxford University Press.
- Du,G.H *et al.* 2006. *Characterization and application of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub> nanocomposite.* J Sol-Gel Sci Techn. 39:285–291 DOI 10.1007/s10971-006-7780-5.
- Merdekani,Sera. 2013. *Sintesis Partikel Nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub> dengan Metode Koprinsipitasi.* Prosiding seminar nasional Sains dan Teknologi Nuklir. UNPAD.
- Suryani,dkk. 2015. *Sintesis Nanopartikel Magnetite (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) dengan Template silika (SiO<sub>2</sub>) dan Karakterisasi Sifat Kemagnetannya.* Universitas Gadjah Mada.
- Zamani, Farzad. 2014. *Polyvinyl amine coated Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub> magnetic microspheres for Knoevenagel condensation.* Dalian Institute of Chemical Physics. Chinese academy.