

# Pengaruh Penambahan Ag Terhadap Struktur Kristal dan Sifat Optik Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, serta Variasi Massa Nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ag terhadap Karakteristik Kurva Surface Plasmon Resonance Menggunakan Metode Sintesis Hijau

Flora Rosdiana Lumbansiantar <sup>(1,a)\*</sup>, Edi Suharyadi <sup>(2,b)</sup>, Suprihatin <sup>(1)</sup> dan Posman Manurung <sup>(1)</sup>

<sup>(1)</sup>Jurusan Fisika, Universitas Lampung, Bandar Lampung, Indonesia, 35141

<sup>(2)</sup>Departemen Fisika, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta, Indonesia, 55281

Email : <sup>(a)</sup>[floralumbansiantar08@gmail.com](mailto:floralumbansiantar08@gmail.com), <sup>(b)</sup>[esuharyadi@ugm.ac.id](mailto:esuharyadi@ugm.ac.id)

Diterima (16 Mei 2025), Direvisi (19 Januari 2026)

**Abstract.** Surface plasmon resonance (SPR) was investigated in the Kretschmann configuration using a four-layer structure prism/Au thin film/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ag/air with Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ag nanocomposite masses of 0.025, 0.05, 0.075, and 0.1 g. Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> was synthesized via a green route using Moringa oleifera extract and subsequently decorated with Ag (100 mM) to form Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ag nanocomposites. XRD analysis confirms that Ag addition does not alter the inverse-spinel crystal structure of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, but increases the crystallite size. UV-Vis measurements show a redshift of the absorbance toward longer wavelengths after Ag incorporation. Au was deposited on the prism by vacuum evaporation, while Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ag layers were deposited onto Au by spray coating. The initial prism/Au/air system produced an SPR angle ( $\theta_{\text{SPR}}$ ) of 45.67° with a minimum reflectance ( $R_{\text{min}}$ ) of 0.4208. After coating Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ag,  $\theta_{\text{SPR}}$  shifted to 45.98°, 46.38°, 46.75°, and 46.77° with  $R_{\text{min}}$  of 0.5645, 0.6977, 0.7239, and 0.7663, corresponding to angular shifts of 0.31°, 0.71°, 1.08°, and 1.11°. These results indicate that increasing nanocomposite mass leads to a larger SPR-angle shift and higher  $R_{\text{min}}$ , reflecting stronger perturbation of the effective refractive index near the metal surface.

**Keywords:** Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ag nanocomposite, green synthesis, surface plasmon resonance (SPR), UV-Vis, XRD.

**Abstrak.** Fenomena *surface plasmon resonance* (SPR) diamati menggunakan konfigurasi Kretschmann pada struktur empat lapis prisma/lapisan tipis Au/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ag/udara dengan variasi massa nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ag sebesar 0,025; 0,05; 0,075; dan 0,1 g. Nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> disintesis melalui metode sintesis hijau berbasis ekstrak daun Moringa oleifera, kemudian didekorasi dengan Ag (100 mM) untuk membentuk nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ag. Karakterisasi XRD menunjukkan bahwa penambahan Ag tidak mengubah struktur kristal spinel invers Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, namun meningkatkan ukuran kristalit. Spektrum UV-Vis memperlihatkan pergeseran puncak serapan ke panjang gelombang yang lebih besar (redshift) setelah penambahan Ag. Lapisan tipis Au dideposisikan pada sisi prisma menggunakan vacuum evaporator, sedangkan nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ag dideposisikan di atas Au dengan metode spray. Pada sistem awal prisma/lapisan tipis Au/udara diperoleh sudut SPR ( $\theta_{\text{SPR}}$ ) sebesar 45,67° dengan reflektansi minimum ( $R_{\text{min}}$ ) 0,4208. Setelah pelapisan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ag,  $\theta_{\text{SPR}}$  beraser menjadi 45,98°; 46,38°; 46,75°; dan 46,77° dengan  $R_{\text{min}}$  masing-masing 0,5645; 0,6977; 0,7239; dan 0,7663, sehingga diperoleh  $\Delta\theta_{\text{SPR}}$  sebesar 0,31°; 0,71°; 1,08°; dan 1,11°. Hasil ini menegaskan bahwa semakin besar massa nanokomposit yang dideposisikan, semakin besar pergeseran sudut SPR dan semakin tinggi nilai  $R_{\text{min}}$  akibat perubahan indeks bias efektif di dekat permukaan logam.

**Kata kunci:** nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ag, sintesis hijau, surface plasmon resonance (SPR), UV-Vis, XRD.

## PENDAHULUAN

Pada beberapa dekade terakhir ini, perkembangan biosensor berbasis *Surface Plasmon Resonance* (SPR) mengalami peningkatan secara terus menerus dan signifikan. Biosensor berbasis SPR banyak dikembangkan karena memiliki kemampuan deteksi respon cepat, pengujian tanpa merusak, bebas label, dan pemantauan waktu nyata. Biosensor ini dapat digunakan pada beberapa aplikasi seperti deteksi suhu pada pengendalian lingkungan, keamanan makanan, biomedis, penyimpanan data, dan deteksi biologis [1].

SPR adalah fenomena optik, dimana gelombang *surface plasmon* (SP) tereksitasi pada permukaan lapisan tipis logam dan media dielektrik pada sudut datang tertentu. Gelombang SP yang dihasilkan oleh elektron bebas pada permukaan lapisan tipis logam sangat sensitif terhadap perubahan kecil pada indeks bias lapisan biomolekuler, yang pada gilirannya menyebabkan terjadinya pergeseran sudut SPR. Sudut dengan reflektansi paling minimum disebut sudut SPR [2].

Biosensor SPR memiliki kekurangan yaitu keterbatasan dalam pendekripsi biomolekul dengan ukuran dan konsentrasi rendah [3]. Salah satu strategi yang efektif untuk meningkatkan sensitivitas biosensor SPR adalah dengan penggunaan nanopartikel magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) [4]. Nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> memiliki kelebihan yaitu sifat magnetik yang unggul, luas permukaan besar [5], berat molekul yang tinggi, dan indeks bias yang tinggi, yang dapat meningkatkan sinyal SPR [6]. Kendati demikian, nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> juga memiliki kekurangan yaitu stabilitas kimia yang rendah dan mudah teraglomerasi. Oleh karena itu, dibutuhkan modifikasi permukaan nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> untuk mencegah aglomerasi serta meningkatkan stabilitas dan dispersibilitas nanopartikel

Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> [7].

Salah satu nanopartikel yang memungkinkan untuk meningkatkan dispersibilitas nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> adalah nanopartikel Ag. Nanopartikel Ag merupakan nanopartikel yang banyak digunakan dalam meningkatkan performa biosensor SPR. Nanopartikel Ag bersifat dispersif, memiliki stabilitas baik serta mudah berikatan dengan material lain, termasuk nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> [8]. Nanopartikel Ag juga memiliki kelebihan yaitu merupakan material plasmonik sehingga dapat menghasilkan fenomena *localized surface plasmon resonance* (LSPR). LSPR adalah peningkatan medan elektromagnetik di sekitar permukaan nanopartikel yang pada gilirannya akan meningkatkan signal SPR [9]. Oleh karena itu, penggabungan nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan Ag dalam komposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ag merupakan pilihan yang tepat dalam upaya meningkatkan sensitivitas biosensor SPR [10].

Nanopartikel dapat disintesis menggunakan beberapa metode dan yang paling umum digunakan adalah metode kopresipitasi konvensional. Akan tetapi, metode sintesis konvensional memiliki beberapa kekurangan yaitu biaya produksi tinggi, polusi lingkungan, dan penggunaan bahan kimia beracun dan berbahaya sehingga tidak ramah lingkungan [11]. Untuk mengatasi ataupun mengurangi permasalahan tersebut, dikembangkan metode sintesis hijau. Keunggulan metode sintesis hijau adalah ramah lingkungan, biaya murah dan membutuhkan energi yang tidak terlalu tinggi [12].

Salah satu tanaman yang banyak digunakan untuk sintesis nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dengan metode sintesis hijau adalah *Moringa oleifera* (MO). Ekstrak daun MO mengandung senyawa fenolik dan flavonoid yang berperan penting dalam mereduksi ion Fe(III) dan Fe(II) serta dapat bertindak sebagai zat penstabil dalam

proses sintesis nanopartikel [13].

Studi eksperimental tentang SPR telah banyak dilakukan oleh beberapa peneliti, masing-masing memiliki karakteristik dan tujuan yang berbeda. Salah satunya yaitu penelitian tentang suatu sifat *localized surface plasmon resonance* (LSPR) nanopartikel Ag menggunakan metode sintesis hijau. Hasil penelitian menunjukkan bahwa peningkatan konsentrasi *polyvinylpyrrolidone* (PVP) menyebabkan pergeseran sudut LSPR ke arah sudut datang yang lebih besar [14]. Hal ini membuktikan bahwa penggunaan PVP berpotensi mengoptimalkan kinerja sensor berbasis SPR di masa mendatang.

Pengamatan sifat SPR nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan menggunakan metode sintesis hijau menunjukkan kurva SPR mengalami pergeseran sudut ke nilai yang lebih besar dengan meningkatnya konsentrasi kitosan [15]. Hasil ini menunjukkan bahwa penggunaan kitosan dalam nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dapat meningkatkan sifat SPR, yang berpotensi untuk aplikasi biosensor berbasis SPR.

Pengamatan sifat LSPR biosensing by electro-optik nanopartikel komposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{Ag}$  menggunakan metode sintesis hijau menunjukkan pergeseran sudut LSPR ke nilai yang lebih besar dengan meningkatnya konsentrasi Ag pada  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  [16]. Hasil menunjukkan bahwa penggunaan nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{Ag}$  berpotensi meningkatkan kinerja sensor SPR.

Berbeda dengan penelitian sebelumnya yang hanya menitikberatkan pada satu aspek seperti pengaruh PVP, kitosan, atau konsentrasi Ag, penelitian ini menghadirkan pendekatan baru dengan mengkaji secara simultan pengaruh penambahan Ag terhadap struktur kristal dan sifat optik  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , serta karakteristik kurva SPR berdasarkan variasi massa nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{Ag}$  dalam konfigurasi Kretschmann. Metode sintesis yang digunakan adalah sintesis hijau menggunakan ekstrak MO. Karakterisasi

struktur kristal dilakukan menggunakan X-Ray Diffraction (XRD) dan sifat optik menggunakan Ultraviolet-visible (UV-Vis). Karakteristik kurva SPR dikaji pada sistemprisma/AuThinFilm/ $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{Ag}/$ udara dengan variasi massa  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{Ag}$ : 0,025; 0,05; 0,075; dan 0,1 gram.

Keterbaruan utama dari penelitian ini terletak pada eksplorasi sistematis terhadap pengaruh variasi massa nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{Ag}$  terhadap karakteristik kurva SPR, yang hingga kini masih jarang dilaporkan, khususnya dengan pendekatan sintesis hijau. Pemilihan parameter variasi massa didasarkan pada kondisi fabrikasi berbasis spray-coating, di mana massa serbuk yang dilarutkan/dideposisikan menjadi parameter praktis yang langsung merepresentasikan jumlah material yang menempel pada permukaan Au. Dalam praktiknya, perubahan massa umumnya berkorelasi dengan perubahan ketebalan lapisan dan/atau kerapatan partikel, sehingga memodifikasi indeks bias efektif pada antarmuka logam-dielektrik dan memengaruhi posisi sudut SPR. Dengan demikian, variasi massa memberikan cara yang sederhana namun relevan untuk mengoptimalkan kondisi pelapisan (trade-off antara pergeseran sudut dan kedalaman minimum reflektansi) pada pengembangan biosensor SPR.

Implikasi langsung bagi pengembangan biosensor SPR adalah tersedianya strategi penalaan (tuning) lapisan penguat berbasis  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{Ag}$  untuk meningkatkan interaksi *medan evanescent* dengan lapisan pengindera. Pergeseran sudut yang lebih besar mengindikasikan perubahan indeks bias yang lebih signifikan di dekat permukaan, sehingga berpotensi meningkatkan sensitivitas terhadap pengikatan biomolekul. Pada penelitian lanjutan, parameter kinerja lain seperti lebar setengah maksimum (FWHM), figure of merit, serta batas deteksi terhadap analit dapat dievaluasi untuk melengkapi analisis performa.

## METODE PENELITIAN

Dalam penelitian ini alat dan bahan yang digunakan antara lain gelas ukur, gelas beaker, labu erlenmeyer, spatula besi, *hot plate/magnetic stirrer*, kertas whatman, pipet tetes, neraca analitik, lemari pendingin, *furnace*, *ultrasonic cleaner*, thermometer, meja magnet, prisma, laser merah (He-Ne) dengan panjang gelombang  $\lambda = 623,8$  nm, serbuk *Moringa oleifera* (MO), FeCl<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O, FeSO<sub>4</sub>.7H<sub>2</sub>O, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> NPs, (3-Aminopropyl) triethoxysilane (APTMS), etanol, AgNO<sub>3</sub>, aquades, NH<sub>4</sub>OH, Au, alkohol 70%.

Sintesis hijau nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ag menggunakan ekstrak MO. Pembentukan nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ag dibagi menjadi pembentukan nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/APTMS, Ag, dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ag. Pada pembuatan larutan MO: 5 gram serbuk MO dilarutkan dalam 60 ml aquades, diaduk selama 1 jam pada suhu 100°C dan kecepatan 600 rpm. Larutan didiamkan hingga mencapai suhu 30°C, disaring menggunakan kertas Whatman 01, dan disimpan di lemari pendingin untuk diproses lebih lanjut.

Sintesis hijau Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>: langkah pertama adalah 4,054gram FeCl<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O dan 2,086gram FeSO<sub>4</sub>.7H<sub>2</sub>O dilarutkan dalam aquades dan diaduk selama 15 menit dengan kecepatan 600 rpm. Kemudian, 10 ml larutan MO ditambahkan, diaduk selama 30menit pada suhu 60°C dan 600 rpm. Setelah itu, 30 ml larutan NH<sub>4</sub>OH 10% ditambahkan secara bertahap selama 90 menit. Larutan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang dihasilkan diendapkan menggunakan meja magnet permanen dan dicuci dengan aquades sebanyak 7 kali. Residu Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dikeringkan selama 2 jam pada suhu 100°C.

Modifikasi permukaan magnetit menggunakan APTMS: 0,5gram Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, 200 ml etanol, 12 ml APTMS, 12 ml NH<sub>4</sub>OH dicampur dan disonikasi selama 90 menit. Larutan diendapkan

menggunakan meja magnet dan dicuci sebanyak 3 kali. Residu Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/APTMS dikeringkan selama 2 jam pada suhu 70°C.

Pembuatan larutan Ag: 1,36gram serbuk perak nitrat (AgNO<sub>3</sub>) dilarutkan dalam 70 ml aquades dan diaduk dengan kecepatan 450 rpm selama 1 jam pada suhu kamar. Setelah 1 jam, suhu dinaikkan ke 60°C. Kemudian 10 ml ekstrak MO dititrasi selama 30 menit dengan kecepatan 450 rpm pada suhu ruang dan diperoleh larutan AgMO berwarna kuning kecoklatan.

Fabrikasi nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ag: Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dimodifikasi dengan APTMS dicampurkan ke dalam larutan AgNO<sub>3</sub> sebanyak 80 ml dan etanol 96% dengan pengadukan selama 4 jam dan kecepatan 600 rpm. Kemudian, larutan diendapkan selama 30 menit, dicuci sebanyak 2 kali. Residu Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ag dikeringkan pada suhu 60°C selama dua jam. Setelah itu serbuk nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ag dilakukan karakterisasi XRD untuk melihat struktur kristal serta UV-Vis untuk melihat sifat optik sampel.

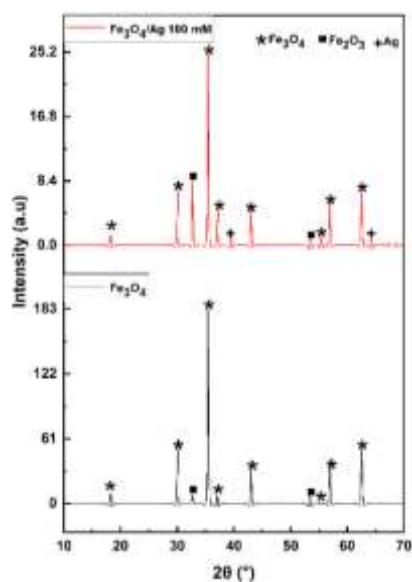
## HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada sintesis hijau, ion Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, Fe<sup>2+</sup> dan ion Fe<sup>3+</sup> direduksi menjadi atom besi (Fe<sup>0</sup>) oleh gugus hidroksil (-OH) yang disebut tahap aktivasi [17]. Flavonoid berubah dari bentuk enol ke bentuk keto, melepaskan atom hidrogen reaktif yang mereduksi Fe. Lalu, terjadi fase nukleasi yang menciptakan nanopartikel kecil. Kemudian, pada fase pertumbuhan, nanopartikel menyatu dan membentuk morfologi tertentu. Pada fase akhir, yaitu terminasi, nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> mencapai aktivitas maksimum sehingga memiliki bentuk dan ukuran yang stabil [16].

Gugus hidroksil (-OH) yang terdapat dalam flavonoid digunakan sebagai agen pereduksi dalam sintesis hijau perak untuk

mengubah ion perak ( $\text{Ag}^+$ ) menjadi atom perak ( $\text{Ag}^0$ ). Jumlah  $\text{Ag}^0$  yang dihasilkan cukup besar dengan ukuran yang kecil. Kemudian, selama fase nukleasi dan pertumbuhan,  $\text{Ag}^0$  yang saling berdekatan akan mengelompok dan membentuk nanopartikel  $\text{Ag}$  [18]. Nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang telah terbentuk difungsikan dengan APTMS untuk membentuk rantai aminosilan pada permukaannya. Rantai ini adalah agen pengikat ion  $\text{Ag}$  [19]. Permukaan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  diolah menggunakan APTMS sebagai penghubung antara  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan  $\text{Ag}$ . Langkah terakhir adalah modifikasi permukaan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dengan  $\text{Ag}$  membentuk  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{Ag}$ .

Hasil karakterisasi XRD dapat dilihat pada **Gambar 1**.



**Gambar 1.** Spektrum XRD  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{Ag}$  dengan tanda (\*), (■), dan (+) menunjukkan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , dan  $\text{Ag}$ .

**Gambar 1** menyajikan spektrum XRD, dengan kurva berwarna hitam mewakili nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan kurva berwarna merah mewakili nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{Ag}$  (100 mM). Semua sampel menunjukkan puncak difraksi  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  pada sekitar sudut  $18,3^\circ$ ;  $30,1^\circ$ ;  $35,5^\circ$ ;  $37,3^\circ$ ;  $43,1^\circ$ ;  $55,3^\circ$ ;  $57,1^\circ$ ; dan  $62,6^\circ$ . Puncak tertinggi yaitu sudut  $35,5^\circ$  terjadi pada bidang kisi hkl (311). Sedangkan puncak

yang lain berada pada bidang kisi hkl (111) untuk sudut  $18,3^\circ$ , (220) untuk sudut  $30,1^\circ$ , (222) untuk sudut  $37,3^\circ$ , (400) untuk sudut  $43,1^\circ$ , (422) untuk sudut  $55,3^\circ$ , (511) untuk sudut  $57,1^\circ$ , dan (440) untuk sudut  $62,6^\circ$ . Puncak-pundak ini mengkonfirmasi bahwa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  memiliki struktur spinel invers dengan *Space Group* No. 227 (Fd -3m) yang sesuai dengan *database* ICDD No. 01-075-0449 [20].

Namun, terdapat fasa pengotor yaitu  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  yang muncul pada kedua sampel. Keberadaan fasa ini ditunjukkan dengan munculnya dua puncak pada bidang kisi hkl (222) di sekitar sudut  $32,7^\circ$  dan (422) di sekitar sudut  $53,3^\circ$ . Puncak-pundak ini sesuai dengan *database* ICDD No. 00-032-0469. Fasa ini diperkirakan muncul selama pengeringan dan persiapan untuk proses sintesis selanjutnya karena sebagian kecil  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  terpapar oksigen, mengubah fasa dari  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  menjadi  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  melalui reaksi oksidasi [21].

Pada sampel  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{Ag}$ , fasa lain yang terbentuk yaitu fasa  $\text{Ag}$ . Berdasarkan kode referensi JCPDS No. 00-900-8459,  $\text{Ag}$  memiliki struktur *face-centered cubic* (FCC). Spektrum difraksi  $\text{Ag}$  diindikasikan oleh munculnya puncak pada sekitar sudut  $39,3^\circ$  terjadi pada bidang kisi hkl (111), dan sudut  $64,2^\circ$  terjadi pada bidang kisi hkl (220). Hal ini menandakan pengendapan  $\text{Ag}$  pada permukaan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  [22].

Ukuran kristalit dan parameter kisi nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan nanokomposit  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{Ag}$  dihitung dari spektrum tertinggi dalam pola XRD. Ukuran kristalit dan parameter kisi masing-masing sampel dapat dilihat pada **Tabel 1**. Ukuran kristalit dapat dihitung menggunakan persamaan *Debye-Scherrer*.

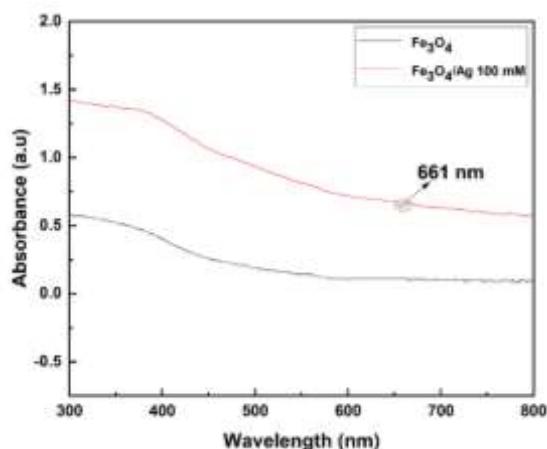
**Tabel 1.** Ukuran kristalit, parameter kisi  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{Ag}$ .

Sampel	Ukuran kristalit	Parameter kisi
--------	------------------	----------------

	(nm)	(Å)
Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	37,1	8,4
Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /Ag 100 mM	41,1	8,4

Setelah penambahan Ag, nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ag menunjukkan peningkatan ukuran kristalit. Penambahan Ag secara efektif memperluas ukuran kristalit nanokomposit. Peningkatan ukuran kristal nanokomposit disebabkan oleh pemanasan selama proses modifikasi [23] dan mengindikasikan bahwa permukaan nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang disintesis menggunakan metode sintesis hijau telah berhasil dimodifikasi dengan Ag. Intensitas puncak difraksi Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ag lebih rendah dibandingkan dengan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> karena berkurangnya ketebalan nanopartikel Ag pada permukaan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> [24].

Spektrum UV-Vis nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ag ditunjukkan pada **Gambar 2**.

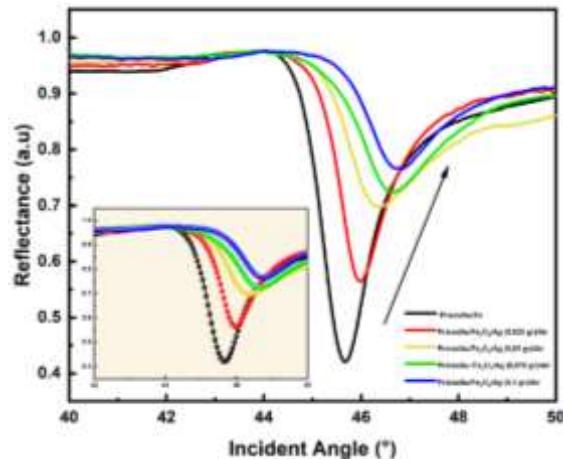


**Gambar 2.** Spektrum Absorbansi Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ag.

**Gambar 2** memperlihatkan bahwa nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> tidak memiliki spektrum absorbansi. Pada nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ag (100 mM), spektrum absorbansi diperoleh pada panjang gelombang 661 nm. Spektrum absorbansi nanokomposit

Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ag bergeser ke kanan [25]. Selain itu, peningkatan ukuran partikel mengakibatkan pergeseran puncak absorpsi ke arah sisi panjang panjang gelombang yang lebih tinggi (*redshift*) [26]. Hal ini didukung oleh data XRD, yang mengindikasikan bahwa nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang dilapisi nanopartikel Ag memiliki ukuran kristalit yang lebih besar. Ukuran kristalit yang lebih besar dapat mengindikasikan ukuran partikel yang lebih besar [27].

Karakterisasi XRD dilakukan untuk mengetahui struktur kristal Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ag. Hasil karakteristik SPR ditunjukkan seperti pada **Gambar 3**.



**Gambar 3.** Kurva SPR Variasi Massa Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ag.

**Gambar 3** menunjukkan bentuk kurva SPR dari sistem prisma/Au Thin Film/udara, prisma/Au Thin Film/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ag/udara dengan 4 variasi massa dari Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ag. Sudut SPR ( $\theta_{SPR}$ ) pada sistem prisma/Au Thin Film/udara terjadi pada sudut 45,67° dengan reflektansi minimum ( $R_{min}$ ) sebesar 0,4208. Setelah dideposisi nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ag dengan variasi massa 0,025 gram; 0,05 gram; 0,075 gram, dan 0,1 gram menyebabkan peningkatan sudut SPR. Masing-masing sudut SPR ( $\theta_{SPR}$ ) pada sistem prisma/Au Thin Film/ Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> /Ag / udara yaitu terjadi pada sudut 45,98° dengan reflektansi minimum ( $R_{min}$ ) sebesar

0,5645, pada sudut  $46,38^\circ$  dengan reflektansi minimum ( $R_{min}$ ) sebesar 0,6977, pada sudut  $46,75^\circ$  dengan reflektansi minimum ( $R_{min}$ ) sebesar 0,7239, pada sudut  $46,77^\circ$  dengan reflektansi minimum ( $R_{min}$ ) sebesar 0,7663. Pergeseran sudut masing-masing sebesar  $0,31^\circ$ ,  $0,71^\circ$ ,  $1,08^\circ$ , dan  $1,11^\circ$ . Sudut SPR dari masing-masing sampel dapat dilihat pada **Tabel 2**.

**Tabel 2** Sudut Surface Plasmon Resonance (SPR)

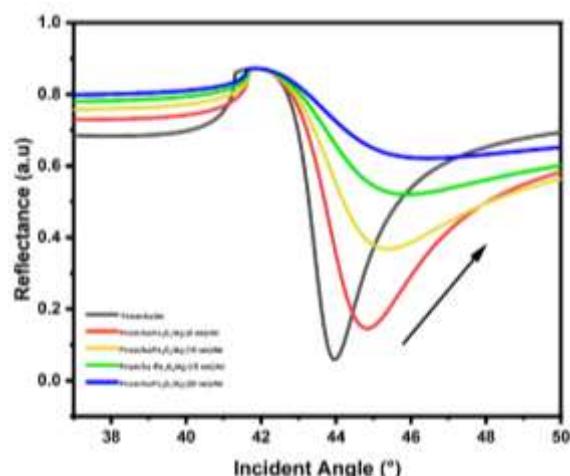
Struktur sampel	$\theta_{SPR}$ ( $^\circ$ )	$\Delta\theta_{SPR}$ ( $^\circ$ )	$R_{min}$ (a.u)
Prisma/Au Thin Film/udara	45,67	-	0,4208
Prisma/Au Thin Film/ $Fe_3O_4/Ag$ (0,025 gram)/udara	45,98	0,31	0,5645
Prisma/Au Thin Film/ $Fe_3O_4/Ag$ (0,05 gram)/udara	46,38	0,71	0,6977
Prisma/Au Thin Film/ $Fe_3O_4/Ag$ (0,075 gram)/udara	46,75	1,08	0,7239
Prisma/Au Thin Film/ $Fe_3O_4/Ag$ (0,1 gram)/udara	46,77	1,11	0,7663

Ketika nanopartikel diendapkan pada permukaan logam, indeks bias di sekitar logam berubah, yang menyebabkan pergeseran sudut SPR [28]. Pergeseran sudut SPR selama proses deposisi  $Fe_3O_4/Ag$  disebabkan oleh pergeseran dalam hubungan dispersi, sehingga titik kopling antara gelombang SP dan gelombang *evanescent* mengalami pergeseran. Oleh karena itu, perubahan sudut SPR yang terkait dengan perubahan indeks bias dapat memperkuat sinyal dari sensor LSPR [29].

Dalam skema pengukuran SPR berbasis sudut (angular interrogation), parameter keluaran utama yang diamati adalah perubahan sudut resonansi ( $\Delta\theta_{SPR}$ )

akibat perubahan indeks bias di sekitar lapisan logam. Oleh karena itu,  $\Delta\theta_{SPR}$  dapat digunakan sebagai indikator awal peningkatan performa sensor karena berbanding lurus dengan sensitivitas sudut terhadap perubahan lingkungan optik. Meskipun metrik lain seperti FWHM dan figure of merit tidak dihitung pada penelitian ini, kecenderungan peningkatan  $\Delta\theta_{SPR}$  dengan bertambahnya massa  $Fe_3O_4/Ag$  menunjukkan penguatan kopling gelombang plasmon dan peningkatan respons terhadap perubahan indeks bias efektif pada antarmuka.

Hasil penelitian membuktikan bahwa penambahan nanokomposit  $Fe_3O_4/Ag$  pada lapisan tipis Au dapat menyebabkan pergeseran sudut SPR ke kanan menuju sudut datang yang lebih besar dan menaikkan reflektansi. Selain itu, peningkatan massa nanokomposit  $Fe_3O_4/Ag$  yang dideposisikan pada lapisan tipis Au menyebabkan pergeseran sudut SPR ke kanan menuju sudut datang yang lebih besar dan menaikkan reflektansi. Hasil ini sejalan dengan kurva SPR dari sistem prisma/Au Thin Film/udara, prisma/Au Thin Film/ $Fe_3O_4/Ag$ /udara dengan variasi ketebalan nanokomposit  $Fe_3O_4/Ag$  (5, 10, 15, dan 20 nm) yang disimulasikan menggunakan *software* Winspal seperti pada **Gambar 4**.

**Gambar 4.** Simulasi Kurva SPR Vasiasi Ketebalan  $Fe_3O_4/Ag$

**Gambar 4** menunjukkan peningkatan ketebalan nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ag yang dideposisikan pada lapisan tipis Au menyebabkan pergeseran sudut SPR ke kanan menuju sudut datang yang lebih besar dan menaikkan reflektansi. Ini mengindikasikan bahwa peningkatan massa nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ag berkontribusi terhadap peningkatan ketebalan nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ag. Nilai *real part* (N) dari Au sebesar 0,18377 dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ag sebesar 1,61454, imaginary part (K) dari Au sebesar 3,43131 dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ag sebesar 2,62016. Nilai N dan K dari Au diperoleh dari eksperimen ellipsometer pada penelitian sebelumnya [30]. Nilai N dan K dari Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ag diperoleh dari eksperimen ellipsometer oleh peneliti sebelumnya. Nilai *real part* (N) dari risma sebesar 1,5151 yang diperoleh dari data [refractiveindex.com](http://refractiveindex.com).

Hasil penelitian menunjukkan bahwa peningkatan massa maupun ketebalan nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ag yang dideposisikan pada lapisan tipis Au menyebabkan pergeseran sudut SPR. Pergeseran sudut SPR ini dapat dimanfaatkan sebagai indikator untuk mendeteksi dan mengidentifikasi biomolekul yang terikat pada permukaan logam [31]. semakin besar pergeseran sudut SPR, semakin tinggi sensitivitas biosensor terhadap perubahan lingkungan, sehingga memungkinkan deteksi biomolekul dalam konsentrasi yang sangat rendah dengan presisi tinggi. Oleh karena itu, pergeseran sudut SPR menjadi parameter utama dalam menilai keberhasilan deteksi biosensor, dan nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ag berperan penting dalam meningkatkan sensitivitas deteksi biosensor [32].

## KESIMPULAN

Berdasarkan hasil karakterisasi XRD, penambahan Ag pada Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> tidak mengubah struktur kristal Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> tetapi menyebabkan ukuran kristalit semakin

besar, dari 37,1 nm menjadi 41,1 nm. Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> memiliki struktur spinel invers dengan *Space Group* No. 227 (Fd -3m) dan Ag memiliki struktur *face-centered cubic* (FCC). Berdasarkan hasil karakterisasi UV-Vis, penambahan Ag pada Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> menyebabkan spektrum absorbansi bergeser ke panjang gelombang yang lebih panjang. Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> tidak memiliki spektrum absorbansi dan setelah ditambahkan Ag 100 mM, spektrum absorbansi diperoleh pada panjang gelombang 661 nm. Penambahan nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ag pada lapisan tipis Au menyebabkan pergeseran sudut SPR ke arah sudut datang yang lebih besar, serta meningkatkan nilai reflektansi minimum. Semakin besar massa nanokomposit yang ditambahkan, maka semakin besar pergeseran sudut SPR yang terjadi.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] Y. Son, M. Sun, H. Wu, W. Zhao, Q. Wang, "Temperature Sensor Based on Surface Plasmon Resonance with TiO<sub>2</sub>-Au-TiO<sub>2</sub> Triple Structure", *Materials*, vol. 15, no. 21, pp. 1- 13, November. 2022.
- [2] J. Homola, S. S. Yee, and G. Gauglitz, "Surface Plasmon Resonance Sensors", *Sensor Actuators B Chemical*, vol. 5, no. 1-2, pp. 3-15, January. 1999.
- [3] S. Zeng, D. Baillargeat, H. P. Ho, and K. T. Yong, "Nanomaterials Enhanced Surface Plasmon Resonance for Biological and Chemical Sensing Applications", *Chem Soc Rev*, vol. 43, no. 10, pp. 3426- 3452, February. 2014.
- [4] M. Oktivina, D. T. Nurrohman, A. N. Q. Z. Rinto, E. Suharyadi, and K. Abraha, "Effect of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Magnetic Nanoparticle Concentration on the Signal of Surface Plasmon Resonance (SPR) Spectroscopy", *Materials Science and Engineering*, vol. 202, no. 1, pp. 1-7, May. 2017.

- [5] X. Liu, L. Li, Y. Q. Liu, X. B. Shi, W. J. Li, Y. Yang, and L. G. Mao, "Ultrasensitive Detection of Deltamethrin by Immune Magnetic Nanoparticles Separation Coupled with Surface Plasmon Resonance Sensor", *Biosensor and Bioelectronics*, vol. 59, no. 1, pp. 328- 334, September. 2014.
- [6] S. H. S. Mandala, T. J. Liu, C. M. Chen, K. K. Liu, M. Januar, Y. F. Chang, and Liu, K. C, "Enhanced Plasmonic Biosensor Utilizing Paired Antibody and Label-Free Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Nanoparticles for Highly Sensitive and Selective Detection of Parkinson's A Synuclein in Serum", *Biosensors*, vol. 11, no. 10, pp. 1-17, October. 2021.
- [7] S. E. F. Camacho, E. J. S. Benitez, A. G. GarciaL. M. A. Arellano, and J. F. P. Robles, "How to Decrease the Agglomeration of Magnetite Nanoparticles and Increase Their Stability Using Surface Properties", *Colloids and Surfaces A*, vol. 574, no. 1, pp. 29- 35, August. 2019.
- [8] S. Zhan, C. Li, H. Tian, C. Ma, H. Liu, J. Luo, M. and Li, M, "Synthesis, Characterization and Dye Removal Behavior of Core-Shell Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ag/Polyoxometalates ternary Nanocomposites" *Nanomaterials*, vol. 9, no. 9, pp. 1 – 13, September. 2019.
- [9] B. Wu, Q. Wang, "Design optimization of highly sensitive LSPR enhanced surface plasmon resonance biosensors with nanoholes", *Chinese Optics Letters*, vol. 6, no. 5, pp. 323-326, May. 2008.
- [10] A. N. Dizaji, M. Yilmaz, E. Piskan, "Silver or Gold Deposition onto Magnetite Nanoparticles by Using Plant Extracts as Reducing and Stabilizing Agents", *Artificial Cells, Nanomedicine, and Biotechnology*, vol. 44, no. 4, pp. 1109-1115, March. 2015.
- [11] X. Wang, X. Wang, Y. Liu, T. Chu, C. Dai, Y. Yang, & Y. Zhang, "Surface Plasm a Enhanced Fluorescence Combined Aptamer Sensor Based on Silica Modified Silver Nanoparticles for Signal Amplification Det ection of Cholic Acid" *Microchemical Journal*, vol. 168, no. 1, pp. 1- 6, September. 2021.
- [12] P. Raveendran, J. Fu, and S. L. Wallen, "Completely Green Synthesis and Stabilization of Metal Nanoparticles. *J. AM. CHEM SOC*, vol. 125, no. 46, pp. 13940-13941, October. 2003.
- [13] B. Vongsak, P. Sithisarn, S. Mangmool, S. Thongpraditchote, Y. Wongkrajang, and W. Gritsanapan, "Maximizing Total Phenol ic, Total Flavonoids Contents and Antioxidant Activity of Moringa Oleifera Leaf Extract by the Appropriate Extraction Method", *In dustrial crops and products*, vol. 44, pp. 56 6- 571, January. 2013.
- [14] N. Adrianto, A. M. Panre, N. I. Istiqomah, M. Riswan, F. Apriliani, and E. Suharyadi, "Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Localized Surface Plasmon Resonance Properties of Green-Synthesized Silver Nanoparticles", *Nanostr uctures & Nano Objects*, vol. 31, no. 1, pp. 1- 12, July. 2022.
- [15] R. Cuana, A. M. Panre, N. I. Istiqomah, R. M. Tumbelaka, Sunaryono, S. T. Wicaksono, and E. Suharyadi, E, "Green Synthesis of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Chitosan Nanoparticles Utilizing Moringa Oleifera Extracts and Their Surface Plasmon Resonance Properties", *ECS Journal of Solid State*, vol. 11, no. 8, pp. 1-9, August. 2022.
- [16] S. Wahyuni, M. Riswan, N. Adrianto, M. Y. Dharmawan, R. M. Tumbelaka, R. Cuana, N. I. Istiqomah, A. Jiananda, S. Garcia, and E. Suharyadi, "Localized Surface Plasmon Resonance

Properties Dependence of Green-Synthesized Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ag Composite Nanoparticles on Ag Concentration and an Electric Field for Biosensor Application”, *Photonics & Nanostructures Fundamentals and Applications*, vol. 57, pp. 1- 14, December. 2023.

[17] S. Jain and M. S. Mehata, “Medicinal Plant Leaf Extract and Pure Flavonoid Mediated Green Synthesis of the Silver Nanoparticles and Their Enhanced Antibacterial Property”, *Scientific Reports*, vol. 7, no. 15867, pp. 1- 13, November. 2017.

[18] N. V. Reddy, H. Li, T. Hou, M. S. Bethu, Z. Ren, and Z. Zhang, “Phytosynthesis of Silver Nanoparticles Using Perilla Frutescens Leaf Extract: Characterization and Evaluation of Antibacterial, Antioxidant, and Anticancer Activities”, *International Journal of Nanomedicine*, vol. 16, pp. 15-29, January. 2021.

[19] S. Guo, S. Dong, and E. Wang, “A General Route to Construct Diverse Multifunctional Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Metal Hybrid Nanostructures”, *Chemistry-A European Journal*, vol. 15, no. 10, pp. 1- 9, February. 2009.

[20] V. Nikolic, M. Milic, S. Jovanovic, and V. Girman, “Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Nanoparticles as Additives for GAMMA- Ray Shielding: Structural and Surface Characterization”, *Scientific Technical Review*, vol. 67, no. 2, pp. 20 – 26, December. 2017.

[21] E. R. Monazam, R. W. Breault, and S. Ranjani, “Kinetics of Magnetite (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) Oxidation to Hematite (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) in Air for the Chemical Looping Combustion”, *Industrial Engineering Chemistry Research*, vol. 53, no. 34, pp. 13320–13328, August. 2014.

[22] M. Ghazanfari, F. Johar, and A. Yazdani,

“Synthesis and Characterization of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ag coreshell: Structural, Morphological, and Magnetic Properties”, *Journal of Ultrafine Grained and Nanostructured Material*, vol. 47, no. 2, pp. 97- 103, December. 2014.

[23] A. Jafari, S. F. Shayesteh, and K. Boustani, “Dependence of Structural Phase Transition and Lattice Strain of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanoparticle on Calcination Temperature”, *Indian Journal of Physics*, vol. 89, no. 6, pp. 551- 560, December. 2014.

[24] S. M. Ghaseminezhad and S. A. Shijaosadati, “Evaluation of the Antibacterial Activity of Ag/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Nanocomposites Synthesized Using Starch”, *Carbohydrate Polymers*, vol. 144, pp. 454- 463, June. 2016.

[25] L. M. Tung, X. C. Nguyen, L. T. Huy, N. T. Lan, V. N. Phan, N. Q. Hoa, L. K. Vinh, N. V. Thinh, L. T. Tai, D. T. Ngo, K. Molhave, T. Q. Huy, and A. T. Le, “Synthesis, Characterizations of Superparamagnetic Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ag Hybrid Nanoparticles and Their Application for Highly Effective Bacteria Inactivation”, *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, vol. 16, no. 6, pp. 5902- 5912, June 2016.

[26] A. Amirjani, F. Firouzi, and D. F. Haghshenas, “Predicting the Size of Silver Nanoparticles from Their Optical Properties”, *Plasmonics*, vol. 15, no. 1, pp. 1- 6, January. 2020.

[27] M. Y. Darmawan, N. I. Istiqomah, N. Adrianto, R. M. Tumbelaka, A. D. Nugraheni, and E. Suharyadi, “Green Synthesis of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ag Magnetic Properties for Magnetic Hyperthermia Applications”, *Results in Chemistry*, vol. 6, pp. 1- 11, December. 2023.

[28] S. Mitra and M. Basak, “Diverse Bio-Sensing and Therapeutic Applications of Plasmon Enhanced Nanostructures”, *Materials Today*, vol. 57, pp. 225-261, August.

2022.

[29] C. Zhou, H. Zou, C. Su, D. Ren, J. Chen, and Y. Li, “Signal Amplification Strategies for DNA-Based Surface Plasmon Resonance Biosensors”, *Biosensors and Bioelectronic*, vol. 117, pp. 678- 689, October. 2018.

[30] M. Riswan, E. Widianto, N. I. Istiqomah, C. Driyo, I. Arifin, and E. Suharyadi, “Tuning Optical Properties of Au Thin Film Using Electric Field for Surface Plasmon Resonance Biosensor Application”, *Optical Materials*, vol. 150, pp. 1- 13, April. 2024.

[31] N. Rajabiah, “Surface Plasmon Resonance (SPR) Phenomenon of the Oxidizing and Reducing Polypyrrole”, *Jurnal Teknik Mesin Univ. Muhammadiyah Metro*, vol. 5, no. 2, pp. 149- 154, September. 2017.

[32] S. Husain. M. Arifin, E. Suharyadi, and K. Abraha, “Pengamatan Fenomena Surface Plasmon Resonance Pada Sistem Lapisan Tipis Perak- Nanopartikel Magnetik Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> untuk Aplikasi Biosensor”, Prosiding Seminar Nasional Material, vol.1, no.1, pp.1-128, April. 2012.

Lumbansiantar, FR: Pengaruh Penambahan Ag terhadap Struktur Kristal dan Sifat Optik Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, serta Variasi Massa Nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ag terhadap Karakteristik Kurva Surface Plasmon Resonance Menggunakan Metode Sintesis Hijau