

Peran *Capping Agent* terhadap Morfologi SrTiO₃ Bulat Berongga yang Terbentuk dari Susunan Nanokubus melalui Metode Solvotermal

The Role of Capping Agent on the Morphology of SrTiO₃ Hollow Sphere Built by Assembly of Nanocubes under Solvothermal Conditions

Yulia Eka Putri^{*1}, Merida Saputri¹, Rahmadhini Anwar¹, Nova Andriani¹, Rathesa Najeela¹, Thalabul Ilmi², Diana Vanda Wellia¹, Arif Hidayat³

¹Jurusan Kimia, FMIPA Universitas Andalas, Padang, Indonesia 25163

²Jurusan Kimia, FMIPA Institut Teknologi Bandung, Bandung, Indonesia, 40132

³Jurusan Fisika, FMIPA Universitas Negeri Malang, Malang, Indonesia, 65145

*Corresponding author: yuliaekaputri@sci.unand.ac.id

Received: December 2018; Revision: May 2019; Accepted: May 2019; Available online: May 2019

Abstrak

SrTiO₃ bulat berongga yang tersusun dari nano kubus telah disintesis dengan penambahan *cetyltrimethylammonium bromide* (CTAB) sebagai *capping agent* untuk mengontrol morfologi partikel. Kondisi sintesis pada suhu 220 °C selama 48 jam dengan perbandingan mol Sr:Ti = 1:1.25 dan perbandingan material awal dengan CTAB adalah 1:0.5 menghasilkan partikel dengan kristalinitas yang tinggi pada puncak spesifik $2\theta = 32.41^\circ$ bidang 110 yang merujuk pada struktur perovskit kubus. Penghalusan struktur kristal dengan metoda *Rietveld* menunjukkan bahwa struktur kristal hasil pengukuran memiliki kecocokan yang tinggi dengan hasil perhitungan dengan nilai *Rwp* adalah 12.07. Interaksi antara CTAB dan permukaan SrTiO₃ terlacak pada spektrum FTIR dengan angka gelombang 1100-1250 cm⁻¹ membuktikan adanya vibrasi ulur C-N yang melemah akibat proses *capping*. Foto SEM menunjukkan bahwa partikel yang terbentuk umumnya memiliki bentuk bulat berongga, sementara foto TEM memperlihatkan partikel berongga berukuran mikro dibentuk dari susunan nanokubus berukuran rata-rata 20 nm.

Kata kunci: Capping agent, partikel berongga, nanokubus, solvotermal, perovskite.

Abstract

The synthesis of SrTiO₃ hollow sphere built as assembly of nanocubes using *cetyltrimethylammonium bromide* (CTAB) as capping agent was aimed to control the size and shape of the particles. The condition of the synthesis at 220 °C for 48 hours with a molar ratio of Sr:Ti was 1:1.25 and starting material:CTAB was 1:0.5, have resulted the particles with a high crystallinity with specific XRD peaks at 2θ ; 32.41 (110), which was in agreement with the cube-perovskite structure. The refinement of the crystal structure by the *Rietveld* method showed that the crystal structure of the measurement results has a high match with the result of the calculation with *Rwp* value was 12.07. The interaction between CTAB and the surface of SrTiO₃ traced in the FTIR spectrum with wave number 1100-1250 cm⁻¹ indicated the stretching vibration of C-N was weakened due to the capping process. SEM images showed the particles with hollow microsphere, while TEM images revealed that the hollow particles were assembled by nanocubes with an average size of 20 nm.

Keywords: Capping agent, hollow, nanocube, solvothermal, perovskite.

DOI: 10.15408/jkv.v5i1.9972

1. PENDAHULUAN

Penelitian nanomaterial dengan dimensi rendah seperti material 1-dimensi (1D), 2-dimensi (2D) dan 3-dimensi (3D) sudah menjadi isu penting dalam

perkembangan ilmu material secara fundamental maupun dari sudut pandang industri. Aplikasi yang luas serta kinerja yang tinggi mengakibatkan material dengan struktur nano banyak digemari, seperti material sensor

gas, elektroda sel surya, fotokatalis, termoelektrik, dan peralatan industri berskala nano. Apabila dilihat dari segi sifatnya, maka sifat fisika dan kimia material nano sangat berbeda dengan struktur makro (bulk) sehingga sifatnya sangat mudah dimodifikasi dengan teknik rekayasa struktur molekul dan morfologi (bentuk dan ukuran). Hal ini menjadikan material nano menjadi material maju dengan fungsi terdepan yang spesifik (Jaksik *et al.*, 2017; Pearce, 2012; Wang *et al.*, 2018; Zhang *et al.*, 2016).

Pesatnya pencarian material maju berbasis senyawa oksida logam menunjukkan bahwa material ini memiliki keunggulan dibandingkan dengan material lainnya, antara lain memiliki ketahanan sifat kimia yang baik karena tidak mudah berkarat, tahan pada suhu tinggi, tidak bersifat racun, mudah diperoleh dan harga ekonomis (Tritt *et al.*, 2006). Keberagaman oksida logam berasal dari struktur kristalnya yang kompleks dan perubahan struktur elektroniknya yang unik yang mengakibatkan munculnya variasi bilangan oksidasi, bilangan koordinasi, simetri, kestabilan medan kristal, masa jenis, stoikiometri, sifat permukaan, kemampuan penyerapan dan lain-lain. Ditambah lagi keberagaman dalam sifat hantaran listrik, hantaran panas, dielektrik, magnet dan cepatnya perubahan transisi sifat-sifat magnetiknya (Comini *et al.*, 2013; Gariglio *et al.*, 2010; Rabe, 2010).

Strontium titanat ($\text{SrTiO}_3/\text{STO}$) adalah salah satu material oksida multi fungsi yang saat ini banyak diteliti karena keunikan strukturnya. STO mengadopsi struktur perovskit dengan unit sel kubus dimana kation Sr^{2+} berada pada sudut setiap kubus yang berkoordinasi dengan 12 ion O^{2-} , sementara kation Ti^{4+} berada ditengah-tengah kubus dengan posisi sentro-simetris yang dikelilingi enam anion oksigen membentuk oktahedron TiO_6 (Shanthi *et al.*, 1998). STO perovskit menghasilkan keragaman susunan akibat rotasi dan distorsi oktahedron TiO_6 yang menghasilkan sifat dengan banyak variasi. Selain itu, penggantian atom-atom penyusunnya dengan atom lain pada posisi tertentu telah menciptakan sifat dengan karakter yang unik yang bermanfaat dalam pengembangan material maju (Chang *et al.*, 2010). Pengembangan strategi untuk mendapatkan STO dengan morfologi spesifik baik bentuk dan ukuran merupakan tantangan lain karena dua hal ini sangat mempengaruhi

struktur elektroniknya. Ukuran nano mengakibatkan munculnya efek ukuran kuantum (*quantum size effect*) yang menghasilkan kurungan kuantum (*quantum confinement*) sehingga merubah jarak pita celah padatan (Choi *et al.*, 2015). Sementara, bentuk spesifik merupakan penyedia permukaan tempat terjadinya berbagai interaksi seperti hamburan elektron atau fonon (Hicks *et al.*, 1996).

STO nano partikel yang banyak diteliti untuk aplikasi material maju adalah STO nanokubus. Koumoto *et al.*, melaporkan bahwa, pembentukan STO nanokubus 3-dimensi (3D) atau yang lebih dikenal dengan *magic cube* memberikan pengaruh besar terhadap peningkatan sifat termoelektrik material ini, terutama pada kenaikan *power factor* yang diakibatkan oleh efek penyaringan energi (*energy filtering effect*) dan kurungan kuantum (*quantum confinement*). Selain itu, permukaan kubus juga menjadi faktor utama dalam pengendalian hantaran panas kisi yang turun dengan sangat berarti dikarenakan hamburan fonon pada batas butiran (Ohta *et al.*, 2007). Disisi lain, Zheng dkk juga melaporkan tentang STO nanokubus penyusun partikel mikro berongga. Morfologi partikel spesifik ini dibangun oleh nanokubus yang seragam sehingga menghasilkan partikel bulat berongga dengan aktivitas fotokatalitik yang tinggi dalam mereduksi Cr(VI) menjadi Cr(III) (Zheng *et al.*, 2011).

Perkembangan strategi sintesis untuk memperoleh partikel STO nanokubus yang homogen bentuk dan ukuran, orientasi yang terkontrol serta struktur kristal yang teratur menjadi suatu tantangan baru. Ukuran partikel yang sama juga menentukan kemampuan dalam proses pengintian (*nucleation*) dan tahap pertumbuhan (*growth*), sehingga nanopartikel dapat didispersikan dengan terkendali (Mohammadi *et al.*, 2018). Oleh karena itu, pengendapan berair bisa diterapkan dengan meningkatkan kontrol nukleasi, pertumbuhan, dan proses pematangan inti. Disisi lain, bentuk dan struktur kristalografi bisa dikontrol dengan memanipulasi dan mengendalikan tegangan antar muka yang memungkinkan nanopartikel tumbuh dengan bentuk yang disesuaikan untuk aplikasinya. Oleh karena itu penerapan metoda kimia larutan yang tepat mampu menghasilkan morfologi partikel dan struktur kristal yang diinginkan (Kalyani *et al.*, 2015).

Pada penelitian ini, penulis mencoba mensintesis STO nanokubus dengan metoda

solvotermal menggunakan cetil trimetil ammonium bromide (CTAB) sebagai zat penjaga bentuk (*capping agent*). STO nanokubus yang terbentuk bisa digunakan lebih lanjut untuk membangun partikel berukuran lebih besar seperti pembentukan mikropartikel berongga. Penggunaan capping agent bertujuan untuk mengontrol tegangan antar muka dengan menurunkan energi permukaan sehingga bisa mengontrol bentuk STO menjadi kubus. Selain itu kami juga mengontrol rasio molar stronsium dan titanium untuk menghasilkan STO dengan kristalinitas yang tinggi.

2. METODE PENELITIAN

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah titanium tetraisopropoksida (TTIP), Sr(NO₃)₂, cetil trimetil amonium bromida (CTAB) dibeli dari Sigma-Aldrich. NaOH dan etanol p.a dibeli dari Merck. Air distilasi (akuabides), batu es, kertas saring *Whatman* no.42. Semua bahan kimia yang dipakai untuk penelitian memiliki kemurnian yang tinggi sehingga tidak perlu dilakukan pemurnian lebih lanjut. Alat yang digunakan untuk analisis sampel adalah *X-ray diffraction* (XRD, PAN analytical X-pert Pro), *Fourier Transform Infrared* (FT-IR, JEOL JSM- 6390), *Scanning Electron Microscope* (FEI, Inspect-S50) dan *Transmission Electron Microscope* (TEM, JEOL JEM 1400).

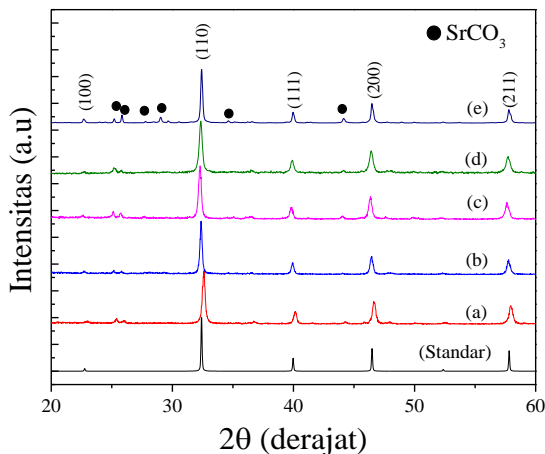
Sintesis dilakukan dengan melarutkan TTIP sebanyak 0.9267 mL dan 1.1103 mL ke dalam 12.5 mL etanol p.a dalam bejana untuk variasi mol Sr:Ti = 1:1.25 dan 1:1.5. Selama penambahan kedalam etanol, larutan terus diaduk selama 10 menit (300 rpm) sampai larutan homogen. Kedalam larutan homogen ditambahkan larutan NaOH 1 M sampai pH berkisar 14 yang ditandai dengan pembentukan suspensi berwarna putih. Bejana ini ditempatkan kedalam *ice bath* dan ditambahkan 0.5291 g Sr(NO₃)₂ sambil tetap diaduk dengan *magnetic stirrer* sampai homogen selama 20 menit (300 rpm). Setelah itu dilakukan penambahan CTAB dengan perbandingan mol STO:CTAB adalah 1:0 dan 1:0.5. Larutan dipindahkan ke dalam bejana teflon dan ditempatkan dalam *autoclave*. Proses solvotermal pada sampel ini diperlakukan terhadap variasi suhu yaitu 220 dan 240 °C selama 48 jam dengan proses pendinginan normal. Setelah proses solvotermal selesai, larutan dipisahkan secara sentrifugal dan dipindahkan ke dalam tabung

reaksi melalui penyaringan. Filtrat yang diperoleh didekantasi dan endapan dicuci dengan akuabides dan dilanjutkan dengan etanol. Endapan yang diperoleh dikeringkan dalam oven pada suhu 105 °C selama 5 jam. Bubuk yang diperoleh dikarakterisasi dengan XRD, FTIR, SEM dan TEM.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Difraktogram pengukuran sampel dengan XRD ditunjukkan pada Gambar 1. Seluruh pola XRD menunjukkan bahwa sampel yang disintesis memiliki kristalinitas tinggi yang diindikasikan dengan puncak tajam dan sempit. Puncak difraksi SrTiO₃ muncul disekitar 2 θ ; 22.68° (100), 32.41° (110), 40.02° (111), 46.48° (200), dan 57.76° (211) yang merujuk pada struktur perovskit (ICSD#94573) (Da Silva *et al.*, 2011). Kristalinitas yang tinggi terbentuk melalui proses pengintian dan pertumbuhan yang berlangsung secara terarah dibawah pengaruh suhu dan waktu. Selama sintesis berlangsung, suhu dan waktu akan mempengaruhi kelarutan serta kestabilan koloid yang dihasilkan dari proses pengintian, sehingga akan mempengaruhi pertumbuhan dan kristalinitas partikel. Selain itu, rasio molar Sr/Ti juga mempengaruhi kristalinitas sehingga terbentuk pengotor selama pertumbuhan kristal berlangsung. Sulaeman dkk telah melaporkan bahwa semakin tinggi rasio atom Sr/Ti dalam sintesis SrTiO₃ maka semakin banyak terbentuk pengotor melalui pembentukan kekosongan kation. Anion OH akan mengisi kekosongan kation sehingga terbentuk fasa baru yang menurunkan kristalinitas dan kemurnian sampel (Sulaiman *et al.*, 2010). Pada pola XRD juga bisa dilihat adanya pergeseran puncak 2 θ :34.41 (110) yang menunjukkan terjadinya perubahan konstanta kisi (volume unit sel). Penambahan atau pengurangan volume unit sel diperkirakan akibat munculnya pengaruh CTAB selama sintesis. Sampel yang disintesis tanpa penambahan CTAB (sampel a), menunjukkan terjadinya pengurangan volume unit sel, sementara sampel yang disintesis dengan penambahan CTAB (sampel b,c,d,e) mengalami penambahan volume unit sel. Penambahan CTAB mengakibatkan terjadinya interaksi antara bagian kepala CTAB yang bersifat kationik dengan ion O²⁻ seluruh permukaan SrTiO₃, sehingga muncul efek regangan kisi (*lattice strain*) yang mengakibatkan pemanjangan parameter kisi kristal. Sementara, ketiadaan CTAB selama

sintesis meningkatnya interaksi antar ion-ion dalam kristal sehingga parameter kisi kristal menjadi lebih kecil (Qin *et al.*, 2008).

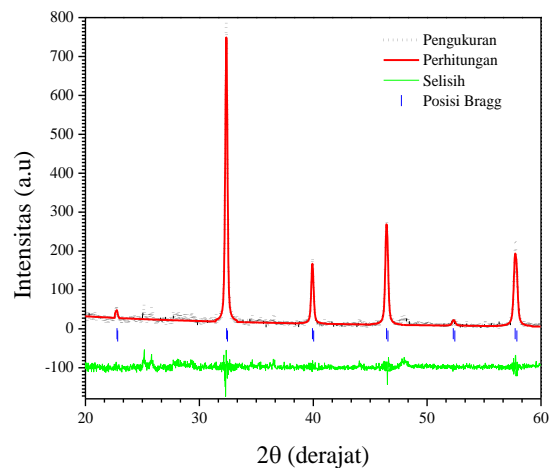


Gambar 1. Pola XRD sampel yang telah disintesis, (a) Sampel tanpa CTAB (Sr:Ti=1:1.25, T=220 °C); (b) Sampel dengan CTAB (Sr:Ti=1:1.25, T=220 °C); (c) Sampel dengan CTAB (Sr:Ti=1:1.25, T=240 °C); (d) Sampel dengan CTAB (Sr:Ti=1:1.5, T=220 °C) dan (e) Sampel dengan CTAB (Sr:Ti=1:1.5, T=240 °C).

Pada sintesis ini, pengotor yang muncul adalah SrCO_3 dengan pola difraksi berada pada 2θ ; 25.18° , 25.86° , 27.72° , 29.08° , 34.58° dan 44.16° (ICSD#202793). Keberadaan SrCO_3 sebagai pengotor dalam sampel dikarenakan oleh dua hal. Pertama, TTIP tidak larut sempurna dalam etanol sehingga konsentrasi titanium lebih sedikit dalam larutan. TTIP adalah larutan yang mudah menyerap air di udara, oleh karena itu selama pelarutan dengan etanol harus dilakukan dalam lingkungan gas inert seperti nitrogen atau argon (Makiura, 2018). Jika hal ini tidak diperhatikan maka akan terjadi dekomposisi lanjutan dengan terbentuknya titanium oksida (TiO_2). Kedua, sedikitnya jumlah ion titanium dalam larutan menyebabkan adanya ion stronsium sisa yang akan bereaksi dengan karbon dioksida di dalam autoklaf selama sintesis berlangsung membentuk stronsium karbonat (SrCO_3) (Cao *et al.*, 2011; Hu *et al.*, 2014). Oleh karena itu, perbandingan mol Sr/Ti 1:1.25 lebih baik dibandingkan Sr/Ti 1:1.5 karena tidak terbentuk pengotor dalam struktur kristalnya.

Penghalusan struktur Rietveld (*Rietveld structure refinement*) dilakukan untuk mencocokkan pola XRD yang diperoleh dari pengukuran dengan perhitungan sehingga bisa diperoleh perbedaannya. Pada penelitian ini, kami melakukan penghalusan struktur pada

semua sampel dan nilai Rwp (*weighted profile R-factor*) terkecil dimiliki oleh sampel (b) sebesar 12.07. Oleh karena itu hanya sampel ini yang kami tampilkan grafiknya seperti pada Gambar 2. Nilai Rwp yang rendah ini mengindikasikan bahwa sampel (b) memiliki tingkat kecocokan pola XRD paling tinggi dengan standar SrTiO_3 (ICSD#94573) dibandingkan dengan sampel lainnya (Pazik *et al.*, 2015). Oleh karena itu hanya sampel ini yang kami tampilkan grafik penghalusan struktur kristalnya dan untuk analisis selanjutnya.



Gambar 2. Penghalusan struktur kristal sampel (b).

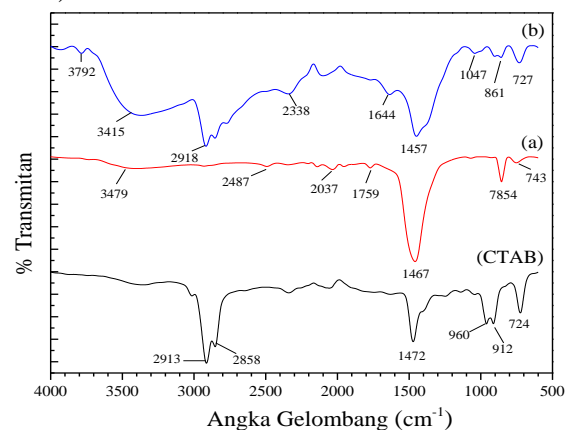
Perhitungan ukuran kristal juga dilakukan dengan mengacu pada nilai *full width at half maximum* (FWHM) pada puncak utama dengan $2\theta = 32.41^\circ$ menggunakan persamaan Scherrer. Hasil perhitungan menunjukkan bahwa masing-masing sampel memiliki ukuran kristal berturut-turut sebagai berikut: sampel (a) 32 nm, (b) 41 nm, (c) 30 nm, (d) 32 nm dan (e) 46 nm. Ukuran kristal suatu material sangat dipengaruhi oleh proses kristalisasi. Proses ini diawali dengan pembentukan fasa baru pada saat pengintian, setelah itu pertumbuhan kristal dan dilanjutkan dengan penggumpalan (*agglomeration*) atau kerusakan (*breakage*). Diantara proses tersebut, pertumbuhan kristal menjadi tahapan penting, karena pada kondisi ini terbentuk suspensi yang mendominasi penurunan kejenuhan dalam beberapa saat. Setelah kejenuhan menurun, maka ukuran kristal yang terbentuk menjadi lebih besar yang dikenal dengan mekanisme pematangan Ostwald (*Ostwald ripening*) (Kuang *et al.*, 2013; Žagar *et al.*, 2010). Disisi lain, kerusakan dan aglomerasi dapat terus terjadi pada kristal selama pertumbuhan kristal berlangsung

sehingga akan mempengaruhi ukuran kristal yang akan terbentuk. Perbedaan ukuran kristal yang diperoleh pada penelitian ini umumnya disebabkan oleh suhu dan waktu selama proses sintesis. Pada dasarnya, kenaikan suhu selama kristalisasi menyebabkan beberapa kristalit dengan orientasi yang sama bergabung dan membentuk volume yang lebih besar dengan orientasi tertentu. Sementara, semakin lama waktu sintesis akan mengakibatkan kristalit yang bergabung tersebut mengalami pertumbuhan sehingga ukuran kristal akan semakin besar. Dalam penelitian ini, yang mempengaruhi ukuran kristal hanya faktor suhu, karena semua sintesis dilakukan dalam rentang waktu yang sama. Sampel (e) memiliki ukuran kristal paling besar dikarenakan suhu sintesis yang lebih tinggi sehingga pertumbuhan kristalnya lebih cepat dibandingkan yang lain, akan tetapi puncak pengotor pada pola XRD lebih dominan dibandingkan dengan sampel lainnya. Sementara itu, pada sampel (b), ukuran kristal yang besar disebabkan oleh proses pematangan Ostwald yang sempurna sehingga kristalinitas sampel lebih tinggi dibandingkan yang lain (Markov, 2017).

Spektrum FTIR

Pengukuran sampel dengan FTIR dilakukan sebelum pencucian sampel dengan akuabides dan etanol. Interaksi antara permukaan partikel SrTiO₃ dengan *capping agent* bisa diketahui melalui spektrum FTIR seperti pada Gambar 3. Spektrum FTIR sampel yang diselubungi dengan CTAB (sampel b) memiliki spektrum yang serupa dengan spektrum CTAB. Puncak pada 2913 cm⁻¹ dan 2858 cm⁻¹ menandakan adanya vibrasi ulur C-H asimetris dan simetris dari bagian metilen. Pada daerah serapan 1472 cm⁻¹ menunjukkan adanya vibrasi ulur C-N pada bagian CH₃-N⁺. Hal ini mengindikasikan bahwa CTAB merupakan surfaktan dengan rantai alifatik yang panjang dengan muatan positif pada bagian kepala (polar) (Gutiérrez *et al.*, 2012). Sementara pada sampel (a), puncak pada 1467 cm⁻¹ mengindikasikan adanya vibrasi yang muncul akibat interaksi selama pengukuran (*instrumental artifact*). Pada sampel SrTiO₃ (a dan b) terlihat adanya serapan yang melebar pada 3479 cm⁻¹ dan pita pada 3415 cm⁻¹ yang menandakan adanya vibrasi ulur dan vibrasi bengkok dari ikatan O-H yang menegaskan bahwa sampel menyerap molekul air atau mengikat gugus hidroksil. Munculnya puncak

serapan pada 858 cm⁻¹ disebabkan oleh vibrasi ulur Sr-O. Interaksi SrTiO₃ dengan CTAB dapat dilihat dari Gambar 3 (b) dengan membandingkan spektrum serapan yang ada pada Gambar 3 (standar) dan (a). Serapan pada rentang 1100-1250 cm⁻¹ merupakan vibrasi ulur N-O yang menandakan adanya interaksi O²⁻ dari permukaan partikel SrTiO₃ dengan N⁺ dari bagian kepala CTAB. Di tambah lagi, puncak pada 1472 cm⁻¹ semakin melebar dan bergeser ke angka gelombang yang lebih kecil (1457 cm⁻¹) yang menandakan bahwa vibrasi ulur C-N menjadi melemah akibat proses *capping*. Hal ini bisa menegaskan bahwa CTAB terserap secara kimia pada permukaan kristal SrTiO₃ dengan adanya koordinasi nitrogen dalam gugus kepala CTAB dengan oksigen yang ada di permukaan STO selama pertumbuhan kristal. Dalam hal ini sangat jelas bahwa pertumbuhan STO nanokristal dan bentuk akhir partikelnya dikendalikan oleh pengikatan permukaan molekul CTAB dan energi permukaan partikelnya (Xiaowei *et al.*, 2011).



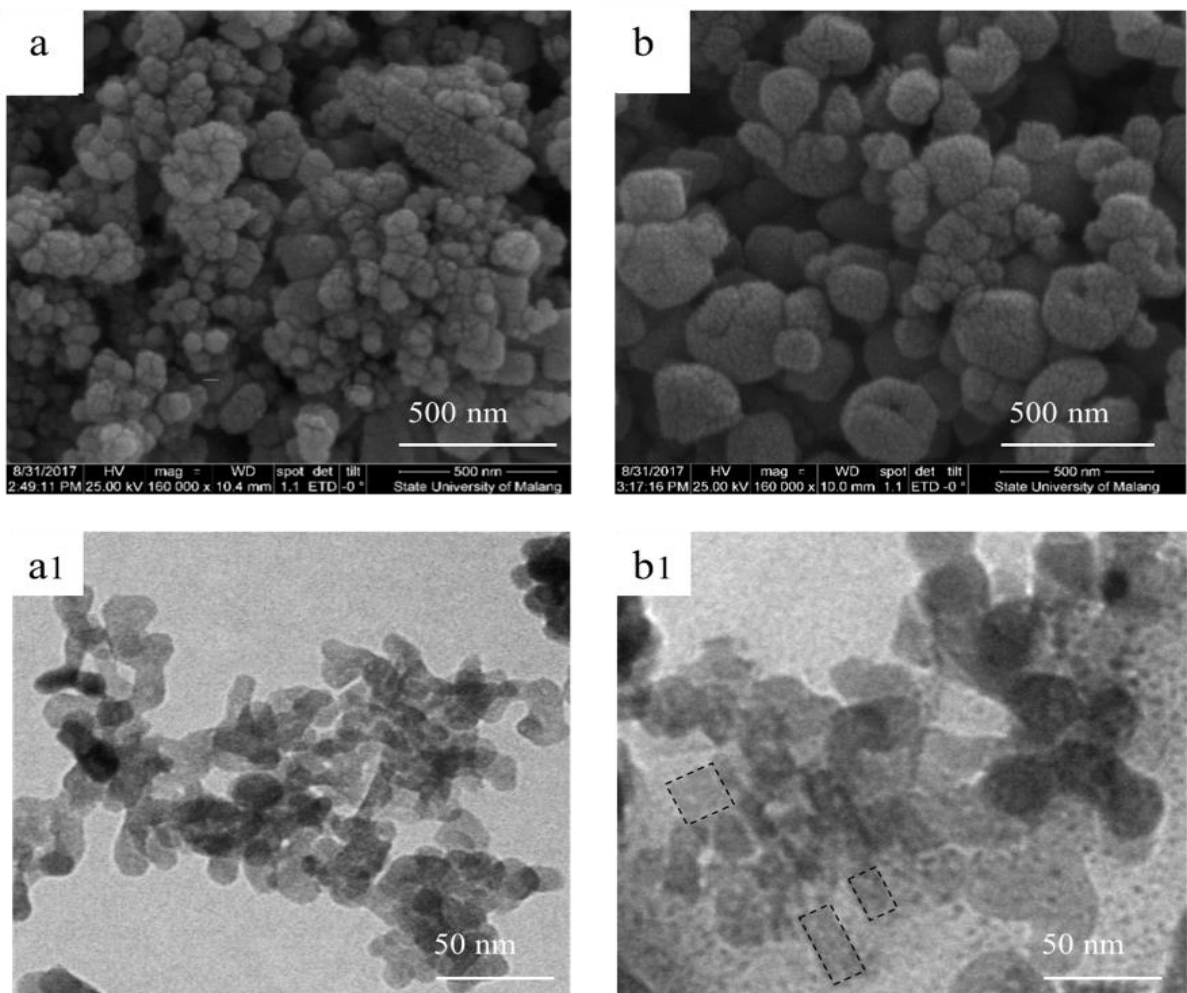
Gambar 3. Spektrum FTIR (a) Sampel tanpa CTAB (Sr:Ti=1:1,25, T=220°C); (c) Sampel dengan CTAB (Sr:Ti=1:1,25, T=220°C)

Foto FESEM dan TEM

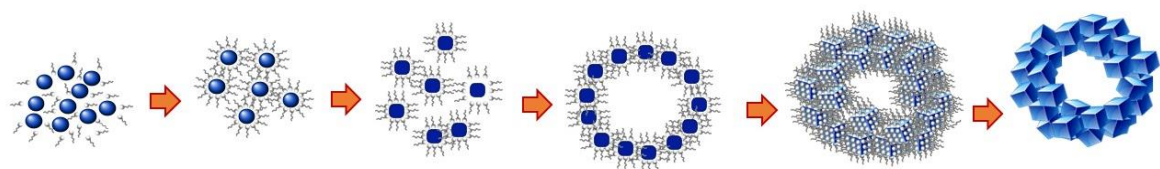
Observasi morfologi dilakukan pada sampel a dan b seperti yang ditunjukkan Gambar 4. Hal ini dikarenakan kedua sampel ini memiliki kristalinitas yang lebih baik dibandingkan sampel lainnya. Foto SEM sampel a dan b menunjukkan pembentukan gumpalan yang tersusun atas sejumlah partikel berukuran nano. Pada sampel a, terlihat bahwa gumpalan yang terbentuk memiliki ukuran yang beragam dan partikel penyusunnya juga memiliki ukuran yang bervariasi, sementara sampel b memiliki gumpalan yang lebih homogen dan lebih halus serta memiliki

ukuran partikel yang hampir sama. Selain itu, gumpalan pada sampel b membentuk rongga dimana terdapat lobang terbuka dipermukaannya. Penambahan CTAB sebagai *capping agent* pada sampel b mampu mengontrol ukuran partikel dengan cara menutupi permukaan partikel ketika terjadi peristiwa *Ostwald ripening* dalam larutan selama proses hidrotermal. CTAB akan menutupi permukaan inti kristal yang sudah terbentuk dan hanya memberi ruang sempit untuk pertumbuhan kristal tersebut sehingga ukuran partikel menjadi lebih kecil dan beragam. Selain itu, proses ini juga akan

menghindari terjadinya penggumpalan atau aglomerasi karena CTAB akan membatasi penyatuan partikel-partikel dengan energi permukaan yang tinggi selama proses hidrotermal berlangsung. Selain itu, CTAB juga berperan dalam proses pembentukan partikel rongga pada sampel b. Struktur berongga ini kemungkinan berhubungan dengan pembentukan misel CTAB dalam etanol dimana misel ini berfungsi sebagai cetakan dan pusat pengendapan selama pengintian dan pertumbuhan SrTiO₃ nanokubus (Bao *et al.*, 2017).



Gambar 4. Hasil observasi morfologi sampel yang disintesis pada Sr:Ti=1:1.25, T=220 °C selama 48 jam. (a) dan (a1) SEM dan TEM sampel tanpa CTAB, (b) dan (b1) SEM dan TEM sampel dengan CTAB.



Gambar 5. Ilustrasi mekanisme pembentukan partikel bulat berongga dengan bantuan *capping agent*.

Observasi sampel dengan TEM juga dilakukan karena bentuk serta perkiraan ukuran partikel yang terbentuk belum bisa dijelaskan oleh foto SEM. Berdasarkan hasil TEM dapat diamati bahwa SrTiO₃ yang dihasilkan tanpa penambahan CTAB (sampel a) berbentuk seperti kapsul tidak beraturan, sementara SrTiO₃ yang disintesis dengan penambahan CTAB (sampel b) berbentuk seperti kubus (*cubelike*) dan balok (*bar*). CTAB merupakan surfaktan kationik dengan bagian kepala gugus amonium bromida bersifat polar dan bagian ekor gugus karbonil bersifat non polar. Gugus amonium bagian kepala bermuatan positif (N⁺) akan tertarik pada permukaan inti SrTiO₃ yang bermuatan negatif (O²⁻), sehingga seluruh permukaan inti akan diselubungi oleh molekul CTAB yang dibuktikan melalui spektrum FTIR dengan adanya interaksi N-O. Permukaan inti yang diselubungi CTAB akan memperlambat dan mempersempit ruang pertumbuhan partikel sehingga membentuk morfologi spesifik (Phan dan Nguyen, 2017). Dalam hal ini, penambahan CTAB sebagai *capping agent* mampu mempertahankan bentuk partikel menjadi bentuk kubus, meskipun pembentukannya masih belum sempurna karena masih ditemukan beberapa partikel berbentuk batang. Ukuran partikel rata-rata SrTiO₃ dengan adanya *capping agent* adalah 20 nm, ukuran tersebut mengindikasikan bahwa partikel SrTiO₃ yang dihasilkan tergolong skala nano karena ukurannya kurang dari 100 nm. Ilustrasi dari mekanisme pembentukan partikel nanokubus penyusun struktur berongga dapat dilihat pada Gambar 5.

4. SIMPULAN

SrTiO₃ nanokubus telah disintesis melalui metoda solvotermal dan bantuan CTAB sebagai pengontrol bentuk dan ukuran partikel. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan sampel yang disintesis memiliki kristalinitas yang tinggi, hal ini ditunjukkan dari puncak pada pola XRD yang tajam dan sempit. Pada pola XRD juga ditemukan puncak SrCO₃ sebagai fasa sekunder yang terbentuk karena dua hal yaitu TTIP tidak larut sempurna dalam etanol dan adanya interaksi antara Sr yang berlebih dengan karbon dioksida selama proses solvotermal. Karakterisasi menggunakan SEM menunjukkan terbentuknya mikrostruktur berongga pada sampel yang disintesis menggunakan CTAB, sementara foto TEM

menunjukkan bahwa mikrostruktur berongga disusun atas partikel berbentuk kubus dan balok. Hal ini membuktikan bahwa CTAB berhasil berfungsi sebagai pembentuk mikrostruktur berongga dan pengontrol bentuk nanokubus SrTiO₃.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Kementerian Riset, Teknologi dan Pendidikan Tinggi Republik Indonesia yang telah mendanai penelitian ini melalui Lembaga Penelitian dan Pengabdian Masyarakat Universitas Andalas (Hibah Penelitian Pasca Doktor No.07/UN.16.17/PP.PPD/LPPM/2018).

DAFTAR PUSTAKA

- Bao Y, Wang T, Kang Q, Shi C, Ma J. 2017. Micelle-template synthesis of hollow silica spheres for improving water vapor permeability of waterborne polyurethane membrane. *Scientific Reports*. 7(1): 46638-1-14
- cao T, Li Y, Wang C, Shao C, Liu Y. 2011. A facile in situ hydrothermal method to SrTiO₃/TiO₂ nanofiber heterostructures with high photocatalytic activity. *Langmuir*. 27(6): 2946–2952.
- Chang Yj, Bostwick A, Kim Ys, Horn K, Rotenberg E. 2010. Structure and correlation effects in semiconducting SrTiO₃. *Physical Review B - Condensed Matter And Materials Physics*. 81(23): 235109-1-4.
- Choi M, Lin C, Butcher M, Rodriguez C, He Q, Posadas AB, Demkov AA. 2015. Quantum confinement in transition metal oxide quantum wells. *Applied Physics Letters*. 106(19): 192902-1-5.
- Comini E, Baratto C, Concina I, Faglia G, Falasconi M, Ferroni M, Sberveglieri G. 2013. Metal oxide nanoscience and nanotechnology for chemical sensors. *Sensors And Actuators, B: Chemical*. 179: 3–20.
- Da Silva LF, Maia LJQ, Bernardi MIB, Andrés JA, Mastelaro VR. 2011. An improved method for preparation of SrTiO₃nanoparticles. *material chemistry and physic*. 125(1-2): 168-173.
- Gariglio S, Gabay M, Triscone JM. 2010. Oxide materials: superconductivity on the other side. *Nature Nanotechnology*. 5: 13-14

- Gutiérrez-Becerra A, Barcena-Soto M, Soto V, Arellano-Ceja J, Casillas N, Prévost S, Noirez L, Gradzielski M, Escalante JI. 2012. Structure of reverse microemulsion-templated metal hexacyanoferrate nanoparticles. *Nanoscale Research Letters*. 7: 1–12.
- Hicks LD, Harman TC, Sun X, Dresselhaus MS. 1996. Experimental study of the effect of quantum-well structures on the thermoelectric figure of merit. *Physical Review B*. 53(16): r10493–r10496.
- Hu W, Li L, Li G, Liu Y, Withers RL. 2014. Atomic-scale control of TiO₆ octahedra through solution chemistry towards giant dielectric response. *scientific reports*. 4(1): 1-9
- Jaksik J, Moore HJ, Trad T, Okoli OI, Uddin MJ. 2017. Nanostructured functional materials for advanced three-dimensional (3D) solar cells. *Solar Energy Materials And Solar Cells*. 167: 121–132.
- Kalyani V, Vasile BS, Ianculescu A, Testino A, Carino A, Buscaglia MT, Nanni P. 2015. Hydrothermal synthesis of SrTiO₃: role of interfaces. *Crystal Growth And Design*. 15(12): 5712–5725.
- Kuang Q, Yang S. 2013. Template synthesis of single-crystal-like porous SrTiO₃ nanocube assemblies and their enhanced photocatalytic hydrogen evolution. *ACS Applied Materials And Interfaces*. 5(9): 3683–3690.
- Makiura R. 2018. Influence of solution pH and reaction atmosphere on the morphology of SrTiO₃ nanocubes synthesized by thermohydrolysis. *Research on Chemical Intermediates*. 44(8): 4775–4782.
- Markov IV. 2017. *Crystal Growth For Beginners Fundamentals Of Nucleation, Crystal Growth, And Epitaxy*. singapore: World Scientific Publishing co.pt.e. ltd.
- Mohammadi E, Aliofkhaezrai M, Hasanpoor M, Chipara M. 2018. Hierarchical and complex ZnO nanostructures by microwave-assisted synthesis: morphologies, growth mechanism and classification. *Critical Reviews In Solid State And Materials Sciences*. 43(6): 475–541.
- Ohta H, Kim S, Mune Y, Mizoguchi T, Nomura K, Ohta, Nakanishi Y, Ikuhara Y, Hirano M, Hosono H, Koumoto K. 2007. Giant thermoelectric seebeck coefficient of a two-dimensional electron gas in SrTiO₃. *Nature Materials*. 6(2): 129–134.
- Pazik R, Maczka M, Malecka M, Marciniak L, Ekner-Grzyb A, Mrowczynska L, Wiglusz RJ. 2015. Functional up-converting SrTiO₃:Er³⁺/Yb³⁺ nanoparticles: structural features, particle size, colour tuning and in vitro rbc cytotoxicity. *Dalton Transactions*. 44(22): 10267–10280.
- Pearce JM. 2012. Physics: make nanotechnology research open-source. *Nature*. 491(7425): 519–521.
- Phan CM, Nguyen HM. 2017. Role of capping agent in wet synthesis of nanoparticles. *Journal of Physical Chemistry A*. 121(17): 3213–3219.
- Qin W, Nagase T, Umakoshi Y, Szpunar JA. 2008. Relationship between microstrain and lattice parameter change in nanocrystalline materials. *Philosophical Magazine Letters*. 88(3): 169–179.
- Rabe KM. 2010. First-principles calculations of complex metal-oxide materials. *Annual Review Of Condensed Matter Physics*. (1): 211–235.
- Shanthi N, Sarma D. 1998. Electronic structure of electron doped: and. *Physical Review B - Condensed Matter And Materials Physics*. 57(4): 2153–2158.
- Sulaeman U, Yin S, Sato T. 2010. Solvothermal synthesis of designed nonstoichiometric strontium titanate for efficient visible-light photocatalysis. *Applied Physics Letters*. 97: 103102-1-3
- Tritt TM, Subramanian MA. 2006. Thermoelectric materials, phenomena, and applications: a bird's eye view. *MRS Bulletin*. 31(03): 188–198.
- Wang M, MI G, Shi D, Bassous N, Hickey D, Webster TJ. 2018. Nanotechnology and nanomaterials for improving neural interfaces. *Advanced Functional Materials*. 28(12): 1700905-1-28
- Xiaowei Y, Yanwei Z, Leiqing M, Longxiang H. 2011. Oleic acid assisted glycothermal synthesis of cuboidal Ba_{0.6}Sr_{0.4}TiO₃ nanocrystals and their ordered architectures via self-assembly. *Journal of Colloid and Interface Science*. 357(2): 308–316.

- Žagar K, Rečnik A, Ajayan PM, Čeh M. 2010. oriented cube-on-cube nanocrystal assembly of SrTiO₃ tubules. *Nanotechnology*. 21(37): 375605-1-7
- Zhang J, Liu X, Neri G, Pinna N. 2016. Nanostructured materials for room-temperature gas sensors. *Advanced Materials*. 28(5): 795-831.
- Zheng Z, Huang B, Qin X, Zhang X, Dai Y. 2011. Facile synthesis of SrTiO₃ hollow microspheres built as assembly of nanocubes and their associated photocatalytic activity. *Journal of Colloid and Interface Science*. 358(1): 68-72.