

**ANALISIS PARAMETER STRUKTUR PADA *REDUCED GRAPHENE OXIDE* DARI TEMPURUNG KELAPA
MENGUNAKAN METODE SCHERRER DAN
WILLIAMSON-HALL**

SKRIPSI

Oleh:
AGHEA TAHTA WAHYU AZIZAH
NIM. 16640030



**JURUSAN FISIKA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2020**

**ANALISIS PARAMETER STRUKTUR PADA *REDUCED*
GRAPHENE OXIDE DARI TEMPURUNG KELAPA
MENGUNAKAN METODE SCHERRER DAN
WILLIAMSON-HALL**

SKRIPSI

Diajukan kepada:

**Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang
Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan Dalam
Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)**

Oleh:

**AGHEA TAHTA WAHYU AZIZAH
NIM. 16640030**

**JURUSAN FISIKA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2020**

HALAMAN PERSETUJUAN

ANALISIS PARAMETER STRUKTUR PADA *REDUCED GRAPHENE OXIDE* DARI TEMPURUNG KELAPA
MENGUNAKAN METODE SCHERRER DAN
WILLIAMSON-HALL

SKRIPSI

Oleh:
Aghea Tahta Wahyu Azizah
NIM. 16640030

Telah diperiksa dan disahkan
Pada tanggal, 27 November 2020

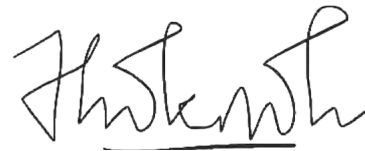
Menyetujui,

Pembimbing I



Erna Hastuti, M.Si
NIP. 19811119 200801 2 009

Pembimbing II



Utiya Hikmah, M.Si
NIDT. 19880605 20180201 2 242

Mengetahui,
Ketua Jurusan Fisika



Drs. Abdul Basid, M.Si
NIP. 19650504 199003 1 003

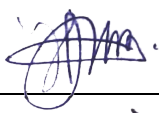

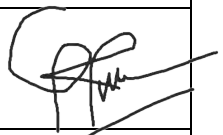
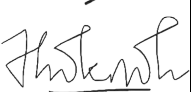
HALAMAN PENGESAHAN

ANALISIS PARAMETER STRUKTUR PADA *REDUCED GRAPHENE OXIDE* DARI TEMPURUNG KELAPA
MENGUNAKAN METODE SCHERRER DAN
WILLIAMSON-HALL

SKRIPSI

Oleh:
Aghea Tahta Wahyu Azizah
NIM. 16640030

Telah diperiksa dan disahkan
Pada tanggal, 21 Desember 2020

Penguji Utama	: <u>Dr. Imam Tazi, M.Si</u> NIP. 19740730 200312 1 002	
Ketua Penguji	: <u>Irjan, M.Si</u> NIP. 19691231 200604 1 003	
Sekretaris Penguji	: <u>Erna Hastuti, M.Si</u> NIP.19811119 200801 2 009	
Anggota Penguji	: <u>Utuya Hikmah, M.Si</u> NIDT. 19880605 20180201 2 242	

Mengesahkan,
Ketua Jurusan Fisika



Dr. Abdul Basid, M.Si
NIP. 19650504 199003 1 003

MOTTO

“Orang sukses itu tidak semata-mata karena pintar, tidak semata-mata karena modal banyak, tapi lebih karena telaten (Istiqomah).”

KH. Marzuqi Mustamar.

Dawuh Kiai Marzuqi tersebut menjadi pedoman saya untuk selalu belajar dan terus belajar secara istiqomah demi mencapai puncak kesuksesan.

HALAMAN PERSEMBAHAN

Sujud syukur kepersembahkan kepada Tuhan Semesta Alam yang memberikan banyak nikmat kehidupan, Segala puji bagi Engkau

Sholawat serta salam semoga selalu tersampaikan kepada Nabi akhir zaman yang kuharapkan syafaatnya

Teruntuk yang selalu kuharapkan ridhonya disetiap langkah perjalanan hidup ini dengan cinta dan kasih sayangnya

Teruntuk mereka yang memberikan pancaran semangatnya hingga menemukan jalan terang

Teruntuk teman hidup yang akan menemani perjalanan waktu hingga tutup usia dan kembali kepada-Nya

Teruntuk jutaan harapan masa depan yang akan menjadi penerus perjuangan, semoga selalu membahagiakan

HALAMAN PERNYATAAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Aghea Tahta Wahyu Azizah

NIM : 16640030

Jurusan : Fisika

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : Analisis Parameter Struktur pada *Reduced Graphene Oxide* dari Tempurung Kelapa Menggunakan Metode Scherrer dan Williamson-Hall

Menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa hasil penelitian saya ini tidak terdapat unsur-unsur penjiplakan karya penelitian atau karya ilmiah yang pernah dilakukan atau dibuat oleh orang lain, kecuali yang tertulis dikutip dalam naskah ini dan disebutkan dalam sumber kutipan dan daftar pustaka.

Apabila dikemudian hari penelitian ini terbukti terdapat unsur-unsur hasil jiplakan maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 21 Desember 2019
Yang membuat pernyataan,



Aghea Tahta Wahyu Azizah
NIM. 16640030

KATA PENGANTAR

Puji syukur dihaturkan atas kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat, taufik, hidayah serta inayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul **Analisis Parameter Struktur pada *Reduced Graphene Oxide* dari Tempurung Kelapa Menggunakan Metode Scherrer dan Williamson-Hall**. Sholawat serta salam tetap tercurahkan kepada nabi semesta alam yang menuntun dari zaman kegelapan menuju zaman yang kaya akan ilmu pengetahuan.

Penulis menyadari bahwa campur tangan dan partisipasi dari banyak pihak, telah memberikan kemudahan dalam menyelesaikan penulisan laporan ini. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terimakasih atas bimbingan, arahan, nasehat dan bantuan dari semua pihak yang terlibat. Ucapan terima kasih ini penulis sampaikan kepada:

1. Prof. Dr. H. Abdul Haris, M. Ag selaku Rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
2. Dr. Sri Harini, M.Si selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Drs. Abdul Basid, M.Si selaku Ketua Jurusan Fisika Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Erna Hastuti, M. Si selaku Dosen Pembimbing I Jurusan Fisika Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
5. Utiya Hikmah, M.Si selaku Dosen Pembimbing II Jurusan Fisika Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
6. Segenap Staf dan Pegawai yang telah banyak membantu dan memberikan pelayanan, pengalaman dan wawasan kepada penulis selama pelaksanaan.
7. Bapak, Ibu serta keluarga di rumah yang selalu berdo'a dan memberi dukungan kepada penulis dalam melaksanakan segala kegiatan.
8. Teman-teman angkatan 2016 yang telah banyak memberi dukungan dan saling membantu.
9. Kakak-kakak dan adik-adik jurusan Fisika yang selalu membantu dan saling berbagi informasi dalam penyelesaian tugas akhir ini.

10. Keluarga MSC yang selalu ikut mendukung dan turut andil membantu dalam penyelesaian tugas akhir ini.
11. Seluruh pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu, yang telah turut membantu dalam penyelesaian tugas akhir ini.

Demikian yang dapat penulis sampaikan, laporan ini masih jauh dari kata sempurna. Oleh karena itu saran dan kritik dari semua pihak sangat diharapkan. Semoga laporan ini bermanfaat bagi pembaca dan menambah ilmu bagi penulis.

Malang, 21 Desember 2020

Penyusun

DAFTAR ISI

COVER	
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
MOTTO	iv
HALAMAN PERSEMBAHAN	v
HALAMAN PERNYATAAN TULISAN	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
ABSTRAK	xiv
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	5
1.3 Tujuan Penelitian	6
1.4 Batasan Masalah	6
1.5 Manfaat Penelitian	7
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Material <i>Reduced Graphene Oxide</i>	8
2.2 Difraksi Sinar-X	10
2.3 Metode Analisis Ukuran Kristal	12
2.3.1 Metode Persamaan Scherrer dan Scherrer Termodifikasi	13
2.3.2 Metode Persamaan Williamson-Hall	15
2.4 Analisis Rietveld	16
BAB III METODE PENELITIAN	
3.1 Jenis Penelitian	18
3.2 Proses Sintesis rGO dari Arang Tempurung Kelapa	18
3.2.1 Pembuatan Grafit dari Arang Tempurung Kelapa	18
3.2.2 Pembuatan <i>Graphene Oxide</i> (GO)	18
3.2.3 Pembuatan <i>Reduced Graphene Oxide</i> (rGO)	19
3.3 Metode Analisis Hasil	19
3.3.1 Menentukan Ukuran Kristal dengan Persamaan Scherrer dan Scherrer Termodifikasi	20
3.3.2 Menentukan Ukuran Kristal dan Regangan Kisi dengan Persamaan Williamson-Hall	21
3.4 Analisis Rietveld Menggunakan <i>Rietica</i>	22
3.5 Diagram Alir Penelitian	23
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Data Hasil Penelitian	24
4.1.1 Pembuatan Sampel <i>Reduced Graphene Oxide</i>	24
4.1.2 Data Hasil Karakterisasi XRD	26
4.1.3 Data Hasil Perhitungan Menggunakan Persamaan Scherrer, Scherrer Termodifikasi, dan Williamson-Hall	27
4.1.4 Data Hasil <i>Refinement</i> Rietveld Menggunakan <i>Software Rietica</i>	32

4.1.5 Konduktivitas Listrik <i>Reduced Graphene Oxide</i>	35
4.2 Pembahasan.....	36
4.3 Integrasi Dalam Al-Qur'an	40

BAB V PENUTUP

5.1 Kesimpulan	44
5.2 Saran	44

DAFTAR PUSTAKA

LAMPIRAN

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	(a) Skema Struktur Kimia <i>Graphene</i> , <i>Graphene Oxide</i> , dan <i>Reduced Graphene Oxide</i> (b) Representasi <i>Reduced Graphene Oxide</i>	9
Gambar 2.2	Pola Difraksi Ideal Menurut Syarat Bragg dan Pola Difraksi Terukur Sebenarnya	11
Gambar 3.1	Diagram Alir Penelitian	23
Gambar 4.1	Mekanisme Pembuatan Sampel rGO dan Analisis Data Karakterisasi XRD	26
Gambar 4.2	Pola Difraksi Sampel rGO dari Tempurung Kelapa	26
Gambar 4.3	Grafik Hubungan $\ln(1/\cos\theta)$ dan $\ln(\beta)$ Sampel rGO TM	28
Gambar 4.4	Grafik Hubungan $\ln(1/\cos\theta)$ dan $\ln(\beta)$ Sampel rGO m40	29
Gambar 4.5	Grafik Hubungan $4\sin\theta$ dan $\beta \cdot \cos\theta$ pada Sampel rGO TM	30
Gambar 4.6	Grafik Hubungan $4\sin\theta$ dan $\beta \cdot \cos\theta$ pada Sampel rGO m40	31
Gambar 4.7	Data ICSD untuk Sampel rGO	33
Gambar 4.8	Hasil Refinement Sampel rGO TM Menggunakan <i>Software Rietica</i>	34
Gambar 4.9	Hasil Refinement Sampel rGO m40 Menggunakan <i>Software Rietica</i>	34

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Hubungan Karakter Puncak Difraksi dan Parameter-Parameter Dalam Model Intensitas Difraksi pada Analisis Rietveld	17
Tabel 3.1 Hasil Puncak 2θ pada Sampel rGO	20
Tabel 3.2 Format Data dan Hasil Keluaran dari Program <i>Rietica</i>	22
Tabel 4.1 Ukuran Kristal pada Puncak 2θ dan Nilai FWHM Sampel rGO	27
Tabel 4.2 Perhitungan Nilai $\ln(1/\cos\theta)$ dan $\ln(\beta)$ Puncak 2θ pada Sampel	27
Tabel 4.3 Perhitungan Nilai $\sin\theta$ dan $\beta \cdot \cos\theta$ Puncak 2θ pada Sampel	29
Tabel 4.4 Perbandingan Nilai Parameter Kristal rGO	31
Tabel 4.5 Hasil Keluaran Refinement dari Program <i>Rietica</i>	35
Tabel 4.6 Hasil Uji Konduktivitas rGO Menggunakan LCR-Meter.....	36

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Hasil *Output Software Origin 8.5*

Lampiran 2 Perhitungan Ukuran Kristal Dan Regangan Kisi

Lampiran 3 Keluaran *Software Rietica*

ABSTRAK

Azizah, Aghea Tahta Wahyu. 2020. **Analisis Parameter Struktur pada *Reduced Graphene Oxide* dari Tempurung Kelapa Menggunakan Metode Scherrer dan Williamson-Hall**. Skripsi, Jurusan Fisika, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang. Dosen Pembimbing: (I) Erna Hastuti, M.Si (II) Utiya Hikmah, M.Si

Kata Kunci: rGO, Scherrer, Williamson-Hall, Rietveld

Penelitian ini dilakukan untuk menganalisis parameter struktur kristal dari hasil karakterisasi XRD pada material *reduced graphene oxide* (rGO) dari tempurung kelapa. Analisis yang dilakukan berupa penentuan ukuran kristal menggunakan persamaan Scherrer dan Scherrer termodifikasi. Sedangkan dalam persamaan Williamson-Hall digunakan untuk menganalisis ukuran kristal dan regangan kisi. Pada persamaan Scherrer diperoleh $D_{ave} = 1,2494582646$ nm untuk sampel rGO TM dan $D_{ave} = 0,5413714162$ nm untuk sampel rGO m40. Sedangkan persamaan Scherrer termodifikasi diperoleh $D = 1,2518368913$ nm untuk rGO TM dan $D = 1,2372896677$ nm untuk rGO m40. Hasil ukuran kristal menggunakan persamaan Williamson-Hall menunjukkan nilai yang lebih besar daripada menggunakan persamaan Scherrer dengan $D = 1,683102695$ nm untuk rGO TM dan $D = 2,548786765$ nm untuk rGO m40 yang mana hasil tersebut melibatkan nilai regangan kisi yang diperoleh $\epsilon = 0,2206$ untuk rGO TM dan $\epsilon = 0,134$ untuk rGO m40. Penelitian ini juga dilakukan analisis Rietveld menggunakan *software Rietica*. Hasil keluaran dari *software Rietica* diperoleh nilai parameter kisi $a \neq b \neq c$ dan sudut $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ yang menyatakan struktur kisi kristal berbentuk ortorombik. Dalam proses *refinement software Rietica* berpengaruh pada parameter kesesuaian berupa nilai indikator R dan GOF. Penelitian ini juga membahas pengaruhnya terhadap sifat listrik material rGO berupa nilai konduktivitas listrik.

ABSTRACT

Azizah, Aghea Tahta Wahyu. 2020. **Structural Parameters Analysis on Reduced Graphene Oxide from Coconut Shell Using the Scherrer and Williamson-Hall Method**. Thesis, Department of Physics, Faculty of Science and Technology, Maulana Malik Ibrahim State Islamic University Malang. Advisor: (I) Erna Hastuti, M.Si (II) Utiya Hikmah, M.Si

Keywords : rGO, Scherrer, Williamson-Hall, Rietveld

This research is conducted to analyze the crystal structure parameters of the XRD characterization results on reduced graphene oxide (rGO) material from coconut shells. The analysis is carried out by determining the crystal size using the Scherrer and modified Scherrer equations. Meanwhile in the Williamson-Hall equation is used to analyze the crystal size and lattice strain. In the Scherrer equation obtained $D_{ave} = 1,2494582646$ nm for the rGO TM sample and $D_{ave} = 0,5413714162$ nm for the rGO m40 sample. While the modified Scherrer equation obtained $D = 1,2518368913$ nm for rGO TM and $D = 1,2372896677$ nm for rGO m40. The result of crystal size using the Williamson-Hall equation shows a greater value than using the Scherrer equation with $D = 1,683102695$ nm for rGO TM and $D = 2,548786765$ nm for rGO m40 where these results involve the value of lattice strain obtained $\epsilon = 0,2206$ for rGO TM and $\epsilon = 0,134$ for rGO m40. This study also conducted a Rietveld analysis using Rietica software. The output of the Rietica software obtained the lattice parameter values $a \neq b \neq c$ and the angle $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ which states that the crystal lattice structure is orthorhombic. In the refinement process, the Rietica software affects the suitability of the parameters in the form of the R and GOF indicator values. This study also discusses the effect on the electrical properties of rGO material in the form of electrical conductivity values.

مستخلص البحث

عزيزة، أغيا تحت وحي، 2020. تحليل المعاملات الهيكلية في انخفاض أكسيد الجرافين (Reduced Graphene Oxide) من قشرة جوز الهند باستخدام طريقة شيرر وويليامسون هول. المقال، قسم الفيزياء، كلية العلوم والتكنولوجيا. الجامعة الإسلامية الحكومية مولانا مالك إبراهيم مالانج. المشرفان: (1) إيرنا حاستوتي الماجستير (2) أوتي حكمة الماجستير

الكلمات الدالة: rGO, شيرر, وويليامسون هول, Rietveld

تم إجراء هذا البحث لتحليل المعاملات الهيكلية للبلوري من نتائج توصيف XRD في مواد reduced Graphene Oxide (rGO) من قشرة جوز الهند. البحث القائم هو تحديد حجم البلوري باستخدام معادلات شيرر و شيرر المعدلة. وتستخدم معادلة وويليامسون هول لتحليل حجم البلوري وسلالة بنية. وأما النتيجة في معادلة شيرر هي $D_{ave} = 1,2494582646$ nm لعينة rGO TM و $D_{ave} = 0,5413714162$ nm لعينة rGO m40. وأما النتيجة في معادلة شيرر المعدلة هي $D = 1,2518368913$ nm لعينة rGO TM و $D = 1,2372896677$ nm لعينة rGO m40. تظهر نتيجة حجم البلوري باستخدام وويليامسون هول الدرجة الكبرى من معادلة شيرر وهي $D = 1,683102695$ nm لعينة rGO TM و $D = 2,548786765$ nm لعينة rGO m40 و تخالغ هذه النتيجة سلالة بنية من $\epsilon = 0,2206$ لعينة rGO TM و $\epsilon = 0,134$ لعينة rGO m40. قام تحليل Rietveld أيضا في هذا البحث باستخدام البرمجيات *Rietica*. والنتيجة ل البرمجيات *Rietica* هي أن درجة معاملة بنية $a \neq b \neq c$ وقرنة $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ وهي بمعنى هيكل بنية البلوري بشكل *ortorombik*. وفي عملية *refinement software Rietica* مؤثر على معاملة الملائمة بشكل درجة المؤشر R و GOF. هذا المقال يبحث أيضا عن تأثيرها على خواص الكهرباء لمواد rGO بشكل درجة التوصيل الكهربائي.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Novoselov dan Geim (2004) melakukan eksperimen tentang grafena sebagai suatu bahan semikonduktor yang banyak menarik minat penelitian dalam ilmu material karbon. Dalam beberapa tahun, banyak dilakukan penelitian dan mengungkapkan bahwa grafena memiliki sifat konduktivitas yang baik (Hantel, 2013). Sebagai material yang baru, grafena merupakan suatu material yang aplikatif karena memiliki banyak keunggulan sifat seperti sifat elektrik, mekanik, dan termal yang luar biasa (Cai, 2012).

Grafena merupakan material berukuran nano yang terhibridisasi sp^2 dengan kisi heksagonal sehingga berbentuk seperti sarang lebah, memiliki struktur dua dimensi yang menyebabkan grafena memiliki band gap nol dan bersifat semilogam (Loryuenyong, 2013). Sedangkan grafena oksida tersusun oleh lapisan tunggal yang berisikan oksigen yang tinggi dan dihasilkan dari modifikasi preparasi grafena secara kimiawi dengan oksidasi dan eksfoliasi. *Reduced graphene oxide* (rGO) diperoleh dengan berbagai metode untuk mereduksi atom-atom oksigen yang terkandung dalam grafena oksida. Banyak sedikitnya jumlah oksigen yang tereduksi dalam grafena oksida akan mempengaruhi sifat fisika dan kimia dari material tersebut. Sehingga telah diketahui bahwa perbandingan antara atom-atom karbon dan oksigen bisa mempengaruhi nilai konduktivitas listrik dan material dari rGO berdasarkan agen pereduksi yang digunakan (Sungjin, 2011).

Pembuatan pada material rGO ini sudah banyak dilakukan dengan penggunaan bahan biomassa sebagai raw material. Seperti yang pernah dilakukan

pada penelitian sebelumnya dengan menggunakan limbah tempurung kelapa pada pembuatan material rGO oleh Yanti (2019). Pada dasarnya, tanaman kelapa merupakan tumbuhan yang banyak tumbuh di negara tropis seperti Indonesia. Dengan kondisi tersebut, tentunya tanaman kelapa cukup banyak ditemukan di seluruh pesisir Indonesia. Hal ini terlihat dari penyebaran tanaman kelapa di hampir seluruh wilayah nusantara. Hal tersebut sesuai dengan firman Allah SWT yang terdapat dalam Al-Qur'an surat Thaha ayat 53 yang berbunyi :

الَّذِي جَعَلَ لَكُمُ الْأَرْضَ مَهْدًا وَسَوَّلَ لَكُم فِيهَا سُبُلًا وَأَنْزَلَ مِنَ السَّمَاءِ مَاءً فَأَخْرَجْنَا بِهِ
أَنْوَاجًا مِنْ تَنْبَاتٍ شَتَّى ﴿٢٠: ٥٣﴾

Artinya : “ ia yang telah menjadikan bagimu bumi sebagai hamparan dan yang telah menjadikan bagimu di bumi itu jalan-jalan, dan menurunkan dari langit air hujan. Maka Kami tumbuhkan dengan air hujan itu berjenis-jenis dari tumbuh-tumbuhan yang bermacam-macam”(QS. Thaahaa 20:53).

Menurut Shihab (2005) Dia yang telah menjadikan bagimu bumi sebagai hamparan. Kedua makna tersebut menunjukkan adanya penumbuhan suatu jenis-jenis tumbuhan yang beraneka ragam disuatu kawasan luas yaitu hamparan bumi seperti komunitas tumbuhan di hutan. Sebagaimana tumbuhan kelapa yang ada di Indonesia ini. Tanaman kelapa sendiri merupakan salah satu tanaman yang hampir bisa dimanfaatkan seluruh bagiannya. Namun, selama ini pemanfaatan utama dari tanaman kelapa hanyalah daging buah, daun, serta batangnya. Tempurung kelapa merupakan salah satu bagian dari tanaman kelapa yang cukup potensial namun masih jarang dimanfaatkan. Pemanfaatan arang tempurung kelapa oleh masyarakat luas selama ini hanya digunakan sebagai arang aktif atau adsorben. Salah satu pemanfaatan limbah tempurung kelapa ini memungkinkan untuk digunakan sebagai bahan baku dalam pembuatan *graphene*.

Kandungan pada tempurung kelapa meliputi unsur-unsur kimia seperti karbon, oksigen dan hidrogen yang merupakan bentuk senyawa organik utama disamping unsur-unsur mineral seperti kalsium, kalium dan magnesium. Kandungan unsur terbanyak dari tempurung kelapa merupakan karbon dan oksigen (Esmar, 2012). Berdasarkan penelitian sebelumnya oleh Yanti (2019) terdapat 74,3% karbon dan 21,9% oksigen. Oleh karena itu, tempurung kelapa memiliki potensi untuk menjadi salah satu sumber yang dapat dijadikan material rGO dikarenakan kandungan unsur karbon yang tinggi (Yanti, 2019). Pada penelitian sebelumnya telah dilakukan pembuatan material rGO dari tempurung kelapa menggunakan agen pereduksi *L- ascorbic acid* dengan bantuan paparan gelombang mikro. Karakterisasi XRD juga dilakukan sehingga didapatkan data yang menunjukkan terbentuk fasa rGO dengan puncak $2\theta = 23^\circ$ dan 43° (Yanti, 2019).

Teknik difraksi sinar-X merupakan salah satu cara untuk mengukur partikel dalam orde nanometer. Teknik tersebut sering digunakan dalam penelitian dalam ilmu material terutama untuk menentukan berbagai parameter fisika dari material seperti struktur kristal, *strain*, komposisi fase, struktur unit sel, cacat kristal dan ukuran kristal, bahkan susunan atom-atom di dalam material amorf seperti polimer. Dalam teknik difraksi sinar-X sering menggunakan sampel dalam bentuk bubuk terutama dalam mengkarakterisasi struktur kristalografi, ukuran kristal, ukuran butir dan orientasi kristal (Sumadiyasa, 2018).

Pada dasarnya, suatu material zat padat di alam semesta ini terbagi dengan dua struktur yaitu, material yang berstruktur kristal dan tidak berstruktur kristal (amorf). Dikatakan kristal karena atom-atom penyusunnya tertata teratur dengan membentuk pola tiga dimensi secara kontinu. Sedangkan material amorf, atom-

atom penyusunnya tidak beraturan dan tidak memiliki pola tertentu sebagaimana kristal. Setiap material yang berstruktur kristal memiliki struktur kristal tertentu dengan artian memiliki bidang-bidang, jarak antar bidang, dan parameter kisi tertentu.

Analisis ukuran kristal dan regangan kisi merupakan hal penting dalam suatu material karena berkaitan dengan nilai dari sifat-sifat nanomaterial yang telah dibuat seperti sifat listrik, optik dan sifat kimianya (Sivasankaran, 2011). Pada celah tertentu dalam memperkirakan dan menghubungkan parameter mikro struktural seperti ukuran kristal, regangan kisi, dan kepadatan dislokasi terhadap struktur material rGO diperlukan korelasi yang lebih baik, sehingga mencapai pemahaman dan prediksi yang tepat, dan ukurannya harus dihitung seakurat mungkin. Selama ini, metode Scherrer merupakan metode yang terkenal untuk menghitung ukuran kristal berdasarkan pelebaran puncak difraksi sinar-X dari data difraksi serbuk. Namun, metode Scherrer mengabaikan ukuran kristal karena tidak mempertimbangkan kontribusi instrumental dan regangan terhadap pelebaran puncak difraksi sinar-X. Oleh karena itu, analisis profil puncak difraksi sinar-X telah banyak digunakan untuk menghitung ukuran kristal secara lebih akurat dengan mempertimbangkan semua faktor penting lainnya seperti kontribusi instrumen dan regangan terhadap pelebaran puncak difraksi sinar-X. Selain itu, berbagai metode analisis seperti metode pemasangan pola difraksi secara keseluruhan juga digunakan untuk memperkirakan ukuran kristal dan regangan kisi yang ada dalam bahan dari pelebaran puncak sinar-X (Warren, 1950). Namun, menyesuaikan data difraksi bubuk lengkap secara akurat itu rumit dan karenanya

menarik, banyak metode tidak langsung seperti metode Williamson-Hall (W-H) untuk memperkirakan regangan kisi dan ukuran kristal.

Dalam analisis W-H adalah metode sederhana yang secara jelas membedakan antara ukuran yang diinduksi dan pelebaran puncak yang diinduksi regangan dengan mempertimbangkan lebar puncak sebagai fungsi dari 2θ (Suryanarayana, 1998). Selain itu, metode variasi dari analisis profil puncak difraksi sinar-X adalah metode yang lebih baik untuk menghitung ukuran kristal dan regangan kisi yang ada dalam bahan berukuran nano berdasarkan rentang sudut dimana intensitas puncak difraksi diukur.

Berangkat dari latar belakang diatas, maka akan dilakukan analisis ukuran kristal dan regangan kisi menggunakan metode difraksi sinar-x melalui pendekatan persamaan Scherrer dan Williamson-Hall. Sebagaimana juga dilakukan analisis karakteristik kristalografi yang meliputi struktur kristal, parameter kisi dan regangan material rGO tempurung kelapa dari data XRD dengan metode rietveld menggunakan perangkat lunak (*software*) *Rietica*. Pengaruhnya terhadap sifat listrik seperti nilai konduktivitas juga akan dibahas dalam penelitian ini..

1.2 Rumusan Masalah

Adapun rumusan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Berapa ukuran kristal dan regangan kisi material rGO tempurung kelapa menggunakan metode difraksi sinar-x melalui pendekatan persamaan Scherrer dan Williamson-Hall?
2. Bagaimana struktur kristal dan parameter kisi material rGO tempurung kelapa dengan metode Rietveld menggunakan perangkat lunak (*software*) *Rietica*?

1.3 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Menentukan ukuran kristal dan regangan kisi material rGO tempurung kelapa menggunakan metode difraksi sinar-x melalui pendekatan persamaan Scherrer dan Williamson-Hall.
2. Mempelajari struktur kristal dan parameter kisi material rGO tempurung kelapa dengan metode Rietveld menggunakan perangkat lunak (*software*) *Rietica*.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dari penelitian ini adalah:

1. Data yang digunakan merupakan hasil XRD material rGO tempurung kelapa dengan agen pereduksi LAA dan bantuan paparan gelombang mikro selama 40 menit karena memiliki sifat material yang paling baik dari penelitian sebelumnya oleh Yanti D (2019).
2. Penentuan ukuran kristal material rGO tempurung kelapa menggunakan metode difraksi sinar-x melalui pendekatan persamaan Scherrer dan Williamson-Hall.
3. Karakteristik kristalografi material rGO tempurung kelapa dari data XRD dengan metode rietveld menggunakan perangkat lunak (*software*) *Rietica*.
4. Pengaruh terhadap sifat listrik berupa nilai konduktivitas listrik akan dibahas.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah:

1. Mengembangkan penelitian dalam bidang material terutama dalam analisis hasil data difraksi sinar-x dengan beberapa pendekatan.
2. Memberikan kontribusi bagi peneliti selanjutnya dengan menggunakan beberapa persamaan dan perangkat lunak sehingga hasil analisis yang diperoleh peneliti selanjutnya bisa lebih akurat.

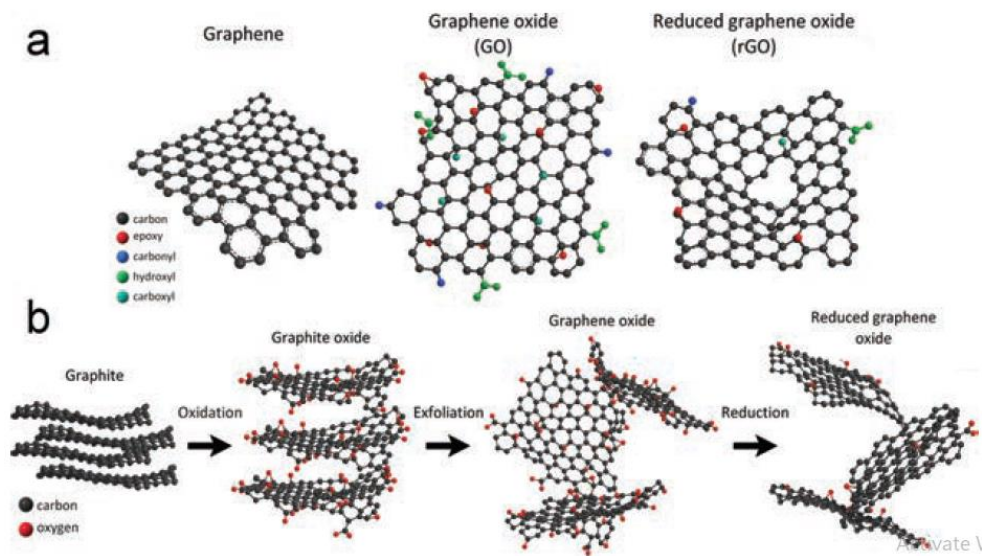
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Material *Reduced Graphene Oxide*

Grafena merupakan salah satu alotrop karbon yang berskala nanometer. Sedangkan grafit merupakan alotrop karbon yang paling umum dibandingkan dengan grafena yang hanya dapat bergerak diantara atom-atom karbon yang membentuk lapisan dua dimensi (Pollaard, 2011). Grafena merupakan material yang unik dengan struktur dua dimensi yang terdiri dari ikatan karbon sp² dan membentuk struktur heksagonal yang dapat dijadikan berbagai aplikasi dengan sifat listrik, termal dan mekanik yang baik. Selain itu, grafena juga memiliki luas permukaan spesifik teoretis yang besar (2630 m²g⁻¹), mobilitas intrinsik yang tinggi (200.000 cm² v⁻¹s⁻¹), modulus Young tinggi (~1.0 TPa) dan konduktivitas termal (~5000 Wm⁻¹ K⁻¹), transmitansi optik yang tinggi (~97,7%) dan konduktivitas listrik yang baik (Park, 2009).

Dalam memproduksi *reduced graphene oxide* (rGO), *graphene oxide* yang mengandung beberapa lapisan grafena tunggal yang didalam ikatan heksagonalnya terdapat ikatan antara karbon dengan oksigen dan hidrogen dilakukan pengurangan atom oksigen dan hidrogen. Pada proses reduksi merupakan suatu proses yang penting karena mempunyai dampak yang sangat besar pada kualitas *graphene oxide*, dimana mempengaruhi produksinya dan sifat fisik yang dihasilkan pada *reduced graphene oxide* (rGO).



Gambar 2.1 (a) Skema Struktur Kimia *Graphene*, *Graphene Oxide*, dan *Reduced Graphene Oxide*. (b) Representasi *Reduced Graphene Oxide* (Jimenez, 2016).

Reduced Graphene Oxide dengan sifat yang mirip dengan *graphene* diproduksi melalui reduksi GO. Ada dua teknik reduksi dalam pembuatan material *reduced graphene oxide*, yaitu reduksi secara termal dan kimia. Teknik reduksi termal merupakan metode yang memanfaatkan energi termal seperti proses *annealing*, dan teknik reduksi kimia menggunakan bahan kimia sebagai reduktor yaitu dengan menambahkan agen pereduksi kimia. Proses reduksi mengubah ikatan karbon oksigen sp^3 menjadi sp^2 sehingga dapat meningkatkan kualitas sampel yang dihasilkan.

Reduksi kimia dari oksida grafit merupakan prosedur yang telah ditetapkan untuk pembuatan *graphene* dalam jumlah yang besar (Hummers Jr dan Offeman, 1958). Sehingga berdasarkan penelitian sebelumnya telah dilakukan pembuatan material rGO dari tempurung kelapa menggunakan teknik reduksi kimia dengan agen pereduksi *L- ascorbic acid* dan bantuan paparan gelombang mikro.

2.2 Difraksi Sinar-X

Dibidang ilmu dan teknik material, karakterisasi menggunakan difraksi sinar-X merupakan suatu hal yang sering digunakan untuk mengetahui struktur kristal didalam serbuk sampel yang disebut difraktometer serbuk sinar-X (*X-Ray Powder Diffractometry*), dan difraksi sinar-X merupakan suatu teknik penguraian sinar-X. Difraksi sinar-X adalah teknik yang dapat menentukan sistem kristal (kubus, heksagonal, tetragonal, monoklin, ortorombik, triklin, rombohedral), simetri kristal, cacat kristal, kualitas kristal (kristal tunggal, polikristal, amorf), parameter kristal yang meliputi parameter kisi, jarak antar atom, jumlah atom per unit sel, dan dapat mengidentifikasi campuran dan analisis kimianya.

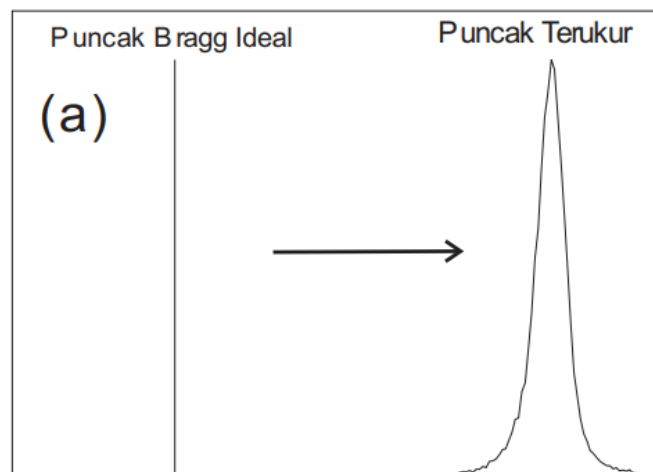
Pada dasarnya, difraktometer dapat membantu kita dalam mengidentifikasi struktur kristal dan kualitasnya dengan menganalisis sampel, kemudian dengan membandingkan spektrum dan databasenya yang berjumlah lebih dari 60.000 spektrum difraksi dari zat kristalin yang telah diidentifikasi. Metode difraksi sinar-X dapat menganalisis adanya senyawa kimia dari struktur kristal, bukan dari komposisi elemen kimianya. Hal tersebut membuktikan bahwa perbedaan senyawa atau fasa memiliki kesamaan komposisi yang dapat diidentifikasi.

Difraksi merupakan suatu kejadian terhamburnya gelombang oleh adanya suatu gangguan (misalnya kisi), yang diikuti oleh hamburan ke segala arah yang menyebabkan penguatan dan pelemahan pada kondisi tertentu. Interferensi hanya terjadi pada sinar pantul sefase sehingga hanya ditemukan pantulan sinar-X tertentu. Difraksi terjadi jika ada kesetaraan orde geometris antara panjang gelombang dengan lebar kisi. Hasil dari penguatan hamburan menggambarkan karakter dari penghambur atau gangguan itu sendiri. Jika berkas panjang

gelombang sefase dengan jarak antar bidang kristal ditembakkan ke suatu material kristal, maka akan terjadi difraksi kristal. Pernyataan tersebut disebut dengan Hukum Bragg untuk difraksi kristal yang mana prinsip dasar difraksi merupakan terpenuhi hukum tersebut yang persamaannya diungkapkan sebagai berikut:

$$2d_{hkl} \sin \theta_{hkl} = \lambda \quad (2.1)$$

dengan d_{hkl} adalah jarak antar bidang kristal (hkl) dan θ_{hkl} adalah sudut difraksi. Persamaan tersebut memberikan posisi-posisi puncak Bragg berbentuk fungsi delta yang tidak mempunyai lebar, sedangkan kristal dengan ukuran berhingga menghasilkan puncak-puncak Bragg dengan lebar berhingga yang ditunjukkan pada gambar 2.2 (Pratapa, 2009). Selanjutnya dalam Hukum Bragg yang mengatakan kondisi geometris ideal difraksi, ini menunjukkan bahwa dimensi kristal dapat dikatakan tak terbatas dibandingkan dengan jarak antara dua pusat difraksi, jika efek ukuran memperluas puncak Bragg (Le Bail, 2008).



Gambar 2.2 Pola Difraksi Ideal Menurut Syarat Bragg dan Pola Difraksi Terukur Sebenarnya (Pratapa, 2009).

Berdasarkan penelitian sebelumnya telah dilakukan pembuatan material rGO dari tempurung kelapa menggunakan agen pereduksi *L- ascorbic acid* dengan bantuan paparan gelombang mikro. Sehingga telah dilakukan karakterisasi XRD

yang dengan pernyataan bahwa terbentuk fasa rGO dengan puncak $2\theta = 24^\circ$ dan 43° (Yanti, 2019).

2.3 Metode Analisis Ukuran Kristal

Secara garis besar yang berkontribusi terhadap pelebaran puncak (kurva) difraksi adalah faktor pelebaran *instrument* (*Instrumental Breadth*) dan pelebaran sampel (*specimen broadening*). Tanpa memperhatikan perluasan instrumentasinya, pelebaran suatu puncak difraksi dari pelebaran sampel dapat berasal dari akibat ukuran kristal dan regangan kisi. Lebar puncak difraksi yang dipengaruhi oleh regangan kisi merupakan sebab dari perpindahan suatu unit sel di sekitar posisi normalnya. Hal tersebut sering disebabkan oleh beberapa faktor antara lain (Speakmen, 2007) :

1. Distorsi kisi yang tidak seragam, yang dapat diakibatkan oleh tegangan permukaan *nanocrystal*, morfologi bentuk kristal, dan pengotor interstisial.
2. Dislokasi.
3. Perbatasan domain antar fase, yang mana terbentuk pada saat penyusunan struktur material yang mengalami gangguan transformasi penyusunan.

Metode difraksi sinar-X dapat dipakai dalam menentukan ukuran kristalit dengan fase tertentu. Penentuannya merujuk pada puncak-puncak utama pola difraktogram melalui pendekatan persamaan Scherrer atau Scherrer termodifikasi dan Williamson-Hall sebagai berikut. Formula Scherrer merupakan metode yang paling sederhana untuk menghitung ukuran kristalit dan dapat diaplikasikan ketika tidak ada regangan pada material uji. Metode hitungan lainnya seperti analisis

Williamson-Hall (W-H) pada umumnya dapat digunakan untuk menentukan regangan kisi dan ukuran kristalit dari nanomaterial (Sivasankaran, 2011).

2.3.1 Metode Persamaan Scherrer dan Scherrer Termodifikasi

Difraksi sinar X dapat digunakan untuk menentukan ukuran kristalit (*crystallite size*) dengan fase tertentu (Masruroh, 2016). Dalam menentukan ukuran kristal dilihat berdasarkan pelebaran puncak difraksi sinar-x yang muncul. Metode tersebut sebenarnya dapat memperkirakan ukuran kristal dalam suatu material, bukan ukuran partikel. Jika suatu partikel mengandung sejumlah kristal yang kecil-kecil maka informasi yang diberikan metode Scherrer adalah ukuran kristal tersebut bukan ukuran partikel. Untuk partikel yang berukuran nanometer, biasanya dalam satu partikel hanya mengandung satu kristalit. Dengan demikian, ukuran kristalinitas yang diprediksi dengan metode Scherrer juga merupakan ukuran partikel. Persamaan Scherrer mengindikasikan bahwa semakin lebar puncak difraksi maka semakin kecil ukuran kristalit. Lebar puncak difraksi tersebut memberikan informasi ukuran kristalit. Berikut ini adalah persamaan Scherrer (Langford, 1978) yang dipublikasikan pada tahun 1918. Penentuannya merujuk pada puncak-puncak utama pola difraktogram melalui pendekatan persamaan Scherrer yang dirumuskan:

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (2.2)$$

dimana λ adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan, dan θ adalah sudut difraksi, K adalah konstanta yang besarnya tergantung pada faktor bentuk kristal, bidang (hkl) difraksi, dan definisi besaran β yang digunakan, apakah sebagai *Full Width at Half Maximum* (FWHM) atau *Integral Breadth* dari puncak. Nilai K

sebenarnya bervariasi dari 0,62 sampai 2,08. Nilai yang umumnya dipakai untuk K adalah: 0,94 jika β adalah FWHM dan 0,89 untuk *Integral Breadth* (Sumadiyasa, 2018).

Hasil modifikasi persamaan Scherrer digunakan untuk menentukan satu nilai ukuran kristal (Monshi, 2012). Persamaan modifikasi Scherrer dirumuskan sebagai berikut:

$$\ln \beta = \ln \frac{K\lambda}{D \cos\theta} = \ln \frac{K\lambda}{D} + \ln \frac{1}{\cos\theta} \quad (2.3)$$

dengan D = ukuran kristal, K = faktor bentuk dari kristal (0,9-1) λ = panjang gelombang dari sinar-X (1,54056 Å), β = nilai dari *Full Width at Half Maximum* (FWHM) (rad), dan θ = sudut difraksi (derajat).

Persamaan Scherrer menunjukkan bahwa nilai ukuran kristal yang dihasilkan akan berbanding terbalik dengan nilai FWHM, sedangkan nilai FWHM dipengaruhi oleh intensitas masing-masing bidang kristal, dimana semakin tinggi intensitas maka nilai FWHM semakin kecil (Masruroh, 2016).

Untuk mendapatkan hasil estimasi ukuran kristal yang lebih akurat maka, nilai FWHM harus dikoreksi oleh "*Instrumental Line Broadening*" berdasarkan persamaan berikut (Pratapa, 2001) :

$$B = \sqrt{FWHM_{sampel} - FWHM_{standard}} \quad (2.4)$$

$FWHM_{sample}$ adalah lebar puncak difraksi puncak pada setengah maksimum dari sampel benda uji dan $FWHM_{standard}$ adalah lebar puncak difraksi material standard yang sangat besar puncaknya berada di sekitar lokasi puncak sample yang akan dihitung.

2.3.2 Metode Persamaan Williamson-Hall

Metode Williamson-Hall mengasumsikan bahwa kontribusi pelebaran puncak yang disebabkan oleh spesimen (pelebaran karena ukuran dan regangan) terhadap profil puncak keduanya adalah *Lorentzian*. Pelebaran karena ukuran partikel (*size broadening*) pada posisi Bragg θ_i mengikuti persamaan Scherrer :

$$\beta = \frac{K\lambda}{D \cos\theta_i} \quad (2.5)$$

sedangkan regangan (*strain broadening*) yang diinduksi dalam bubuk karena ketidak sempurnaan kristal dan distorsi diungkapkan dalam persamaan (Mote, 2012) :

$$\varepsilon = \frac{\beta_{hkl}}{4 \tan\theta} \quad (2.6)$$

dari persamaan 2.5 dan 2.6, dipastikan bahwa lebar puncak dari ukuran kristal bervariasi karena regangan $1/\cos\theta$ bervariasi sebagai $\tan\theta$. Dengan asumsi bahwa ukuran partikel dan kontribusi regangan pada pelebaran garis tidak bergantung satu sama lain, dan lebar garis yang diamati hanyalah penjumlahan dari persamaan 2.5 dan 2.6.

$$\beta_{hkl} = \frac{K\lambda}{D \cos\theta} + 4\varepsilon \tan\theta \quad (2.7)$$

dengan mengatur ulang persamaan di atas, sehingga didapatkan :

$$\beta_{hkl} \cos\theta = \frac{K\lambda}{D} + 4\varepsilon \sin\theta \quad (2.8)$$

persamaan di atas adalah persamaan Williamson-Hall. Persamaan 2.8 mewakili UDM (*Uniform Deformation Model*), dimana regangan diasumsikan seragam di semua arah kristalografi, dengan demikian mempertimbangkan sifat isotropik kristal, di mana sifat material tidak bergantung pada arah pengukurannya (Mote, 2012).

2.4 Analisis Rietveld

Hugo M. Rietveld telah menemukan metode pemograman yang diberi nama Metode Rietveld pada tahun 1967 dengan basis data difraksi sinar-x (XRD) maupun difraksi neutron. Pada mulanya program Rietveld ini digunakan untuk data difraksi neutron, namun dalam Hill (1986) membuat modifikasi program Rietveld pada data difraksi sinar-x (XRD).

Metode Rietveld adalah metode penghalusan (*refinement*) struktur kristal yang memanfaatkan langsung pola intensitas yang diperoleh dari pengukuran difraksi bahan serbuk (Hill, 1986). Data dari pola difraksi ini dicatat dalam bentuk numerik intensitas y_i yang bergantung dari sudut difraksi (2θ) pada ribuan langkah secara simultan. Metode Rietveld mencocokkan (*fitting*) antara kurva difraksi teoritis dengan kurva difraksi eksperimen sampai terdapat kesesuaian antara kedua kurva secara keseluruhan dengan indikator tingkat keberhasilan menunjukkan bahwa nilai R_{Bragg} (R_B) lebih kecil dari 10 %. Metode ini didasarkan pada metode kuadrat terkecil (*least-squares method*) yang selanjutnya digunakan sebagai basis algoritma beberapa perangkat lunak analisis material seperti *Rietica* (Hunter, 1997).

Berdasarkan analisis Rietveld menggunakan *Rietica*, parameter-parameter yang diperhalus meliputi (Pratapa, 2011) :

1. Parameter global (*sample displacement* dan koefisien fungsi polinomial latar (orde 4)).
2. Parameter fase: (parameter kisi, faktor skala, komponen pelebaran U dan HL (fungsi puncak Voigt), asimetri puncak, dan *preferred orientation*).

Untuk mendapatkan kecocokan kurva yang dapat diterima antara data terukur dan data model maka ada tiga karakter utama yang menjadi indikator dalam pencocokan, yaitu tinggi (intensitas), posisi serta lebar dan bentuk puncak (*peak shape*). Hubungan ketiga karakter tersebut dengan parameter-parameter yang dapat diubah atau diperhalus dalam perangkat lunak *Rietica* ditunjukkan pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Hubungan Karakter Puncak Difraksi dan Parameter-Parameter dalam Model Intensitas Difraksi pada Analisis Rietveld (Pratapa, 2011).

No.	Karakter	Parameter Kristal	Parameter dari Instrumen
1	Posisi Puncak	<ul style="list-style-type: none"> • Parameter kisi • Asimetri 	<ul style="list-style-type: none"> • Kesalahan $2\theta_0$ • Pergeseran Spesimen
2	Tinggi Puncak	<ul style="list-style-type: none"> • Faktor skala • Asimetri • Parameter thermal • <i>Preffered-orientation</i> • <i>Extinction</i> 	
3	Lebar dan bentuk puncak	<ul style="list-style-type: none"> • Parameter bentuk puncak (U, V, W, H_L) • Asimetri 	

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Jenis Penelitian

Jenis penelitian yang dilakukan merupakan analisis data sekunder dari penelitian sebelumnya. Hasil data karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) dari sampel *reduced graphene oxide* (rGO) dari tempurung kelapa yang direduksi menggunakan *L-Ascorbic Acid* dengan dan tanpa paparan gelombang mikro sebagai perbandingan. Analisis ukuran kristal dan regangan kisi dilakukan menggunakan persamaan Scherrer, Scherrer termodifikasi, dan Williamson-Hall. Analisis Rietveld juga dilakukan menggunakan perangkat lunak (*software*) *Rietica*.

3.2 Proses Sintesis rGO dari Arang Tempurung Kelapa

3.2.1 Pembuatan Grafit dari Arang Tempurung Kelapa

1. Arang tempurung kelapa ditumbuk hingga halus.
2. Dilarutkan serbuk dalam larutan HCl 0,4 M dan diaduk selama 8 jam.
3. Diayak menggunakan ayakan 250 mesh.

3.2.2 Pembuatan *Graphene Oxide* (GO)

1. 23 ml H₂SO₄ 98% dicampur dengan 2,55 ml H₃PO₄ dengan diaduk pada kecepatan 730 rpm menggunakan magnetic stirer selama 30 menit.
2. Ditambahkan 1 gram grafit pada larutan dan diaduk selama 30 menit.
3. Larutan ditempatkan pada *ice bath* dan ditambahkan 5 gr KMnO₄ sedikit demi sedikit dengan temperatur dijaga dibawah 40°C.

4. Larutan diaduk dengan kecepatan 730 rpm menggunakan *magnetic stirrer* selama 40 menit.
5. Ditambahkan 46 ml DI water pada larutan dan dilakukan didalam *ice bath* dengan dijaga temperaturnya dibawah 40°C dan ditambahkan 1 ml H₂O₂ 30% untuk menghentikan proses oksidasi.
6. Larutan dicuci menggunakan 100 ml HCl 0,4 M dan dicuci menggunakan 100 ml NaOH, DI water dan Alkohol 70% sampai larutan netral.
7. Larutan dikeringkan menggunakan oven pada temperatur 100°C selama 2 jam hingga terbentuk serbuk *graphene oxide*.

3.2.3 Pembuatan *Reduced Graphene Oxide* (rGO)

1. 1 gr *graphene oxide* ditambahkan dengan 134 ml ethylene glycol dan dilanjutkan dengan sonikasi selama 4 jam menggunakan *sonicator ultrasonic bath*.
2. Larutan ditambahkan *L-Ascorbic acid* (LAA) dengan dilarutkan pada 20 ml DI water untuk proses reduksi.
3. Larutan dimasukkan pada *microwave* selama 30 menit
4. Sampel dikeringkan menggunakan oven pada temperatur 100°C selama 2 jam hingga terbentuk serbuk *Reduced Graphene Oxide*.

3.3 Metode Analisis Hasil

Metode dari karakterisasi XRD yang dihasilkan memberikan pola grafik hubungan dari sudut hamburan atau *angle range* (2θ) antara 5°-60° dan intensitas (I), dengan sumber sinar-X dari logam tembaga (Cu) dan panjang gelombang

$K_{\alpha 1} = 1,54060 \text{ \AA}$. Intensitas yang berbeda pada suatu sampel akan menunjukkan suatu puncak dengan sudut hamburan (2θ) tertentu, sebagaimana pada tabel 3.1, sehingga dari data puncak (2θ) tersebut bisa ditentukan ukuran kristal dan regangan kisi secara matematis dengan pendekatan persamaan Scherrer dan Williamson-Hall.

Tabel 3.1 Hasil Puncak 2θ pada Sampel rGO.

No.	Sampel	Peak 2θ ($^{\circ}$)
1.	rGO TM	8,71689 23,24 43,5921
2.	rGO m40	8,58265 23,65 43,57

3.3.1 Menentukan Ukuran Kristal dengan Persamaan Scherrer dan Scherrer Termodifikasi

Persamaan Scherrer untuk menentukan besar ukuran kristal adalah sebagai berikut :

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (3.1)$$

dengan k adalah tetapan Scherrer ($k = 0,9$), λ adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan adalah logam Cu ($\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$), β adalah FWHM (*Full Width at Half Maximum*).

Tahapan dalam menentukan ukuran kristal menggunakan persamaan Scherrer adalah sebagai berikut :

1. Plot grafik sampel rGO menggunakan *software* Origin-8.5.
2. Dilakukan pemilihan kurva puncak difraksi masing-masing bidang kristal pada posisi 2θ , kemudian dianalisis menggunakan pendekatan Gauss, sehingga dapat dilihat nilai pelebaran kurva setengah puncak difraksi (FWHM).
3. Ditentukan nilai ukuran kristal menggunakan persamaan Scherrer.

4. Nilai estimasi ukuran kristal dihitung dengan merata-ratakan nilai ukuran kristal setiap bidang kristal yang telah dipilih.

Untuk metode Scherrer termodifikasi, kedua suku (suku bagian kanan dan kirinya) dari formula Scherrer pada persamaan (3.1) diambil nilai logaritmanya sehingga diperoleh persamaan (3.2) (Monshi, 2012) :

$$\ln \beta = \ln \frac{K\lambda}{D \cos\theta} = \ln \frac{K\lambda}{D} + \ln \frac{1}{\cos\theta} \quad (3.2)$$

Dari persamaan 3.2 dapat dibuat tahapan dalam menentukan ukuran kristal pada metode Scherrer termodifikasi sebagai berikut :

1. Ditentukan nilai $\ln(\beta)$ dan $\ln(1/\cos\theta)$.
2. Karena $\ln(\beta)$ terhadap $\ln(1/\cos\theta)$ menunjukkan hubungan linier maka dapat dilakukan pendekatan *Least Squares Fit to straight line* atau regresi linier.
3. Dengan demikian diperoleh persamaan garis lurus $y = mx + y_0$ dengan standar error untuk y_0 dan m masing-masing.
4. Dari persamaan garis lurus tersebut diperoleh perpotongan pada $y_0 = \ln(K\lambda/D)$ atau $D = K\lambda/e^{(y_0)}$, sehingga pada persamaan Scherrer Termodifikasi, ukuran kristal dapat dihitung.

3.3.2 Menentukan Ukuran Kristal dan Regangan Kisi dengan Metode Williamson-Hall.

Penentuan ukuran kristal dan regangan kisi menggunakan metode Williamson-Hall, yang persamaannya sebagai berikut :

$$\beta_{hkl} \cos\theta = \frac{K\lambda}{D} + 4\varepsilon \sin\theta \quad (3.3)$$

dengan β adalah FWHM, maka persamaan (3.3) dapat dilakukan tahapan untuk menentukan ukuran kristal dan regangan kisi sebagaimana berikut :

1. Ditentukan nilai dari $\text{FWHM} \cdot \cos(\theta)$ dan $4\sin(\theta)$.
2. Dilakukan hubungan linier antara $\text{FWHM} \cdot \cos(\theta)$ dan $4\sin(\theta)$ dengan pendekatan pendekatan *Least Squares Fit to straight line* atau regresi linier.
3. Dengan demikian diperoleh persamaan garis lurus $y = mx + y_0$ dengan standar error untuk y_0 dan m masing-masing.
4. Dari persamaan garis lurus tersebut diperoleh perpotongan pada sumbu y pada $y_0 = (K\lambda/D)$, atau $D = K\lambda/y_0$, sehingga nilai dari ukuran kristal dapat ditentukan.
5. Dari persamaan garis lurus tersebut diperoleh persamaan garis lurus dengan gradien m sehingga nilai dari regangan kisi dapat dihitung.

3.4 Analisis Rietveld Menggunakan *Rietica*

Analisis Rietveld dilakukan pada penelitian ini dengan menggunakan *software Rietica*. Dalam program *Rietica* terdapat beberapa format data dan *output* yang didapat dari program sehingga ditampilkan dalam tabel 3.2 berikut.

Tabel 3.2 Format Data dan Hasil Keluaran dari Program *Rietica*.

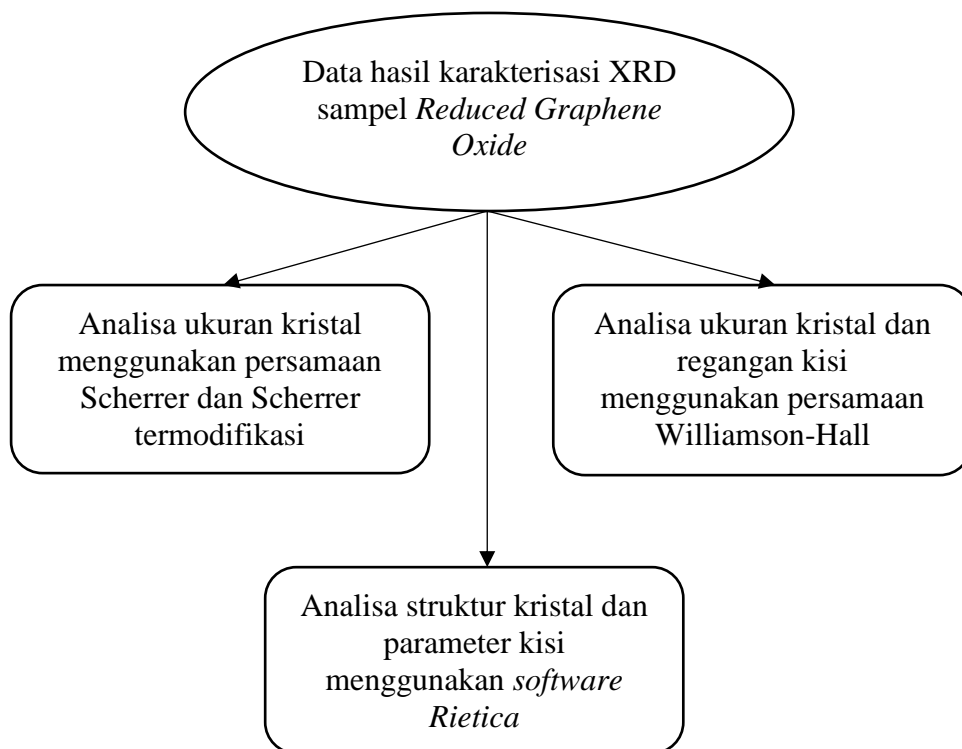
<i>Software</i>	Format data	Ekstensi File	<i>Output</i>
<i>Rietica</i> (Hunter, 1997)	XY atau CPI	*.xy atau *.cpi	Parameter cell <i>Halfwidth parameter</i> : U Rp Rexp Rwp GOF

Langkah-langkah yang harus dilakukan dalam analisis Rietveld menggunakan program *Rietica* pada sampel rGO adalah sebagai berikut :

1. Pencocokan antara data terhitung dengan data terukur.

2. Data terukur yang digunakan yaitu file *.cif 1543272 yang diambil dari *Crystallography Open Database*.
3. Diinput file data terhitung dengan data terukur pada program *Rietica*.
4. Refine untuk menampilkan kesesuaian antara data terhitung dengan data terukur.
5. Diperhalus parameter-parameter yang meliputi parameter global dan *sample displacement* sebagai parameter global, profil puncak (*U*, *V*, *W* dan *gamma0*), faktor skala, parameter kisi, posisi atom, faktor thermal B dan asimetri.
6. *Output*.

3.5 Diagram Alir Penelitian



Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

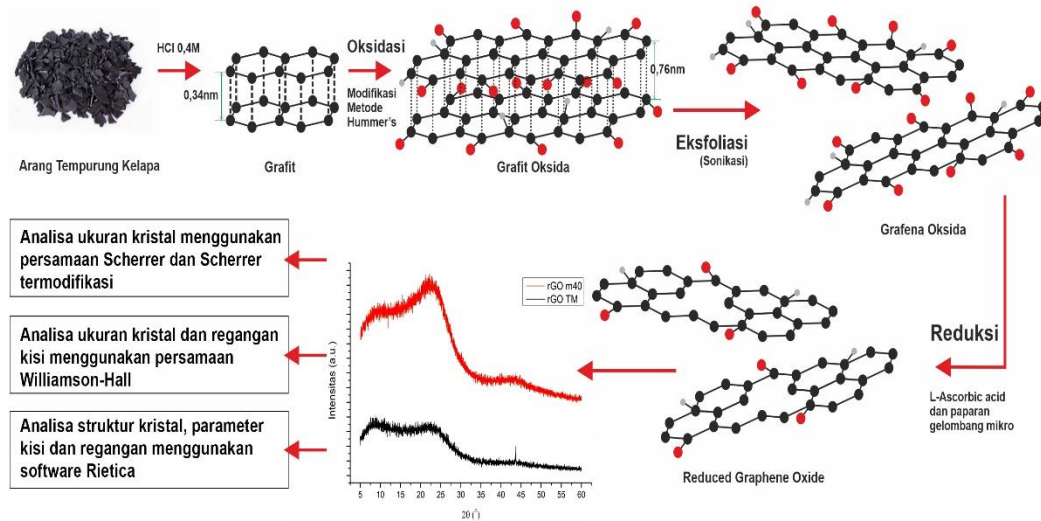
4.1 Data Hasil Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan menganalisis data sekunder pada penelitian sebelumnya. Data yang akan dianalisis berupa hasil dari karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) sampel *reduced graphene oxide* (rGO) dari tempurung kelapa yang direduksi menggunakan *L-Ascorbic Acid* dengan dan tanpa paparan gelombang mikro sebagai perbandingan. Sehingga pada penelitian ini akan diperoleh ukuran kristal dan regangan kisi dari sampel rGO tersebut menggunakan pendekatan Scherrer, Scherrer termodifikasi, dan Williamson-Hall. Analisis Rietveld menggunakan perangkat lunak (*software*) *Rietica* juga digunakan dengan cara *refinement* yang merupakan pencocokan antara data terhitung (XRD) dan data terukur (ICSD).

4.1.1 Pembuatan Sampel *Reduced Graphene Oxide*

Berdasarkan penelitian sebelumnya, pembuatan sampel rGO dilakukan dengan beberapa tahap yaitu, sintesis grafit dari tempurung kelapa, sintesis GO, dilanjutkan sintesis rGO. Tahap pertama dalam pembuatan grafit tempurung kelapa adalah pencucian arang menggunakan aquades untuk membuang zat sisa pembakaran. Kemudian dikeringkan dan diayak 250 mesh untuk didapatkan arang dalam bentuk serbuk. Serbuk tersebut diaduk dengan mencampur asam klorida (HCl 0,4 M) selama 8 jam untuk menghilangkan partikel-partikel pengotor yang ada dalam serbuk arang, dan dinetralkan menggunakan aquades dan alkohol. Tahap kedua, sintesis GO digunakan metode Hummer's modifikasi. Dalam

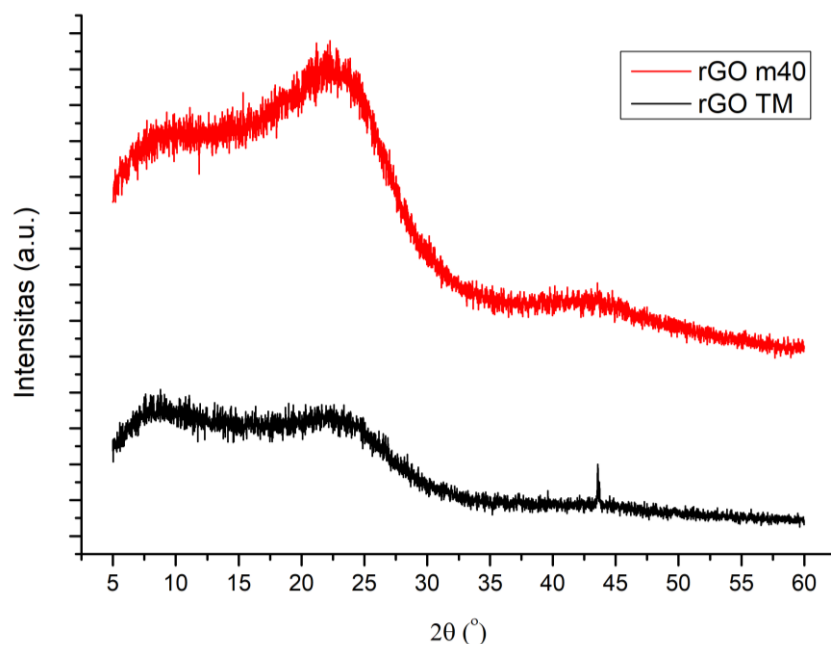
sintesis GO serbuk arang tempurung kelapa dioksidasi menggunakan *Phosphoric acid* (H_3PO_4), *Sulfuric acid* (H_2SO_4) dan *Potassium permanganate VII* (KMnO_4). KMnO_4 merupakan agen pengoksidasi kuat yang sangat fluktuatif (cenderung menaikkan) terhadap temperatur, sehingga penambahan KMnO_4 dalam larutan dikondisikan pada temperatur yang rendah. Setelah itu, ditambahkan *Hydrogen peroxide* (H_2O_2) untuk memaksimalkan proses oksidasi. Tahap ketiga, sintesis rGO digunakan metode reduksi kimia dengan *L-Ascorbic acid* sebagai agen pereduksi. Pada tahap ini juga dibantu dengan pemaparan gelombang mikro pada sampel untuk mempercepat proses reduksi. Pemaparan gelombang mikro menghasilkan efek yang berbeda dikarenakan pemanasan langsung terpusat pada inti sampel dan menjalar keluar sampel. Kemudian sampel rGO juga dibuat tanpa bantuan pemaparan gelombang mikro sebagai perbandingan. Hasil karakterisasi dari *X-Ray Diffraction* (XRD) akan dianalisis ukuran kristal dan regangan kisi menggunakan pendekatan persamaan Scherrer, Scherrer termodifikasi, dan Williamson-Hall. Analisis Rietveld menggunakan program (*software*) *Rietica* juga digunakan. Sebagaimana representasi mekanisme pembuatan sampel rGO dan analisis data dari karakterisasi XRD ditampilkan dalam gambar 4.1.



Gambar 4.1 Mekanisme Pembuatan Sampel rGO dan Analisis Data Karakterisasi XRD.

4.1.2 Data Hasil Karakterisasi XRD

Karakterisasi XRD sampel rGO dari tempurung kelapa dilakukan di Laboratorium Teknik Material Metalurgi ITS. Pengujian dilakukan dengan sudut hamburan atau *angle range* (2θ) antara 5° - 60° dan intensitas (I), dengan sumber sinar-X dari logam tembaga (Cu) dan panjang gelombang $K_{\alpha 1} = 1,54060\text{\AA}$, sehingga diperoleh pola difraksi yang ditampilkan pada gambar 4.2.



Gambar 4.2 Pola Difraksi Sampel rGO dari Tempurung Kelapa.

Gambar 4.2 memperlihatkan bahwa terdapat puncak $2\theta = 8^\circ$, 23° dan 43° pada sampel rGO dengan paparan gelombang mikro selama 40 menit dengan nama sampel rGO m40 dan tanpa paparan gelombang mikro dengan nama sampel rGO TM. Penggunaan sampel rGO m40 dalam analisis ini dikarenakan pada penelitian sebelumnya dijelaskan bahwa rGO dengan bantuan paparan gelombang mikro selama 40 menit memiliki sifat material yang lebih baik daripada yang dipapari gelombang mikro selama 10, 20, 30 menit (Yanti, 2019).

4.1.3 Data Hasil Perhitungan Menggunakan Persamaan Scherrer, Scherrer Termodifikasi, dan Williamson-Hall

Penentuan ukuran kristal pada metode Scherrer dilakukan menggunakan persamaan 3.1 dengan bantuan *software* Origin 8.5 untuk mengukur nilai FWHM yang diperoleh pada tabel 4.1 berikut.

Tabel 4.1 Ukuran Kristal pada Puncak 2θ dan Nilai FWHM Sampel rGO.

Sampel	Peak 2θ ($^\circ$)	FWHM (rad)	D (nm)
rGO TM	8,71689	0,1247975556	1,1142536515
	23,24	0,49008387	0,28883867
	43,5921	0,06367222	2,3452824722
rGO m40	8,58265	0,302563459	0,4595525629
	23,65	0,47902444	0,2957266762
	43,57	0,17186	0,8688350095

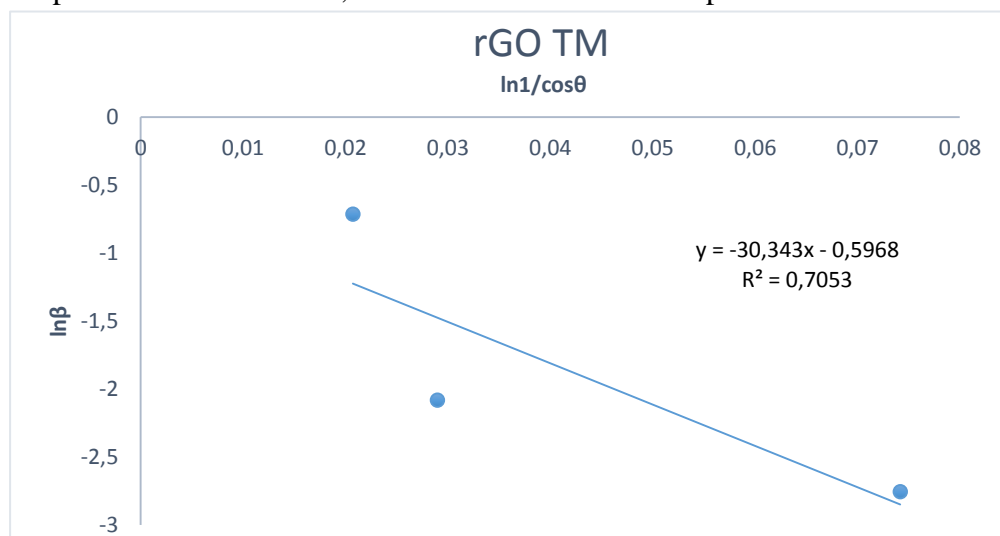
Berdasarkan tabel 4.1 diperoleh nilai dari ukuran kristal rata-rata $D_{ave} = 1,2494582646$ nm untuk sampel rGO TM dan $D_{ave} = 0,4595525629$ nm untuk sampel rGO m40.

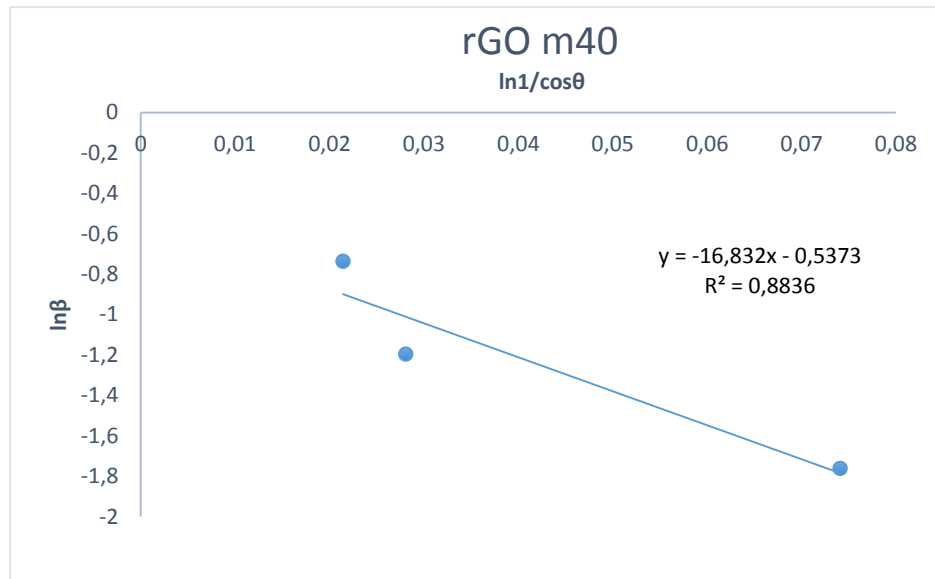
Untuk perhitungan ukuran kristal menggunakan metode Scherrer termodifikasi dilakukan menggunakan persamaan 3.2, dengan nilai FWHM, panjang gelombang, 2θ , dan intensitas dari hasil karakterisasi XRD. Perhitungan nilai $\ln(1/\cos\theta)$ dan $\ln(\beta)$ disajikan dalam tabel 4.2.

Tabel 4.2 Perhitungan Nilai $\ln(1/\cos\theta)$ dan $\ln(\beta)$ Puncak 2 θ pada Sampel.

Sampel	Peak 2 θ ($^{\circ}$)	$1/\cos\theta$	FWHM (β) (rad)	$\ln 1/\cos\theta$ (x)	$\ln \beta$ (y)
rGO TM	8,71689	1,029002551	0,1247975556	0,028960575	-2,081062
	23,24	1,020923833	0,49008387	0,020707936	-0,713178
	43,5921	1,076992669	0,06367222	0,074172591	-2,754006
rGO m40	8,58265	1,02811407	0,302563459	0,028074629	-1,195464
	23,65	1,021682068	0,47902444	0,021450355	-0,736004
	43,57	1,076910761	0,17186	0,074096536	-1,761075

Berdasarkan nilai pada tabel 4.2 dibuat grafik hubungan nilai $\ln(1/\cos\theta)$ sebagai sumbu x dan $\ln(\beta)$ sebagai sumbu y yang ditampilkan pada gambar 4.3 dan 4.4. Pada gambar 4.3 diperoleh persamaan linier $y = -30,343x - 0,5968$ untuk sampel rGO TM. Selanjutnya, pada gambar 4.4 diperoleh persamaan linier $y = -16,832x - 0,5373$ untuk sampel rGO m40. Persamaan linier tersebut menunjukkan hubungan atau korelasi antar dua variabel (sampel) yang ditarik garis lurus dengan masing-masing nilai R-square. Dengan demikian diperoleh nilai intersep pada sumbu y yang nilainya sama dengan $\ln(K\lambda/D)$, sehingga nilai ukuran kristal dapat dihitung menggunakan persamaan $D = K\lambda/e^{(y_0)}$. Dari persamaan tersebut diperoleh nilai ukuran kristal $D = 1,2518368913$ nm untuk sampel rGO TM dan $D = 1,2372896677$ nm untuk sampel rGO m40.

Gambar 4.3 Grafik Hubungan $\ln(1/\cos\theta)$ dan $\ln(\beta)$ Sampel rGO TM.



Gambar 4.4 Grafik Hubungan $\ln(1/\cos\theta)$ dan $\ln(\beta)$ Sampel rGO m40.

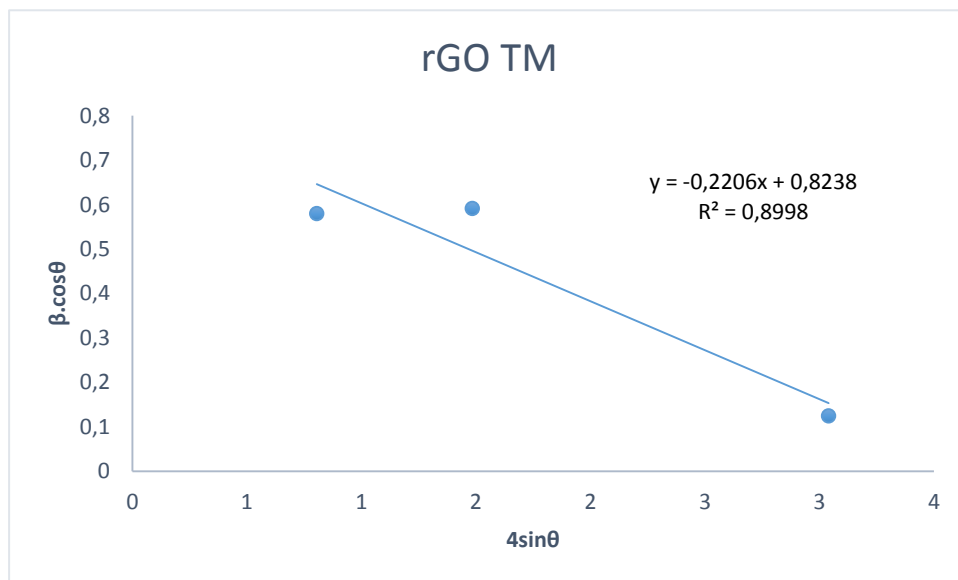
Penentuan ukuran kristal dan regangan kisi dilakukan menggunakan metode Williamson-Hall dengan persamaan 3.3. Pada metode Williamson-Hall, jika perluasan profil adalah murni karena ukuran kristal dan regangan kisi (tidak ada *Instrument Broadening*), dengan asumsi bahwa ukuran partikel dan kontribusi regangan pada pelebaran garis tidak bergantung satu sama lain, dan lebar garis yang diamati hanyalah penjumlahan dari persamaan 2.5 dan 2.6 (Mote, 2012).

Dalam penentuannya dibuat hubungan garis linier menggunakan metode *Least Squares Fit to straight line* atau regresi linier antara nilai $\sin(\theta)$ pada sumbu x dan $\text{FWHM} \cdot \cos(\theta)$ pada sumbu y, sehingga nilainya didapatkan pada tabel 4.3.

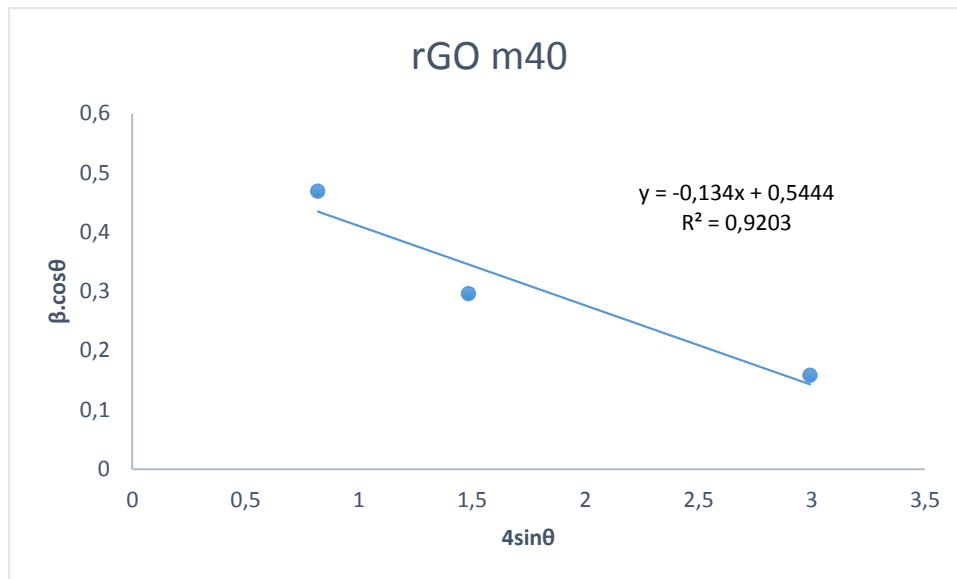
Tabel 4.3 Perhitungan Nilai $\sin\theta$ dan $\beta \cdot \cos\theta$ Puncak 2θ pada Sampel.

Sampel	Peak 2θ (°)	$\text{Cos}\theta$	FWHM (β) (rad)	$4\text{Sin}\theta$ (x)	$\beta \cdot \text{cos}\theta$ (y)
rGO TM	8,71689	0,99710813	0,1247975556	3,03983496	0,1244366
	23,24	0,979505	0,49008387	0,80567938	0,5800396
	43,5921	0,928511427	0,06367222	1,48521529	0,59120383
rGO m40	8,58265	0,997196474	0,302563459	2,993109952	0,15829314
	23,65	0,978778067	0,47902444	0,819692575	0,46885861
	43,57	0,928582047	0,17186	1,484508707	0,2958611

Berdasarkan tabel 4.3 dibuat grafik hubungan linier yang disajikan pada gambar 4.5 dan 4.6 masing-masing sampel. Pada gambar 4.5 diperoleh persamaan garis linier $y = -0,2206x + 0,8238$ untuk sampel rGO TM. Kemudian, pada gambar 4.6 diperoleh persamaan garis linier $y = -0,134x + 0,5444$ untuk sampel rGO m40. Dengan demikian diperoleh titik potong garis pada sumbu y dan gradiennya masing-masing sehingga dapat dihitung nilai ukuran kristal dan regangan kisi dengan persamaan $D = K\lambda/y_0$ untuk nilai ukuran kristal dan gradien m untuk nilai regangan kisi.



Gambar 4.5 Grafik Hubungan $4\sin\theta$ dan $\beta \cdot \cos\theta$ pada Sampel rGO TM.



Gambar 4.6 Grafik Hubungan $4\sin\theta$ dan $\beta \cdot \cos\theta$ pada Sampel rGO m40.

Berdasarkan perhitungan menggunakan persamaan Williamson-Hall dengan hubungan garis linier pada masing-masing sampel didapatkan ukuran kristal $D = 1,683102695$ nm untuk sampel rGO TM dan $D = 2,548786765$ nm untuk sampel rGO m40. Sedangkan regangan kisi diperoleh $\varepsilon = 0,2206$ untuk sampel rGO TM dan $\varepsilon = 0,134$ untuk sampel rGO m40. Dalam persamaan linier tersebut diperoleh hasil negatif untuk nilai regangan kisi, hal tersebut dikarenakan regangan mengalami penyusutan kisi yang dapat dilihat dari nilai parameter kisinya (Khorsand, 2011). Sebagai perbandingan hasil ukuran kristal dan regangan kisi yang didapatkan dari ketiga metode persamaan, maka ditinjau pada tabel 4.4 berikut.

Tabel 4.4 Perbandingan Nilai Parameter Kristal rGO.

Sampel	Scherrer	Scherrer termodifikasi	Williamson-Hall	
	D (nm)	D (nm)	D (nm)	ε
rGO TM	1,2494582646	1,2518368913	1,683102695	0,2206
rGO m40	0,4595525629	1,2372896677	2,548786765	0,134

4.1.4 Data Hasil *Refinement* Rietveld Menggunakan *Software Rietica*

Analisis Rietveld merupakan proses penghalusan dengan memasukkan data terhitung (XRD) dan data terukur (ICSD) sehingga nilainya mendekati yang sesungguhnya. Sedangkan proses *refinement* merupakan pola difraksi dari pencocokan antara data terhitung (XRD) dan data terukur (ICSD). Informasi dari keluaran (*output*) yang menyatakan indeks kecocokan dari pola difraksi dari data terhitung dan data terukur ditentukan berdasarkan dari indikator R dan GOF-nya. Semakin kecil nilai indikator R dan GOF-nya, maka semakin baik hasilnya (Wahyuni, 2010).

Data ICSD dipilih berdasarkan fase dominan yang menempati puncak-puncak tertentu. Pada sampel rGO dicoba ICSD satu persatu dan dipilih yang parameternya paling cocok, sehingga digunakan ICSD dengan nomor 1543272 dengan ekstensi file *.cif yang diambil dari *Crystallography Open Database*. Adapun datanya ditampilkan pada gambar 4.7.

```

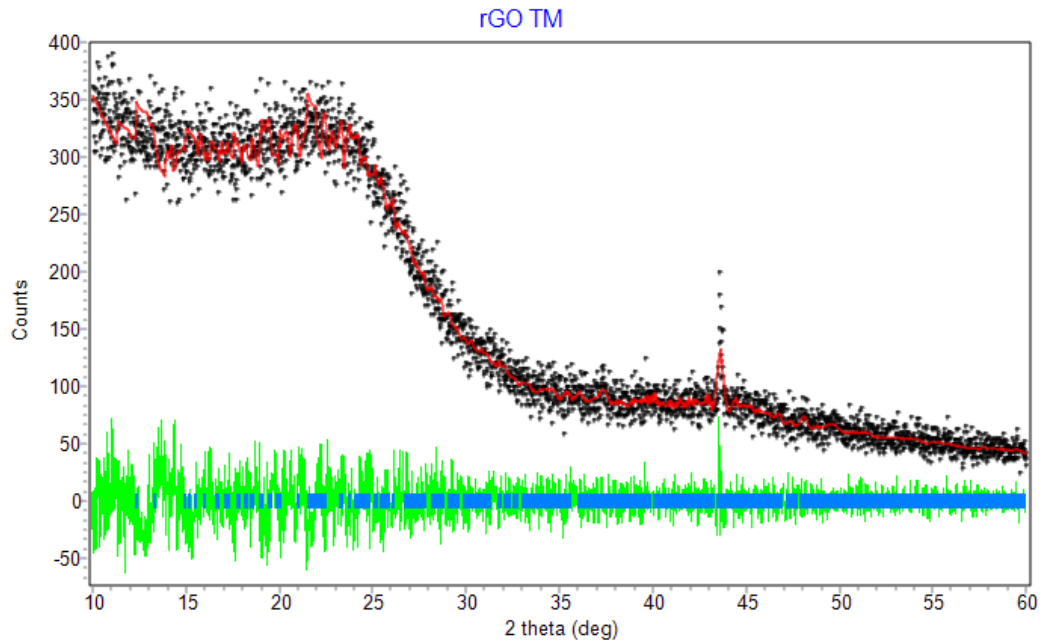
data_1543272
loop_
  _publ_author_name
  'Singh, Karandeep'
  'Singh, Ajay K.'
  'Singh, Devendra'
  'Singh, Rakhi'
  'Sharma, Siddharth'
  _publ_section_title
  ;
  Pd/Fe3O4supported on nitrogen-doped reduced graphene oxide for
  room-temperature isocyanide insertion reactions
  ;
  _journal_issue          11
  _journal_name_full      'Catal. Sci. Technol.'
  _journal_page_first     3723
  _journal_paper_doi      10.1039/C5CY01973G
  _journal_volume         6
  _journal_year           2016
  _chemical_formula_sum   'C23 H15 N'
  _chemical_formula_weight 305.36
  _chemical_name_systematic
  ;
  ?
  ;
  _space_group_IT_number  61
  _symmetry_cell_setting  orthorhombic
  _symmetry_space_group_name_Hall '-P 2ac 2ab'
  _symmetry_space_group_name_H-M  'P b c a'
  _atom_sites_solution_hydrogens geom
  _atom_sites_solution_primary  direct
  _atom_sites_solution_secondary difmap
  _audit_creation_method  SHELXL-97

```

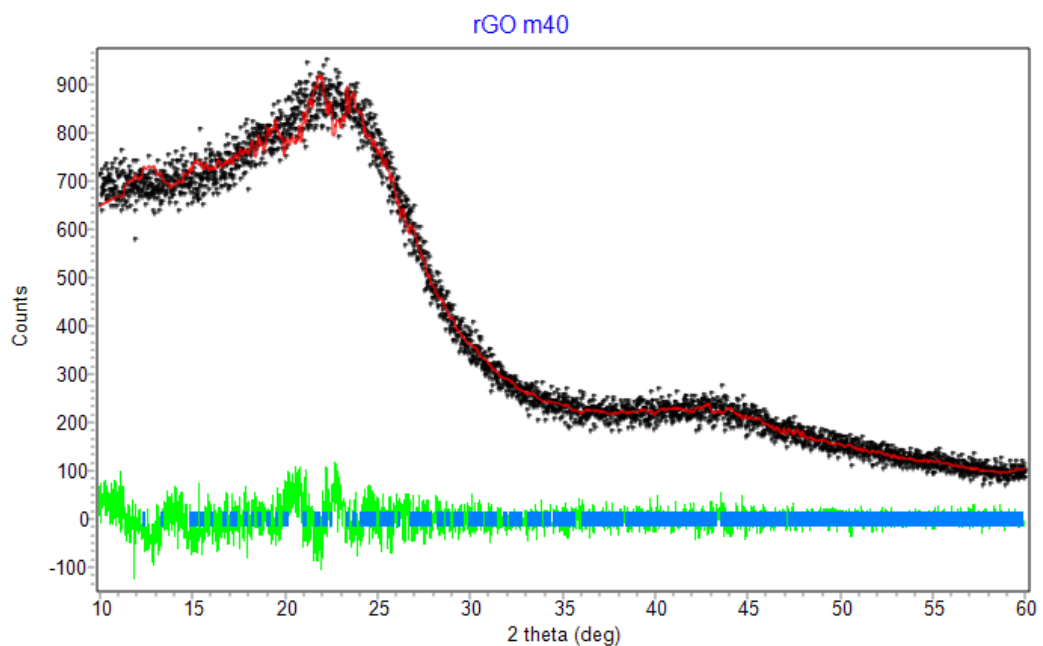
Gambar 4.7 Data ICSD untuk Sampel rGO.

Berdasarkan gambar 4.7 berupa data ICSD yang menjadi database dengan menunjukkan informasi kristalografi didalamnya yaitu, informasi paper yang mempublikasi, formula senyawa kimia, dan parameter struktur kristal berupa parameter sel, volume sel, *space group*.

Grafik keluaran (*output*) yang membentuk pola difraksi dari proses penghalusan yang didapatkan dari sampel rGO dan data ICSD diperlihatkan pada gambar 4.8 dan 4.9 berikut.



Gambar 4.8 Hasil *Refinement* Sampel rGO TM Menggunakan *Software Rietica*.



Gambar 4.9 Hasil *Refinement* Sampel rGO m40 Menggunakan *Software Rietica*.

Berdasarkan gambar 4.8 dan 4.9 hasil *refinement* sampel rGO menggunakan *software Rietica* antara grafik teruji sinar-X dan data ICSD model rGO yang didapatkan dari *Crystallography Open Database*. Pada grafik tersebut, garis berwarna hitam merupakan hasil pola difraksi terhitung (model) dari sampel rGO,

garis warna merah merupakan pola difraksi terukur dari data ICSD rGO. Sedangkan garis berwarna hijau merupakan penyimpangan atau selisih diantara keduanya, dan garis berwarna biru menunjukkan posisi-posisi puncak yang sesuai. Hal tersebut yang mempengaruhi kecocokan hasil *refinement* yang ditampilkan pada hasil indikator R dan GOF-nya. Hasil *refinement* dari pola difraksi yang terbentuk pada grafik tersebut berupa informasi keluaran (*output*) yang berisi parameter kristal sampel rGO yang disajikan dalam tabel 4.5 sebagai berikut.

Tabel 4.5 Hasil Keluaran *Refinement* dari Program *Rietica*.

Parameter Kristal	Sampel	
	rGO TM	rGO m40
Parameter kisi		
a	19,528522	19,485062
b	7,5052	7,5052
c	21,305204	21,245897
<i>Halfwidth parameter: U</i>	4,812423	2,424550
Rp	6,81	4,40
Rexp	7,82	5,00
Rwp	8,90	5,69
GOF	1,296	1,299

Tabel 4.5 menunjukkan hasil keluaran (*output*) dari *refinement* program *Rietica*. Berdasarkan tabel 4.5 ditampilkan beberapa parameter struktur kristal berupa nilai parameter kisi, *halfwidth parameter: U* yang menunjukkan nilai regangan kristal, dan parameter kesesuaian (*Figures of Merit*, FoM) seperti nilai *Profile R-factor* (Rp), *Expected profile R-factor* (Rexp), serta *Weight profile R-factor* (Rwp) dan nilai *Goodness of Fit* (GOF).

4.1.5 Konduktivitas Listrik *Reduced Graphene Oxide*

Data hasil dari uji nilai konduktivitas menggunakan LCR-meter didapatkan nilai resistansi dan konduktivitas. Untuk pengujian sampel rGO harus dibuat

dalam bentuk pelet terlebih dahulu. Sampel harus dengan diameter dan ketebalan yang sama. Rumus yang digunakan ialah $G=1/R$ untuk mencari resistansinya yang kemudian digunakan untuk mencari nilai konduktivitas dengan rumus $\sigma= d/RA$. Hasil pengujian dapat dilihat pada tabel 4.6 sebagai berikut.

Tabel 4.6 Hasil Uji Konduktivitas rGO Menggunakan LCR-Meter.

Sampel	Konduktivitas (10^{-8} S/cm)
rGO TM	1,66
rGO m40	3,89

Secara teori nilai konduktivitas bebanding terbalik dengan resistansi. Semakin tinggi resistansinya maka semakin rendah konduktivitasnya dan sebaliknya.

4.2 Pembahasan

Penelitian ini dilakukan untuk menganalisis parameter struktur yang ada pada *reduced graphene oxide* dari tempurung kelapa dengan dan tanpa bantuan paparan gelombang mikro. Pengukuran difraksi dari sampel rGO berupa serbuk dilakukan menggunakan difraktometer sinar-X yang menghasilkan data pola difraksi berupa sudut 2θ dan intensitas. Sehingga dari data tersebut dapat dilakukan analisis parameter struktur pada sampel *reduced graphene oxide* yang merupakan tujuan dari penelitian ini.

Berdasarkan penelitian sebelumnya oleh Yanti (2019), dari hasil karakterisasi XRD sampel rGO didapatkan puncak 2θ pada 23° dan 43° . Hasil tersebut terdapat pergeseran puncak 2θ jika dibandingkan dengan penelitian oleh (Setiadji, 2018) dan (Krishnamoorthy, 2011) yang mana terdapat puncak 2θ pada 25° dan 45° . Kemudian pada penelitian ini ditemukan puncak 2θ pada 8° , 23° dan 43° pada

sampel rGO. Hal ini dikarenakan adanya pengotor pada gugus fungsi hidroksil dan karbonil pada sampel karena proses reduksinya yang kurang sempurna sehingga mengakibatkan pergeseran puncak 2θ ke kiri dan puncak lain yang baru teridentifikasi.

Salah satu parameter struktur pada rGO dari tempurung kelapa yang dianalisis yaitu berupa perhitungan ukuran kristal menggunakan pendekatan persamaan Scherrer, Scherrer termodifikasi, dan Williamson-Hall dengan hasilnya yang ditunjukkan pada tabel 4.4. Pada perhitungan ukuran kristal menggunakan persamaan Scherrer didapatkan nilai $D_{ave} = 1,2494582646$ nm untuk rGO TM dan $D_{ave} = 0,4595525629$ nm untuk rGO m40. Sedangkan jika menggunakan persamaan Scherrer termodifikasi hasilnya diperoleh $D = 1,2518368913$ nm untuk rGO TM dan $D = 1,2372896677$ nm untuk rGO m40. Rumus Scherrer termodifikasi didasarkan bahwa, harus mengurangi kesalahan dan mendapatkan nilai rata-rata D meskipun semua puncak (atau sejumlah puncak yang dipilih) dengan menggunakan metode kuadrat terkecil untuk mengurangi sumber kesalahan secara matematis, sehingga teknik kuadrat terkecil dapat diterapkan untuk meminimalkan sumber kesalahan sehingga didapatkan hasil terbaik (Monshi dkk, 2012). Dalam beberapa kasus persamaan linier pada Scherrer termodifikasi dihasilkan hubungan negatif. Hal tersebut dikarenakan pada sudut yang lebih tinggi, pada 2θ , dengan nilai $\cos\theta$ yang lebih rendah dan nilai β yang diamati dan diukur kurang dari yang seharusnya sesuai dengan rumus Scherrer. Kesalahan yang terdapat dalam persamaan Scherrer termodifikasi adalah ketika menggunakan puncak berbeda yang merupakan penyebab utama hamburan titik. Beberapa sumber kesalahan lain yaitu ketika mengukur $\ln\beta$ dan $\ln 1/\cos\theta$ (Monshi dkk, 2012) (Sumadiyasa dkk, 2018). Dalam

koefisien korelasi grafik regresi pada persamaan Scherrer termodifikasi hanya diperoleh $R^2 = 0,7053$ untuk grafik sampel rGO TM dan diperoleh $R^2 = 0,8836$ untuk grafik sampel rGO m40, sehingga dapat dinyatakan $R^2 < 0,9$ yang mana memberikan linieritas kurang baik. Dalam formula Scherrer tidak memperhitungkan pengaruh regangan kisi terhadap lebar profil puncak difraksi sinar-X, sehingga lebar profil puncak difraksi sinar-X diasumsikan sebagai kontribusi total dari ukuran kristal.

Pada perhitungan ukuran kristal menggunakan persamaan Williamson-Hall didapatkan nilai $D = 1,683102695$ nm untuk rGO TM dan $D = 2,548786765$ nm untuk rGO m40. Nilai tersebut melibatkan faktor regangan dalam perhitungannya yang memberikan ukuran kristal lebih besar daripada menggunakan persamaan Scherrer. Hal tersebut dapat diindikasikan adanya faktor regangan yang berpengaruh terhadap puncak spektra difraksi. Dalam faktor regangan kisi yang semakin kuat akan mengakibatkan puncak-puncak difraksi semakin melebar, sehingga regangan kisi yang semakin besar akan mengakibatkan ukuran kristal yang semakin kecil (Sumadiyasa, 2018). Linieritas dalam grafik regresi pada metode Williamson Hall ditunjukkan nilai korelasi (R^2) yang lebih baik daripada menggunakan formula Scherrer, dengan $R^2 = 0,8998$ untuk grafik sampel rGO TM dan diperoleh $R^2 = 0,9203$ untuk grafik sampel rGO m40. Hal tersebut menunjukkan bahwa regangan kisi berperan penting dalam penentuan ukuran kristal. Sedangkan untuk nilai regangan kisi didapatkan $\epsilon = 0,2206$ untuk rGO TM dan $\epsilon = 0,134$ untuk rGO m40, sehingga nilai tersebut memberikan efek pada pelebaran puncak difraksi yang mengakibatkan ukuran kristal yang kecil. Dalam metode Williamson-Hall tidak dapat diandalkan untuk evaluasi ukuran regangan yang akurat, karena dalam

banyak kasus hasilnya mungkin tidak dapat diterima secara fisik, misalnya kurva pada gradien yang dihasilkan negatif atau ukuran kristal negatif (Pratapa, 2001).

Analisis Rietveld menggunakan *Rietica* dilakukan dengan proses *refinement* (penghalusan) yang merupakan proses pencocokan data hasil XRD dengan ICSD. Urutan proses penghalusan pertama Histogram dengan parameter *zero*, B-1, B0, dan B1. Kedua Fasa dengan parameter a, b, dan c. Ketiga Sampel dengan parameter U, V, W, *Asym1*, dan *Gam0*. Proses penghalusan mempengaruhi parameter kesesuaian (*Figures of Merit*, FoM) yang dihasilkan berupa nilai *Profile R-factor* (Rp), *Expected profile R-factor* (Rexp), serta *Weight profile R-factor* (Rwp) dan *Goodness of Fit* (GOF). Apabila indikator R memiliki nilai kurang dari 20% dan nilai *Goodness of Fit* (GOF) dengan nilai kurang dari 4%, dapat dikatakan proses *refinement* (penghalusan) berhasil. Jika dilihat dari hasil *refinement* (penghalusan) didapatkan nilai Rp= 6,81 Rexp= 7,82 Rwp= 8,90 GOF= 1,296 untuk rGO TM, Rp= 4,40 Rexp= 5,00 Rwp= 5,69 GOF= 1,299 untuk rGO m40, maka dapat dikatakan proses *refinement* (penghalusan) sesuai dan berhasil.

Keluaran proses penghalusan pada analisis Rietveld dengan program *Rietica* dihasilkan nilai parameter kisi a= 19,528522 b= 7,5052 c= 21,305204 untuk rGO TM dan a= 19,485062 b= 7,5052 c= 21, 245897 untuk rGO m40. Nilai parameter kisi menunjukkan $a \neq b \neq c$ dan sudut $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ dengan struktur kristal berbentuk ortorombik (Callister, 2010). Dalam penelitian sebelumnya oleh Yanti (2019) disebutkan bahwa sampel rGO tersebut memiliki fasa amorf yang merujuk pada pita serapannya, yang mana pada perbedaan pita serapan untuk fasa amorf dan kristalin dapat dilihat ketajaman pita serapannya. Dapat dikatakan amorf karena pita serapan yang melebar dan kristalin karena pita serapan yang berbentuk tajam.

Tetapi jika diteliti lebih lanjut menggunakan *software Rietica* dan perhitungan ukuran kristal menggunakan persamaan Williamson-Hall, sampel rGO tersebut memiliki struktur kristal ortorombik dengan nilai ukuran kristal yang kecil dikarenakan faktor regangan kisi yang tinggi menyebabkan puncak difraksinya atau pita serapan melebar. Selanjutnya *output* (keluaran) berupa nilai *halfwidth parameter* U yang mana menunjukkan nilai regangan pada sampel. Sehingga diperoleh dari hasil *refinement* $U = 4,812423$ untuk rGO TM dan $U = 2,424550$ untuk rGO m40. Hasil tersebut semakin meyakinkan untuk nilai regangan yang tinggi pada sampel yang juga mempengaruhi lebar puncak pada sampel.

Sifat listrik sampel rGO dapat dilihat dari nilai konduktivitas listriknya menggunakan LCR-meter. Berdasarkan data yang didapatkan nilai konduktivitas listrik sampel rGO TM $\sigma = 1,66 \times 10^{-8}$ S/cm dan rGO m40 $\sigma = 3,89 \times 10^{-8}$ S/cm. Dari hasil tersebut dapat dilihat bahwa nilai konduktivitas listrik sampel rGO m40 lebih besar dari sampel rGO TM. Hal tersebut dipengaruhi oleh paparan gelombang mikro pada proses pemanasan sampel rGO m40. Dalam proses pemanasan, mengakibatkan regangan yang lebih kecil jika dibandingkan dengan regangan pada sampel rGO TM. Sehingga proses pemanasan mengakibatkan gerak antar molekul yang membuat penyebaran atom maupun molekul yang menyebabkan permukaan dari lembaran rGO semakin rata, sehingga nilai regangan lebih kecil dibandingkan dengan rGO yang tanpa melalui bantuan proses pemanasan. Sedangkan dalam proses pemanasan, juga mengakibatkan ion-ion yang bermuatan bergerak mendekati molekul yang tak bermuatan. Sehingga, molekul yang tak bermuatan menjadi dipol karena pengaruh partikel bermuatan lainnya. Proses tersebut dinamakan dengan induksi dipol. Semakin banyak dipol-dipol yang terbentuk maka

semakin banyak partikel bermuatan dalam sampel yang dapat mempengaruhi daya hantar listrik. Sehingga, jika muatan dalam sampel semakin banyak maka semakin besar pula nilai konduktivitasnya.

4.3 Integrasi Dalam Al-Qur'an

Allah tidak menciptakan semua yang ada di alam semesta ini melainkan dengan hak yang mana Allah menjadikan semua itu bukanlah dengan percuma, melainkan dengan penuh hikmah. Sebagaimana Allah telah berfirman dalam Al-Qur'an surat Yunus ayat 5-6 berikut :

هُوَ الَّذِي جَعَلَ الشَّمْسَ ضِيَاءً وَالْقَمَرَ نُورًا وَقَدَرَهُ مَنَازِلَ لِتَعْلَمُوا عَدَدَ السِّنِينَ وَالْحِسَابَ ۗ مَا خَلَقَ اللَّهُ ذَلِكَ إِلَّا بِالْحَقِّ يُفَصِّلُ الْآيَاتِ لِقَوْمٍ يَعْلَمُونَ ﴿٥﴾ إِنَّ فِي اخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ وَمَا خَلَقَ اللَّهُ فِي السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ لآيَاتٍ لِّقَوْمٍ يَتَفَكَّرُونَ ﴿يونس : ٦﴾

Artinya : “Dialah yang menjadikan matahari bersinar dan bulan bercahaya, dan Dialah yang menetapkan tempat-tempat orbitnya, agar kamu mengetahui bilangan tahun, dan perhitungan (waktu). Allah tidak menciptakan demikian itu melainkan dengan benar. Dia menjelaskan tanda-tanda (kebesaran-Nya) kepada orang-orang yang mengetahui. Sesungguhnya pada pergantian malam dan siang dan pada apa yang diciptakan Allah di langit dan di bumi, pasti terdapat tanda-tanda (kebesaran-Nya) bagi orang-orang yang bertakwa.” (QS. Yunus 10:5-6).

Ayat diatas menjelaskan penciptaan Allah SWT tidak ada yang sia-sia dan selalu memiliki kemanfaatan didalamnya. Seperti material *reduced graphene oxide* yang digunakan dalam penelitian ini, meskipun merupakan material yang berukuran kecil, tetapi kemanfaatannya dalam teknologi sangat luar biasa.

Manusia merupakan ciptaan Allah SWT yang paling sempurna diantara sekian ribu ciptaan Allah lainnya, karena manusia diberikan oleh Allah segala komponen yang tidak dimiliki oleh ciptaan lainnya. Sebagaimana Allah telah berfirman dalam Al-Qur'an surat At-Tin ayat 4 berikut :

لَقَدْ خَلَقْنَا الْإِنْسَانَ فِي أَحْسَن تَقْوِيمٍ ﴿التين : ٤﴾

Artinya : “ Sesungguhnya Kami telah ciptakan manusia dalam bentuk yang sebaik-baiknya ” (QS. At-Tin 95:4).

Untuk mencapai kesempurnaan dalam kehidupan seorang manusia, tentu bukan perkara mudah, sangat sulit bagi seorang manusia untuk mencapai kesempurnaan pada dirinya. Karena karunia yang Allah berikan kepada manusia sangatlah besar dan tidak pernah ada habisnya. Dari sekian banyak ilmu pengetahuan yang ada dimuka bumi ini, sangatlah mustahil bagi seorang manusia untuk dapat menguasai semua. Tidak pernah bisa dan tidak pernah mungkin. Walaupun dalam seumur hidupnya dihabiskan untuk mempelajari segala macam ilmu pengetahuan yang ada, niscaya ilmu itu tidak akan pernah ada habisnya. Sebagaimana firman Allah dalam Al-Qur’an surat Al Jasiyah ayat 13 sebagai berikut :

وَسَخَّرَ لَكُمْ مَّا فِي السَّمٰوٰتِ وَمَا فِي الْاَرْضِ جَمِيعًا مِّنْهُ اِنَّ فِيْ ذٰلِكَ لَاٰيٰتٍ لِّقَوْمٍ يَّتَفَكَّرُوْنَ
(الجاثية : ١٣)

Artinya : “ dan Dia telah menundukkan untukmu apa yang di langit dan apa yang di bumi semuanya, (sebagai rahmat) daripada-Nya. Sesungguhnya pada yang demikian itu benar-benar terdapat tanda-tanda (kekuasaan Allah) bagi kaum yang berfikir ” (QS. Al-Jasiyah 45:13).

Dalam hal tersebut Allah berfirman tentang rahmat-Nya bagi orang yang mau berfikir. Sebagaimana hal tersebut rahmat Allah akan turun kepada orang-orang yang mau mempelajari ilmu-Nya. Seperti pada penelitian ini, para ilmuwan terdahulu menciptakan metode Scherrer, Scherrer termodifikasi dan Williamson-Hall agar dapat dipelajari oleh ilmuwan lainnya dalam menentukan ukuran kristal dan regangan kisi dalam suatu material. Karena dalam setiap ciptaan Allah semua

ada manfaatnya yang harus dipelajari manusia sebagai khalifah di muka bumi ini untuk mendapat rahmat-Nya.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

1. Hasil ukuran kristal menggunakan persamaan Scherrer dan Williamson-Hall berbeda. Hal tersebut karena terdapat faktor regangan kisi pada persamaan Williamson-Hall. Pada persamaan Scherrer diperoleh ukuran kristal $D_{ave} = 1,2494582646$ nm untuk sampel rGO TM dan $D_{ave} = 0,5413714162$ nm untuk sampel rGO m40. Pada persamaan Williamson-Hall diperoleh ukuran kristal $D = 1,683102695$ nm untuk sampel rGO TM dan $D = 2,548786765$ nm untuk sampel rGO m40. Nilai regangan kisi diperoleh $\epsilon = 0,2206$ untuk rGO TM dan $\epsilon = 0,134$ untuk rGO m40.
2. Analisis Rietveld dilakukan proses penghalusan dengan urutan Histogram, Fasa, dan Sampel yang mempengaruhi parameter kesesuaian. Keluaran (*output*) dari proses penghalusan didapatkan nilai parameter kisi $a = 19,528522$ $b = 7,5052$ $c = 21,305204$ untuk rGO TM dan $a = 19,485062$ $b = 7,5052$ $c = 21, 245897$ untuk rGO m40. Nilai tersebut menunjukkan $a \neq b \neq c$ dan sudut $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ dengan struktur kristal berbentuk ortorombik.

5.2 Saran

Dalam penelitian ini dilakukan analisis parameter struktur dari hasil karakterisasi XRD sampel rGO dari tempurung kelapa menggunakan beberapa persamaan dan *software Rietica*. Perlu dilakukan pengkajian lagi menggunakan *software* lainnya, sehingga bisa didapatkan perbandingan dari analisis menggunakan beberapa *software*.

DAFTAR PUSTAKA

- Al-Qur'an dan Terjemahannya. (2008). Departemen Agama RI. Bandung: Diponegoro
- Cai, M., Thorpe, D., Adamson, D. H., dan Schniepp, H. C. (2012). Methods of graphite exfoliation. *Journal of Materials Chemistry*, 24992-25002.
- Callister, William D., dan David G., (2010). *Materials Science and Engineering a Introduction 8th Edition*. USA: John Wiley & Sons.
- Esmar, Budi, Hadi Nasbey, Setia Budi, Erfan Handoko, Puji Suharmanto, Rangani Sinansari, dan Sunaryo. (2012). Kajian Pembentukan Karbon Aktif Berbahan Arang Tempurung Kelapa. *Seminar Nasional Fisika*, 62-66.
- Hantel, Morits Maximilian. (2013). *Graphite Oxide and Graphene Oxide Based Electrode*. Munchen: Technische University of Munchen.
- Hill, R. J. Howard. (1986). *A Computer Program for Rietveld Analysis of Fixed Wavelength X-ray and Neutron Powder Diffraction Patterns*. Australia: Research Establishment.
- Hummers, William S. dan Richard E. Offeman. (1958). Preparation of Graphitic Oxide. *Journal of the American Chemical Society*, 1339–1339.
- Hunter, B. H. (1997). *Manual for Rietica: A computer program for Rietveld analysis of X-ray and neutron powder diffraction patterns*. Australia: Lucas Heights Research Laboratories.
- Jimenez, Edgar Cervantes Amieva, Juventino López Barroso, Ana Laura Martínez Hernández dan Carlos Velasco Santos. (2016). Graphene-Based Materials Functionalization with Natural Polymeric Biomolecules. *Recent Advances in Graphene Research*, 257-298.
- Khorsand, A., Abdul Majid, W.H, Abrishami, Yousefi R. (2011) X-Ray Analysis of ZnO Nanoparticles by Williamson-Hall and Size-Strain Plot Method. *Solid State Science*, 251-256.
- Krishnamoorthy, R Veeravandian, R Mohan, dan S J Kim. 2011. Investigation of Raman and Photoluminescence of Reduced Graphene Oxide Sheets. *Applied Physics A*, 501-506.
- Langford, J. W. (1978). Scherrer After Sixty Years: A Survey and Some New Results in the Determination of Crystallite Size. *Journal Applied Crystallography*, 102-113.
- Le Bail, A. (2008). The Profile of a Bragg Reflection for Extracting Intensities, in: Robert E., D., Simon J., B. (Eds.), *Powder Diffraction: Theory and Practice*. Cambridge: RSC Publishing.

- Loryuenyong, Vorrada. (2013). Preparation and Characterization of Reduced Graphene Oxide Sheets via Water-Based Exfoliation and Reduction Methods. *Journal of Advances in Materials Science and Engineering*, 1-5.
- Masruroh. (2016). Penentuan Ukuran Kristal (Crystallite Size) Lapisan Tipis PZT dengan Metode XRD Melalui Pendekatan Persamaan Debye Scherrer. *Jurnal Fisika*, 24-29.
- Monshi, A. M. (2012). Modified Scherrer Equation to Estimate More Accurately Nano-Crystallite Size Using XRD. *World Journal of Nano Science and Engineering*, 154-160.
- Mote, VD., Purushotam, dan BN Dole. (2012). Williamson-Hall Analysis in Estimation of Lattice Strain in Nanometer-Sized ZnO Particle. *Journal of Theoretical and Applied Physics*, 1-8.
- Novoselov, K. S., Geim, A.K., Morozov, S. V., Jiang, D., Zhang, Y., Dubonos, S. V., Grigorieva, dan Firsov, A. (2004). Electric Field Effect in Atomically Thin Carbon Films. *Science*, 666
- Park, S., dan Ruoff, R. S. (2009). Chemical Methods for the Production of Graphenes. *Nature Nanotechnology*, 217-224.
- Pollard, Benjamin. (2011). Growing Graphene via Chemical Vapor Deposition. Pomona: Pomona College.
- Pratapa, Suminar. (2009). Difraksi Sinar-X untuk Sidikjari dalam Analisis Nanostruktur in: Prosiding Seminar Nasional Hamburan Neutron dan Sinar X. *Seminar Nasional Hamburan Neutron dan Sinar X*.
- Pratapa, Suminar. (2011). Bahan Kuliah Difraksi Sinar-X. Institut Teknologi Sepuluh Nopember. Surabaya.
- Pratapa, S., O'Connor, B., dan Hunter, B. (2001). A Comparative Study of Single-line and Rietveld Strain-size Evaluation Procedures Using MgO Ceramics. *Journal Applied Crystallograph*, 155-162.
- Rietveld, Hugo. M. (1969). A profile Refinement Method for Nuclear and Magnetic Structure. *Journal Applied Crystallograph*, 65-71.
- Setiadji S., B W Nuryadin, H Ramadhan, Sundari, T Sudiarti, A Supriadin, dan Ivansyah. (2018) Preparation of Reduced Graphene Oxide (rGO) Assisted by Microwave Irradiation and Hydrothermal for Reduction Methods. *IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering*, 434.
- Shihab, Quraish. (2005). Tafsir Al-Misbah. Jakarta: Kementrian Agama.
- Sivasankaran, S., Sivaprasad, K., Narayanasamy, R., dan Satyanarayana, P.V. (2011). X-ray peak broadening analysis of AA 6061 100 - x - x wt.% Al₂O₃ nanocomposite prepared by mechanical alloying. *Material Charact*, 661-672.

- Speakman, S. A. (2007). Estimating Crystallite Size Using XRD. MIT Center for Materials Science and Engineering.
- Sumadiyasa, M., dan B. S. Manuaba. (2018). Penentuan Ukuran Kristal Menggunakan Formula Scherrer, Williamson-Hull Plot, dan Ukuran Partikel dengan SEM. *Buletin Fisika*, 28-35.
- Sungjin, Park. (2011). Hydrazine-Reduction of Graphite and Graphene Oxide. *Elsevier*, 3019-3023.
- Suryanarayana, C., dan Norton M.G. (1998). X-Ray Diffraction: A practical Approach. New York: Plenum Press.
- Wahyuni, Menik Sri, Erna H. (2010) Karakterisasi Cangkang Kerang Menggunakan XRD dan X Ray Physics Basic Unit. *Jurnal Neutrino*, 32-43.
- Warren, B.L , dan Averbach. (1950). The Effect of Cold Work Distortion on X-Ray Patterns. *Journal of Applied Physics*, 595-599.
- Yanti, Diah Risma. (2019). Pengaruh Gelombang Radiasi Gelombang Mikro pada Reduced Graphene Oxide dari Tempurung Kelapa Terhadap Aktivitas Fotokatalis TiO₂. In *Skripsi*. UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.

DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN 1 HASIL OUTPUT SOFTWARE ORIGIN 8.5

Puncak 20 Sampel rGO m40

		Value	Standard Error
B	y0	349,98633	1,79906
	xc	8,58265	0,09184
	w	0,7365	0,19095
	A	1,27805	7,85074
	sigma	0,36825	
	FWHM	17,351	
	Height	3,88501	

Reduced Chi-sqr = 397,79858323

COD(R²) = 0,26457560520842

Iterations Performed = 8

Total Iterations in Session = 8

Fit converged - tolerance criterion satisfied.

sigma, FWHM, Height are derived parameter(s).

Statistics

	B
Number of Points	198
Degrees of Freedom	194
Reduced Chi-Sqr	397,79858
Residual Sum of Squares	77172,92515
Adj. R-Square	0,2532
Fit Status	Succeeded(100)

		Value	Standard Error
B	y0	349,98633	1,79906
	xc	23,65	0,09184
	w	0,7365	0,19095
	A	1,27805	7,85074
	sigma	0,36825	
	FWHM	27,1564	
	Height	3,88501	

Reduced Chi-sqr = 397,79858323

COD(R²) = 0,26457560520842

Iterations Performed = 8

Total Iterations in Session = 8

Fit converged - tolerance criterion satisfied.

sigma, FWHM, Height are derived parameter(s).

Statistics

	B
Number of Points	198
Degrees of Freedom	194
Reduced Chi-Sqr	397,79858
Residual Sum of Squares	77172,92515
Adj. R-Square	0,2532
Fit Status	Succeeded(100)

		Value	Standard Error
B	y0	224,05785	3,28849
	xc	43,57029	0,04433
	w	0,14596	0,09887
	A	2,83788	1,96397
	sigma	0,07298	
	FWHM	9,85301	
	Height	5,51295	

Reduced Chi-sqr = 343,654475937
 COD(R²) = 0,070949891377301
 Iterations Performed = 20
 Total Iterations in Session = 20
 Fit converged - tolerance criterion satisfied.
 sigma, FWHM, Height are derived parameter(s).

Statistics ▼

	B
Number of Points	55
Degrees of Freedom	51
Reduced Chi-Sqr	343,65448
Residual Sum of Squares	17526,37827
Adj. R-Square	0,0163
Fit Status	Succeeded(100)

Puncak 20 Sampel rGO TM

		Value	Standard Error
B	y0	259,83913	103,87037
	xc	8,71689	0,0959
	w	4,00527	2,79336
	A	5,23889	844,86779
	sigma	2,00264	
	FWHM	7,154	
	Height	4,67162	

Reduced Chi-sqr = 388,155593271
 COD(R²) = 0,29176920905849
 Iterations Performed = 24
 Total Iterations in Session = 24
 Fit converged - tolerance criterion satisfied.
 sigma, FWHM, Height are derived parameter(s).

Statistics ▼

	B
Number of Points	210
Degrees of Freedom	206
Reduced Chi-Sqr	388,15559
Residual Sum of Squares	79960,05221
Adj. R-Square	0,28146
Fit Status	Succeeded(100)

		Value	Standard Error
B	y0	164,7621	3,28849
	xc	23,24	0,04433
	w	0,14596	0,09887
	A	2,83788	1,96397
	sigma	0,07298	
	FWHM	28,1143	
	Height	5,51295	

Reduced Chi-sqr = 343,654475937

COD(R²) = 0,070949891377301

Iterations Performed = 20

Total Iterations in Session = 20

Fit converged - tolerance criterion satisfied.

sigma, FWHM, Height are derived parameter(s).

Statistics ▼

	B
Number of Points	55
Degrees of Freedom	51
Reduced Chi-Sqr	343,65448
Residual Sum of Squares	17526,37827
Adj. R-Square	0,0163
Fit Status	Succeeded(100)

		Value	Standard Error
B	y0	224,05785	3,28849
	xc	43,5921	0,04433
	w	0,14596	0,09887
	A	2,83788	1,96397
	sigma	0,07298	
	FWHM	3,6501	
	Height	5,51295	

Reduced Chi-sqr = 343,654475937

COD(R²) = 0,070949891377301

Iterations Performed = 20

Total Iterations in Session = 20

Fit converged - tolerance criterion satisfied.

sigma, FWHM, Height are derived parameter(s).

Statistics ▼

	B
Number of Points	55
Degrees of Freedom	51
Reduced Chi-Sqr	343,65448
Residual Sum of Squares	17526,37827
Adj. R-Square	0,0163
Fit Status	Succeeded(100)

LAMPIRAN 2 PERHITUNGAN UKURAN KRISTAL DAN REGANGAN KISI

Perhitungan Menggunakan Persamaan Scherrer

Ukuran Kristal sampel rGO m40

$$\begin{aligned} 1. \quad \beta &= 0,302563459 \text{ rad} \\ 2\theta &= 8,58265^\circ \\ \theta &= 4,291325 \\ \cos \theta &= 0,9787780673 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} D &= \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \cdot 0,15406}{0,302563459 \cdot 0,9787780673} \\ &= 0,459552563459 \text{ nm} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} 2. \quad \beta &= 0,47902444 \text{ rad} \\ 2\theta &= 23,65^\circ \\ \theta &= 11,825^\circ \\ \cos \theta &= 0,9787780673 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} D &= \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \cdot 0,15406}{0,47902444 \cdot 0,9787780673} \\ &= 0,2957266762 \text{ nm} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} 3. \quad \beta &= 0,17186 \\ 2\theta &= 43,57029^\circ \\ \theta &= 21,78515^\circ \\ \cos \theta &= 0,9285820473 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} D &= \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \cdot 0,15406}{0,17186 \cdot 0,9285820473} \\ &= 0,8688350095 \text{ nm} \end{aligned}$$

$$D_{\text{ave}} = \frac{0,2957266762 + 0,8688350095 + 0,459552563459}{3} = 0,5413714162 \text{ nm}$$

Ukuran Kristal sampel rGO TM

$$\begin{aligned} 1. \quad \beta &= 0,1247975556 \text{ rad} \\ 2\theta &= 8,71689^\circ \\ \theta &= 4,358445^\circ \\ \cos \theta &= 0,9795050005 \end{aligned}$$

$$D = \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \cdot 0,15406}{0,1247975556 \cdot 0,9795050005} = 1,1142536515 \text{ nm}$$

$$\begin{aligned} 2. \quad & \beta = 0,49008387 \text{ rad} \\ & 2\theta = 23,24^\circ \\ & \theta = 11,62^\circ \\ & \cos \theta = 0,9795050005 \end{aligned}$$

$$D = \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \cdot 0,15406}{0,49008387 \cdot 0,9795050005} = 0,28883867 \text{ nm}$$

$$\begin{aligned} 3. \quad & \beta = 0,06367222 \\ & 2\theta = 43,5921^\circ \\ & \theta = 21,79605^\circ \\ & \cos \theta = 0,928511427 \end{aligned}$$

$$D = \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \cdot 0,15406 \text{ nm}}{0,06367222 \cdot 0,928511427} = 2,3452824722 \text{ nm}$$

$$D_{\text{ave}} = \frac{0,28883867 + 2,2321276749 + 1,6903359147}{3} = 1,4037674199 \text{ nm}$$

Perhitungan Menggunakan Persamaan Scherrer termodifikasi

Ukuran Kristal rGO m40

$$\begin{aligned} 1. \quad & \beta = 0,302563459 \\ & \ln \beta = -1,195464 \\ & \cos \theta = 0,9787780673 \\ & 1/\cos \theta = 1,028114075 \\ & \ln 1/\cos \theta = 0,028074629 \\ \\ 2. \quad & \beta = 0,4790244 \\ & \ln \beta = -0,736004 \\ & \cos \theta = 0,9787780673 \\ & 1/\cos \theta = 1,0216820681 \\ & \ln 1/\cos \theta = 0,0214503554 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
3. \quad & \beta = 0,17186 \\
& \ln\beta = -1,761075 \\
& \cos \theta = 0,9285820473 \\
& 1/\cos \theta = 1,0769107619 \\
& \ln 1/\cos \theta = 0,0740965367
\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
y &= mx + y_0 \\
y &= -16,832 x - 0,5373 \\
\ln\beta &= \ln \frac{K\lambda}{D \cos \theta} \\
y_0 &= \frac{\ln K\lambda}{D} \\
D &= \frac{K\lambda}{e^{y_0}} \\
&= \frac{0,9 \cdot 0,15406}{e^{-0,5373}} = 1,2372896677
\end{aligned}$$

Ukuran Kristal rGO TM

$$\begin{aligned}
1. \quad & \beta = 0,1247975556 \\
& \ln\beta = -2,081062 \\
& \cos \theta = 0,9795050005 \\
& 1/\cos \theta = 1,029002551 \\
& \ln 1/\cos \theta = 0,028960575
\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
2. \quad & \beta = 0,49008387 \\
& \ln\beta = -0,713178 \\
& \cos \theta = 0,9795050005 \\
& 1/\cos \theta = 1,0209238335 \\
& \ln 1/\cos \theta = 0,0207079365
\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
3. \quad & \beta = 0,06367222 \\
& \ln\beta = -2,754006 \\
& \cos \theta = 0,928511427 \\
& 1/\cos \theta = 1,076992669 \\
& \ln 1/\cos \theta = 0,0741725913
\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
y &= mx + y_0 \\
y &= -30,343 x - 0,5968 \\
\ln\beta &= \ln \frac{K\lambda}{D \cos \theta}
\end{aligned}$$

$$y_0 = \frac{\ln K\lambda}{D}$$

$$D = \frac{K\lambda}{e^{y_0}}$$

$$= \frac{0,9 \cdot 0,15406}{e^{-0,5968}} = 1,2518368913$$

Perhitungan Menggunakan Persamaan Williamson-Hall

Ukuran Kristal dan Regangan Kisi rGO m40

- $\beta = 0,302563459$
 $\theta = 4,291325$
 $\cos \theta = 0,9971964744$
 $\beta \cdot \cos \theta = 0,15829314$
 $4\sin \theta = 2,993109952$

- $\beta = 0,47902444$
 $\theta = 11,825$
 $\cos \theta = 0,9787780673$
 $\beta \cdot \cos \theta = 0,46885861$
 $4\sin \theta = 0,819692575$

- $\beta = 0,17186$
 $\theta = 21,78515$
 $\cos \theta = 0,9285820473$
 $\beta \cdot \cos \theta = 0,2958611$
 $4\sin \theta = 1,484508707$

$$y = mx + y_0$$

$$y = -0,134x + 0,5444 \quad \varepsilon = m$$

$$\beta \cdot \cos \theta = \frac{K\lambda}{D} + 4\varepsilon \sin \theta \quad = 0,134$$

$$y_0 = \frac{K\lambda}{D}$$

$$D = \frac{K\lambda}{y_0}$$

$$= \frac{0,9 \cdot 0,15406}{0,5444} = 2,548786765 \text{ nm}$$

Ukuran Kristal dan Regangan Kisi rGO TM

- $\beta = 0,1247975556$
 $\theta = 4,358445$

$$\begin{aligned}\cos \theta &= 0,9971081321 \\ \beta \cdot \cos \theta &= 0,1244366 \\ 4 \sin \theta &= 3,03983496\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}2. \quad \beta &= 0,49008387 \\ \theta &= 11,62 \\ \cos \theta &= 0,9795050005 \\ \beta \cdot \cos \theta &= 0,5800396 \\ 4 \sin \theta &= 0,80567938\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}3. \quad \beta &= 0,06367222 \\ \theta &= 21,79605 \\ \cos \theta &= 0,928511427 \\ \beta \cdot \cos \theta &= 0,59120383 \\ 4 \sin \theta &= 1,48521529\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}y &= mx + y_0 \\ y &= -0,2206 x + 0,8238 \\ \beta \cdot \cos \theta &= \frac{K\lambda}{D} + 4\epsilon \sin \theta\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\epsilon &= m \\ &= 0,2206\end{aligned}$$

$$y_0 = \frac{K\lambda}{D}$$

$$D = \frac{K\lambda}{y_0}$$

$$= \frac{0,9 \cdot 0,15406}{0,8238} = 1,683102695 \text{ nm}$$

LAMPIRAN 3 KELUARAN SOFTWARE RIETICA

Keluaran Software Rietica Sampel rGO m40

```

Output rietica rGO m40 - Notepad
File Edit Format View Help
+-----+
|                               |
|                               |
+-----+
PHASE SCALE FACTOR = 0.100000E-01    0.000000    0.000000
OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000 0.000000 0.000000
CELL PARAMETERS = 19.485062 0.001371 0.007431
                  7.505200 0.000000 0.000000
                  21.245897 0.003355 0.009416
                  90.000008 0.000000 0.000000
                  90.000008 0.000000 0.000000
                  90.000008 0.000000 0.000000
RECIPROCAL CELL = 0.051 0.133 0.047 90.000 90.000 90.000
CELL VOLUME = 3106.984863 1.816661
SCALE * VOLUME = 31.069847 0.018167
MOLECULAR WEIGHT = 0.000
DENSITY = 0.000
NOTE: CHECK Z VALUE or N's- DENSITY NOT PHYSICAL
ABSOLUTE PHASE VALUES:
  INC = NEUTRONS ON SAMPLE/CM^2 ( in cm^-2)
  MASS = MASS OF PHASE IN BEAM (in g)
  ls/R = RATIO OF DETECTOR HEIGHT TO SAMPLE-DETECTOR
Then:
  INC*MASS*ls/R = 0.000000
+-----+
|                               |
|                               |
+-----+
SCALE FACTOR = 1.0000    0.00000    0.00000
ZEROPOINT = 0.03572    0.00512    0.00893

BACKGROUND PARAMETER B 0 = 2272.23    -13.7587    23.0711
BACKGROUND PARAMETER B 1 = -79.3316    0.446356    0.793712
BACKGROUND PARAMETER B 2 = 0.758485    -0.420679E-02    0.780750E-02
BACKGROUND PARAMETER B 5 = -9045.36    119.158    182.947
PREFERRED ORIENTATION = 1.00000    0.00000    0.00000
ABSORPTION R = 0.00000    0.00000    0.00000
ASYMMETRY PARAMETERS = 0.16711 -0.00036    0.00790
                  0.00000    0.00000    0.00000
HALFWIDTH PARAMETERS U = 2.424550    0.143825    0.230609
                      V = -1.586918    -0.084701    0.152917
                      W = 0.311744    0.014169    0.023532
ANISOTROPIC GAUSSIAN BROADENING = 0.000100    0.000000    0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 = 2.181712 -0.005677    0.023926
PEAK SHAPE PARAMETER Gam1 = 0.000000    0.000000    0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam2 = 0.000000    0.000000    0.000000
EXTINCTION PARAMETER = 0.000000    0.000000    0.000000
+-----+
| Hist | Rp | Rwp | Rp(-b) | Rwp(-b) | Rexp | Durbin Unwght | Durbin Wght |
+-----+
| 1 | 4.40 | 5.69 | 227.51 | 51.62 | 5.00 | ***** | 1.612 |
+-----+
| SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSSQ | GOF | CONDITION |
+-----+
| 0.5257E+05 | 0.1194E+07 | 0.1191E+07 | 0.1194E+07 | 0.1299E+01 | 0.2030E+17 |
+-----+

```

Keluaran Software Rietica Sampel rGO TM

```

Output rietica rGO TM - Notepad
File Edit Format View Help
+-----+
|           Phase: 1           |
+-----+
PHASE SCALE FACTOR = 0.100000E-01    0.000000    0.000000
OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000 0.000000 0.000000
CELL PARAMETERS    = 19.528522 0.000126 0.004242
                   = 7.505200 0.000000 0.000000
                   = 21.305204 0.000334 0.005668
                   = 90.000008 0.000000 0.000000
                   = 90.000008 0.000000 0.000000
                   = 90.000008 0.000000 0.000000
RECIPROCAL CELL    = 0.051 0.133 0.047 90.000 90.000 90.000
CELL VOLUME        = 3122.607178 1.072478
SCALE * VOLUME     = 31.226070 0.010725
MOLECULAR WEIGHT   = 0.000
DENSITY           = 0.000
NOTE: CHECK Z VALUE or N's- DENSITY NOT PHYSICAL
ABSOLUTE PHASE VALUES:
  INC = NEUTRONS ON SAMPLE/CM^2 ( in cm^-2)
  MASS = MASS OF PHASE IN BEAM (in g)
  1s/R = RATIO OF DETECTOR HEIGHT TO SAMPLE-DETECTOR
Then:
  INC*MASS*1s/R = 0.000000
+-----+
|           Histogram: 1           |
+-----+
SCALE FACTOR       = 1.0000    0.00000 0.00000
ZEROPOINT         = 0.03434 0.00025 0.00751

BACKGROUND PARAMETER B 0 = 100.067    1.83459    14.8545
BACKGROUND PARAMETER B 1 = -7.18040   -0.952257E-01 0.481965
BACKGROUND PARAMETER B 2 = 0.825642E-01 0.105161E-02 0.459512E-02
BACKGROUND PARAMETER B 5 = 3187.22    -6.70414    118.191
PREFERRED ORIENTATION
ABSORPTION R       = 0.00000 0.00000 0.00000
ASYMMETRY PARAMETERS
                   = 0.16981 0.00032 0.00990
                   = 0.00000 0.00000 0.00000
HALFWIDTH PARAMETERS U = 4.812423 0.055511 0.305389
                   V = -3.771231 -0.041084 0.214571
                   W = 0.751221 0.007516 0.038952
ANISOTROPIC GAUSSIAN BROADENING = 0.000100 0.000000 0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 = 2.012256 -0.002405 0.024446
PEAK SHAPE PARAMETER Gam1 = 0.000000 0.000000 0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam2 = 0.000000 0.000000 0.000000
EXTINCTION PARAMETER = 0.000000 0.000000 0.000000
+-----+
| Hist | Rp | Rwp | Rp(-b) | Rwp(-b) | Rexp | Durbin Unwght | Durbin Wght | N-P |
+-----+
| 1 | 6.81 | 8.90 | 196.58 | 39.08 | 7.82 | ***** | 1.727 | 2980 |
+-----+
| SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSQ | GOF | CONDITION |
+-----+
| 0.3319E+05 | 0.4877E+06 | 0.4852E+06 | 0.4877E+06 | 0.1296E+01 | 0.3488E+17 |
+-----+

```



**KEMENTERIAN AGAMA RI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI (UIN)
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
JURUSAN FISIKA**

Gedung B.J. Habibie Lt. 2 Fak. Saintek Jl. Gajayana No. 50 Malang 65144 Telp. (0341) 558933

BUKTI KONSULTASI SKRIPSI

Nama : AGHEA TAHTA WAHYU AZIZAH
NIM : 16640030
Fakultas/ Jurusan : Sains dan Teknologi/Fisika
Judul Skripsi : Analisis Parameter Struktur Pada Reduced Graphene Oxide Dari Tempurung Kelapa Menggunakan Metode Scherrer Dan Williamson-Hall
Pembimbing I : Erna Hastuti, M.Si
Pembimbing II : Utiya Hikmah, M.Si

No.	Hari/Tanggal	HAL	Tanda Tangan
1	Senin/13 Januari 2020	Konsultasi BAB I	
2	Jumat/17 Januari 2020	Konsultasi BAB I	
3	Rabu/12 Februari 2020	Konsultasi BAB I, II, dan III	
4	Selasa/25 Februari 2020	Konsultasi BAB I, II, III dan ACC	
5	Jumat/18 September 2020	Konsultasi Data Hasil BAB IV	
6	Jumat/25 September 2020	Konsultasi Data Hasil BAB IV	
7	Jumat/16 Oktober 2020	Konsultasi BAB IV	
8	Selasa/20 Oktober 2020	Konsultasi BAB IV	
9	Senin/9 November 2020	Konsultasi BAB IV dan ACC	
10	Senin/16 November 2020	Konsultasi Kajian Agama	
11	Senin/14 Desember 2020	Konsultasi Semua BAB, Abstrak, dan ACC	

Malang, 16 Desember 2020
Mengetahui,
Ketua Jurusan Fisika

Drs. Abdul Basid, M.Si
19650504 199003 1 003