

**ANALISIS PARAMETER STRUKTUR KRISTAL KOMPOSIT
RGO-TIO₂ MENGGUNAKAN METODE *DEBYE-SCHERRER*
DAN METODE *RIETVELD***

SKRIPSI

Oleh :
ERVIN CAHYANINGTIYAS
NIM. 16640003



**JURUSAN FISIKA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK
IBRAHIM MALANG
2021**

**ANALISIS PARAMETER STRUKTUR KRISTAL KOMPOSIT
RGO-TIO₂ MENGGUNAKAN METODE *DEBYE-SCHERRER*
DAN METODE *RIETVELD***

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:
ERVIN CAHYANINGTIYAS**

NIM. 16640003

**JURUSAN FISIKA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2021**

HALAMAN PERSETUJUAN

ANALISIS PARAMETER STRUKTUR KRISTAL KOMPOSIT RGO-TIO₂ MENGGUNAKAN METODE *DEBYE-SCHERRER* DAN METODE *RIETVELD*

SKRIPSI

Oleh:
Ervin Cahyaningtiyas
NIM 16640003

Telah diperiksa dan disahkan
Pada tanggal 10 Mei 2021

Menyetujui,

Pembimbing I

Pembimbing II



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



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

Mengetahui,
Ketua Jurusan Fisika



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

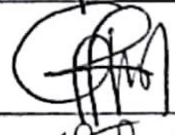
HALAMAN PENGESAHAN

ANALISIS PARAMETER STRUKTUR KRISTAL KOMPOSIT RGO-TIO₂ MENGGUNAKAN METODE *DEBYE-SCHERRER* DAN METODE *RIETVELD*

SKRIPSI

Oleh:
Ervin Cahyaningtiyas
NIM. 16640003

Telah Dipertahankan Di Depan Dewan Penguji
Dan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Pada Tanggal 10 Juni 2021,

Penguji Utama	<u>Dr. M. Tirono, M.Si</u> NIP. 19641211 199111 1 001	
Ketua Penguji	<u>Farid Samsu Hananto, M.T</u> NIP. 19740513 200312 1 001	
Sekretaris Penguji	<u>Erna Hastuti, M.Si</u> NIP. 19811119 200801 2 009	
Anggota Penguji	<u>Utiva Hikmah, M.Si</u> NIDT. 19880605 20180201 2 242	

Mengesahkan,
Ketua Jurusan Fisika


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

MOTTO

“ Sesungguhnya bersama kesulitan pasti ada kemudahan. Apabila kamu telah selesai dengan suatu urusan, tetaplah bekerja keras untuk urusan yang lain.”

“Sedikit pengetahuan yang diterapkan jauh lebih berharga daripada banyak pengetahuan yang tak dimanfaatkan.”

HALAMAN PERSEMBAHAN

Syukur Alhamdulillah saya persembahkan kepada Allah SWT Tuhan semesta alam, yang telah memberi segala kenikmatan, hidayah dan kemampuan sehingga karya ini dapat diselesaikan dengan baik.

Sholawat beserta salam saya persembahkan kepada Rasulullah Muhammad SAW, yang telah membawa dan mengajarkan cahaya kebenaran dan keselamatan, yakni agama islam.

Skripsi ini merupakan persembahan istimewa untuk orang yang saya cinta dan sayangi:

“Untuk Bapak (Sagiyo), Ibu (Sulaeha), Mbak (Wiji Istining Rahayu), Mas (Ilyas Ali Wardani) dan keluarga UIN Malang yang selalu membuatku termotivasi dan selalu menyirami kasih sayang, selalu mendoakanku, selalu menasehatiku menjadi lebih baik. Terima kasih untuk dukungan, kebaikan, perhatian, dan kebijaksanaan.”

HALAMAN PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Ervin Cahyaningtiyas
NIM : 16640003
Jurusan : Fisika
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Penelitian : Analisis Parameter Struktur Kristal Komposit rGO-TiO₂
Menggunakan Metode *Debye-Scherrer* dan Metode *Rietveld*

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 ternyata hasil penelitian ini terbukti terdapat unsur-unsur jiplakan maka saya bersedia untuk menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 10 Juni 2020
Yang Membuat Pernyataan



Ervin Cahyaningtiyas
NIM. 16640003

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadiran Allah SWT atas rahmat, taufiq, serta hidayah-Nya penulis dapat menyelesaikan penyusunan skripsi ini dengan judul ” **Analisis Parameter Struktur Kristal Komposit rGO-TiO₂ Menggunakan Metode Debye-Scherrer dan Metode Rietveld** ” sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains (S.Si) di Jurusan Fisika Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

Sholawat serta salam semoga senantiasa tercurahkan kepada Nabi kita, Nabi Muhammad SAW. Penulis menyadari bahwa banyak pihak yang telah berpartisipasi dan membantu dalam menyelesaikan penulisan skripsi ini. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terimakasih sebanyak-banyaknya kepada semua pihak yang telah membantu terselesaikannya laporan penelitian ini. Ucapan terimakasih ini penulis sampaikan kepada:

1. Bapak, Ibu dan seluruh keluarga di rumah yang selalu berdo'a dan memberikan dukungan kepada penulis dalam melaksanakan segala kegiatan khususnya Penelitian Tugas Akhir.
2. Prof. Dr. H. Abdul Haris, M.Ag selaku Rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Dr. Sri Harini, M.Si selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Drs. Abdul Basid, M.Si selaku Ketua Jurusan Fisika Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
5. Erna Hastuti, M.Si selaku Dosen Pembimbing I Tugas Akhir Jurusan Fisika Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
6. Utiya Hikmah, M.Si selaku Dosen Pembimbing II Tugas Akhir Jurusan Fisika Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang
7. Segenap Staf dan Pegawai yang telah banyak membantu dan memberikan pelayanan, pengalaman serta wawasan kepada penulis selama Penelitian Tugas Akhir.
8. Teman-teman Fisika angkatan 2016 yang selalu mendukung, membantu dan mendo'akan untuk berjuang bersama.

9. Kakak-kakak dan adik-adik Jurusan Fisika yang selalu membantu dan memberikan informasi selama pelaksanaan Penelitian Tugas Akhir.
10. Keluarga MSC yang tak pernah lelah untuk berbagi ilmu serta membantu dengan tulus dan sabar.
11. Seluruh pihak yang membantu dalam kepenulisan skripsi ini.

Demikian yang dapat penulis sampaikan, kurang lebihnya penulis mohon maaf yang sebesar-besarnya. Semoga laporan ini dapat bermanfaat. Aamiin.

Malang, 10 Mei 2021

Penyusun

DAFTAR ISI

COVER	i
HALAMAN JUDUL	ii
HALAMAN PERSETUJUAN	iii
HALAMAN PENGESAHAN	iv
MOTTO	v
HALAMAN PERSEMBAHAN	vi
HALAMAN PERNYATAAN	vii
KATA PENGANTAR	viii
DAFTAR ISI	x
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
ABSTRAK	xv
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	6
1.3 Tujuan Penelitian	6
1.4 Batasan Masalah	6
1.5 Manfaat Penelitian	7
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Grafena	8
2.2 TiO_2	9
2.3 Difraksi Sinar-X	11
2.4 Metode <i>Debye-Scherrer</i>	12
2.5 Metode <i>Rietveld</i>	14
2.5.1 Kriteria Sukses dalam Metode <i>Rietveld</i>	16
2.6 Kajian Integrasi Islam	17
BAB III METODE PENELITIAN	
3.1 Jenis Penelitian	20
3.2 Analisis data Komposit rGO-TiO ₂ menggunakan XRD (<i>X-ray Diffraction</i>)	20
3.2.1 Mencari Ukuran Kristal dengan metode <i>Debye-Scherrer</i>	21
3.2.2 <i>Refinement</i> Data Uji Menggunakan XRD dengan Metode <i>Rietveld</i>	21
3.3 Analisis Data menggunakan SEM (<i>Scanning Electron Microscopy</i>)	22
3.4 Diagram Alir	23
3.4.1 Analisis Data Uji Menggunakan XRD	23
3.4.2 Analisis Data SEM	23
3.5 Metode Analisis Data	23
3.5.1 Ukuran Kristal Menggunakan Metode <i>Debye-Scherrer</i>	24
3.5.2 Struktur Kristal Menggunakan <i>Rietica</i>	24
3.5.3 Ukuran Butir Menggunakan ImageJ	25
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Data Hasil Penelitian	26
4.1.1 Data Hasil Spektrum Difraksi Komposit rGO-TiO ₂ Menggunakan XRD	26

4.1.2 Data Hasil Perhitungan Ukuran Kristal Menggunakan Metode <i>Debye-Scherrer</i>	27
4.1.3 Data Hasil pengukuran Struktur Kristal Menggunakan Rietica	28
4.1.4 Data Hasil Pengukuran Butir Menggunakan ImageJ	34
4.2 Pembahasan	35
BAB V PENUTUP	
5.1 Kesimpulan.....	41
5.2 Saran	41
DAFTAR PUSTAKA	
LAMPIRAN	

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Skema Umum Proses Oksidasi <i>Graphite</i> Menjadi <i>Graphene Oxide</i> Dan Reduksi <i>Graphene Oxide</i> Menjadi <i>Reduced Graphene Oxide</i> (Kumila, 2017).....	9
Gambar 2.2	Nanokristal TiO_2 Anatase, Rutile, Brokite (Marlupi, 2003).....	11
Gambar 4.1	Pola Difraksi Komposit rGO- TiO_2	27
Gambar 4.2	Data COD ID Sampel rGO	29
Gambar 4.3	Data COD ID sampel TiO_2	29
Gambar 4.4	Hasil <i>Refinement</i> Sampel rGO TM - TiO_2 Menggunakan Rietica.....	30
Gambar 4.5	Hasil <i>Refinement</i> Sampel rGO 10m - TiO_2 Menggunakan Rietica.....	31
Gambar 4.6	Hasil <i>Refinement</i> Sampel rGO 20m - TiO_2 Menggunakan Rietica.....	31
Gambar 4.7	Hasil <i>Refinement</i> Sampel rGO 30m - TiO_2 Menggunakan Rietica	32
Gambar 4.8	Hasil <i>Refinement</i> Sampel rGO 40m - TiO_2 Menggunakan Rietica.....	32
Gambar 4.9	Hasil Morfologi SEM dari Komposit rGO40m- TiO_2 dengan Perbesaran 20.000 Kali	34
Gambar 4.10	Analisis Ukuran Kristal Menggunakan ImageJ	34
Gambar 4.11	Distribusi Ukuran Butir dari Sampel rGO40m- TiO_2 dengan Perbesaran 20.000 kali	35

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Hubungan Karakter Puncak Difraksi dan Parameter-Parameter dalam Model Intensitas Difraksi Pada Analisis <i>Rietveld</i>	17
Tabel 3.1	Label Sampel Komposit rGO-TiO ₂	20
Tabel 3.2	Tabel Data Ukuran Kristal Menggunakan Metode <i>Debye-Scherrer</i>	24
Tabel 3.3	Tabel Data Struktur Kristal Menggunakan Rietica Fase 1	24
Tabel 3.4	Tabel Data Struktur Kristal Menggunakan Rietica Fase 2	25
Tabel 4.1	Ukuran Kristal Pada Puncak 2 θ dan Nilai FWHM	28
Tabel 4.2	Tabel Parameter Struktur Kristal Hasil <i>Refinement</i>	33

DAFTAR LAMPIRAN

- Lampiran 1 Hasil *Output Software* Origin 8.5
- Lampiran 2 Perhitungan Ukuran Kristal Metode *Debye-Scherrer*
- Lampiran 3 Keluaran *Software* Rietica
- Lampiran 4 Perhitungan Ukuran Butir Data SEM Menggunakan *Software* Origin 8.5

ABSTRAK

Cahyaningtyas, Ervin. 2021. **Analisis Parameter Struktur Kristal Komposit rGO-TiO₂ Menggunakan Metode Debye-Scherrer Dan Metode Rietveld** . 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: Ukuran Kristal, Persamaan *Debye-Scherrer*, *Rietveld* .

Komposit berbasis rGO dengan nanopartikel oksida logam seperti TiO₂ telah menunjukkan aplikasi yang potensial. Penelitian ini menganalisis parameter struktur kristal dari komposit rGO-TiO₂ dengan pemaparan waktu radiasi microwave 10 menit, 20 menit, 30 menit, 40 menit dan tanpa dipapari. Penelitian ini bertujuan menentukan ukuran kristal yang dihitung menggunakan metode *Debye-Scherrer*. Ukuran butir ditentukan berdasarkan data hasil uji menggunakan SEM yang diolah dengan software Image-J. Sedangkan penentuan struktur kristal menggunakan *software* Rietica dengan metode *Rietveld* . Dari hasil perhitungan, diperoleh ukuran kristal dalam nanometer yang dihasilkan dari persamaan Debye-Scherrer, yaitu 20.464 nm untuk ukuran kistal rGO TM- TiO₂, 20.325 nm untuk ukuran kistal rGO 10m –TiO₂, 21.266 nm untuk ukuran kistal rGO 20m- TiO₂, 20.060 nm untuk ukuran kistal rGO 30m- TiO₂ dan 19.674 nm untuk ukuran kistal rGO 40m- TiO₂. Sementara itu, hasil SEM dari sampel rGO 40m- TiO₂ menunjukkan nilai ukuran luas butir sebesar 219.993 nm². Berdasarkan hasil analisis menggunakan Rietica, diketahui bahwa, struktur kristal fase rGO berbentuk orthorombik dan pada fase TiO₂ berbentuk tetragonal.

ABSTRACT

Cahyaningtiyas, Ervin. 2021. **Parameter Analysis of rGO-TiO₂ Composite Crystal Structure using the *Debye-Scherrer* Method and the *Rietveld* Method.** Thesis, Department of Physics, Faculty of Science and Technology, State Islamic University (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor: (I) Erna Hastuti, M.Si (II) Utiya Hikmah, M.Si

Key Words: Crystal Size, *Debye-Scherrer* Equation, *Rietveld* .

rGO-based composites with metal oxide nanoparticles such as TiO₂ have shown potential applications. This study analyzed the structural parameters of the rGO-TiO₂ composite with microwave radiation exposure time of 10 minutes, 20 minutes, 30 minutes, 40 minutes and without exposure. This research has the purpose to determine the crystal size which was calculated using the Debye-Scherrer equation. The size is determined based on the test data using SEM which is processed with Image-J software. While the crystal structure using Rietica software with the *Rietveld* method. From the calculation results, the crystal size in nanometers obtained from the Debye-Scherrer equation is 20,464 nm for rGO TM-TiO₂, 20,325 nm for rGO 10m -TiO₂, 21,266 nm for rGO 20m-TiO₂, 20,060 nm for rGO 30m-TiO₂ and 19,674 nm for rGO 40m- TiO₂. Meanwhile, the SEM results of the rGO 40m-TiO₂ sample showed a value of 219.993 nm². The results of refining rGO-TiO₂ composite samples using rietica software did not change the crystal structure, and also the crystal angle $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$. The crystal structure of the rGO phase is orthorombic and in the TiO₂ phase it is tetragonal.

مستخلص

جهيانينجتاس، إيرفين. 2021. تحليل معلمة البنية البلورية في مركب انخفاض جرافين أكسيد-ثاني أكسيد التيتانيوم ($rGO-TiO_2$) على أساس طريقة ديبي-تشيرر وطريقة ريتفيلد. بحث جامعي. قسم علوم الفيزياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرفة (I) إيرنا هاستوتي، الماجستير؛ المشرفة (II) أوتيا حكمة، الماجستير.

الكلمات الرئيسية: بنية البلورية، معادلة ديبي-تشيرر، ريتفيلد.

كان المركب من انخفاض جرافين أكسيد بشكل معدني نانوي نحو ثاني أكسيد التيتانيوم دل إلى نتيجة التطبيق الفعال. البحث يقوم بتحليل معلمة البنية البلورية من مركب انخفاض جرافين أكسيد - ثاني أكسيد التيتانيوم التي تنشأ من إشعاع الميكروويف مدار الأزمان الموقفة بالدقيقة وهي 10 دقائق، 20 دقائق، 30 دقائق، 40 دقائق وبدون الإشعاع. وهدف البحث إلى تقرير قدر البلورية على أساس طريقة معادلة ديبي-تشيرر. وحجم الحبات على حسب النتيجة المحصورة التي أصدرها عمل التسويق عبر محركات البحث (SEM) باستخدام برامج $Image-J$. أما تقرير البنية البلورية باستخدام برامج ريتريكا ($Rietrica$) على أساس طريقة ريتفيلد. أنتجت العملية الحسابية على البنية البلورية في نانومتر من طريقة معادلة ديبي-تشيرر نتيجة 20.464 نانومترا لانخفاض جرافين أكسيد - ثاني أكسيد التيتانيوم دون الإشعاع ($rGO TM- TiO_2$)، و20.325 نانومترا لانخفاض جرافين أكسيد - ثاني أكسيد التيتانيوم في 10 دقائق ($rGO 10m - TiO_2$)، ونتيجة 21.266 نانومترا لانخفاض جرافين أكسيد - ثاني أكسيد التيتانيوم في 20 دقائق ($rGO 20m - TiO_2$)، و20.060 نانومترا لانخفاض جرافين أكسيد - ثاني أكسيد التيتانيوم في 30 دقائق ($rGO 30m - TiO_2$)، و19.674 نانومترا لانخفاض جرافين أكسيد - ثاني أكسيد التيتانيوم في 40 دقائق ($rGO 40m - TiO_2$). بالرغم على ذلك، أنتج عمل التسويق عبر محركات البحث باستخدام نموذج انخفاض جرافين أكسيد - ثاني أكسيد التيتانيوم في 40 دقائق ($rGO 40m - TiO_2$) على نتيجة 219.993 نانومترا مربعا. ونتائج التحليل على أساس برامج ريتريكا يدل إلى أن البنية البلورية عند انخفاض جرافين أكسيد بشكل متوازي المستطيلات ($Orthorombic$) وعند ثاني أكسيد التيتانيوم بشكل رباعي الأضلاع ($Tetragonal$).

BAB 1 PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Grafena merupakan salah satu alotrop karbon dua dimensi (2D) yang terhibridisasi sp^2 dengan kisi heksagonal (segi enam seperti sarang lebah), struktur dua dimensi menyebabkan grafena memiliki *band gap* nol dan bersifat semilogam. Grafena memiliki sifat termal, listrik, mekanik dan optik yang baik dan sangat penting untuk aplikasi dalam elektronik, ilmu material dan lainnya. Dalam penelitian (Yanti, 2019) telah dilakukan sintesis salah satu material turunan dari *Graphene*, yaitu *Reduced Graphene Oxide* (rGO) menggunakan arang tempurung kelapa.

Pembuatan rGO dari biomassa banyak dilakukan seperti biomassa dari bulu ayam, sekam padi, dan tempurung kelapa. Penggunaan biomassa yang sudah tidak digunakan lagi diproses untuk diambil manfaatnya contohnya untuk pembuatan rGO. Hal ini sesuai dengan ayat Al-Quran dalam surah Ibrahim ayat 24-26 yang berbunyi:

أَلَمْ تَرَ كَيْفَ ضَرَبَ اللَّهُ مَثَلًا كَلِمَةً طَيِّبَةً كَشَجَرَةٍ طَيِّبَةٍ أَصْلُهَا ثَابِتٌ وَفَرْعُهَا فِي السَّمَاءِ (٢٤) تُؤْتِي أُكْلَهَا كُلَّ حِينٍ بِإِذْنِ رَبِّهَا وَيَضْرِبُ اللَّهُ الْأَمْثَالَ لِلنَّاسِ لَعَلَّهُمْ يَتَذَكَّرُونَ (٢٥) وَمَثَلُ كَلِمَةٍ خَبِيثَةٍ كَشَجَرَةٍ خَبِيثَةٍ اجْتُثَّتْ مِنْ فَوْقِ الْأَرْضِ مَا لَهَا مِنْ قَرَارٍ (٢٦)

Artinya: “Tidakkah kamu memperhatikan bagaimana Allah telah membuat perumpamaan kalimat yang baik seperti pohon yang baik, akarnya kuat dan cabangnya (menjulang) ke langit, (pohon) itu menghasilkan buahnya pada setia waktu dengan seizin Tuhannya. Dan Allah membuat perumpamaan itu untuk manusia agar mereka selalu ingat, Dan perumpamaan kalimat yang buruk seperti pohon yang buruk, yang telah dicabut akar-akarnya dari permukaan bumi; tidak dapat tetap (tegak) sedikit pun” (QS. Ibrahim (14): 24-26).

Semua yang ada di langit dan di bumi merupakan anugerah dari Allah, yang pasti memiliki manfaat bagi manusia. Seperti yang dijelaskan dalam ayat diatas,

manusia mendapat banyak manfaat dari tumbuhan, dari kerindangan pohonnya hingga ketersediaan buah dan bunga. Penggunaan tempurung kelapa sebagai rGO merupakan pemanfaatan buah dari tanaman kelapa. Tempurung kelapa memiliki nilai karbon sebesar 74.62% yang dapat dijadikan sebagai bahan dasar pembuatan *reduced Graphene Oxide* (rGO). Pengkajian rGO saat ini menjadi sangat menarik, karena memiliki sifat konduktivitas listrik yang unggul. Beberapa metode yang sering digunakan antara lain metode *modified hummers*, *chemical exfoliation*, elektrokimia, reduksi termal. Bahan komposit berdasarkan penggunaan rGO di berbagai bidang seperti perangkat nanoelektronik, katalisis, biomaterial (Loryuenyong, 2013). Komposit berbasis rGO dengan nanopartikel oksida logam seperti TiO_2 telah menunjukkan aplikasi yang potensial (Dubey, 2014).

Titanium dioksida (TiO_2) merupakan oksida logam Ti (Titanium) yang paling banyak dijumpai. Titanium dioksida dikenal sebagai senyawa dioksida berwarna putih yang tahan karat dan tidak beracun. Secara struktur, TiO_2 mempunyai tiga fasa kristal yaitu anatase, rutile dan brookite. Anatase dan rutile memiliki struktur kristal tetragonal, sedangkan brookite memiliki struktur kristal ortorhombik. Fasa anatase dan brookite merupakan fasa metastabil yang mudah berubah menjadi fasa rutile ketika dipanaskan. Fasa anatase stabil pada suhu dibawah $800\text{ }^{\circ}\text{C}$, di atas suhu tersebut maka akan terbentuk fasa rutile. Umumnya, fasa anatase lebih stabil dari pada fasa rutile dengan ukuran butir di bawah 14 nm. Nilai energi band gap TiO_2 pada fasa anatase sebesar 3,2 eV, sedangkan pada fasa rutile sebesar 3,0 eV (Listanti, 2018).

Metode non destruktif merupakan salah satu metode yang digunakan untuk mengetahui kandungan dalam suatu material karena tidak merusak bahan yang

dianalisis, salah satu metode non destruktif yaitu difraksi sinar-X (XRD). Metode difraksi sinar-X dapat digunakan untuk sampel seperti logam, paduan, bahan mineral anorganik, polimer dan bahan organik (Suryanarayana, 2003).

Keuntungan dari metode XRD adalah hanya membutuhkan sejumlah kecil sampel (<1g) yang diperlukan untuk analisis dan memiliki energi yang sangat tinggi dan panjang gelombang yang pendek. Pola XRD seperti sidik jari, dimana setiap unsur atau senyawa menghasilkan pola difraksinya sendiri-sendiri dan memiliki ciri khasnya masing-masing. Teknologi difraksi sinar-X sering digunakan dalam penelitian, terutama untuk menentukan berbagai parameter fisik bahan, seperti struktur kristal, regangan, komposisi fasa, struktur sel satuan, cacat kristal dan ukuran kristal, bahkan bahan amorf seperti polimer. Dalam teknik difraksi sinar-X sering menggunakan sampel dalam bentuk serbuk terutama dalam mengkarakterisasi struktur kristalografi, ukuran kristal (ukuran butir) dan orientasi kristal. Analisis data kualitatif difraksi serbuk adalah identifikasi fasa kristal, posisi puncak, dan intensitas yang berkaitan dengan struktur kristal. Analisis kuantitatif data difraksi serbuk mengacu pada penentuan jumlah fasa yang berbeda dalam sampel multi fasa. Kuantifikasi dapat dilakukan karena intensitas difraksi suatu fasa atau fasa dalam suatu campuran bergantung pada konsentrasinya. Pada umumnya material di alam merupakan material polikristal. Difraksi sinar x untuk polikristal yang memiliki struktur kristal tidak sederhana akan menghasilkan pola difraksi yang puncak-puncaknya saling tumpang tindih (over lapping) sehingga sulit dianalisis secara manual. Salah satu cara untuk menganalisis pola difraksi yang puncak-puncaknya saling tumpang tindih adalah menggunakan metode Rietveld (Kisi, 1994).

Metode Rietveld adalah metode *refinement* (*refinement*) struktur kristal yang memanfaatkan langsung pola intensitas yang diperoleh dari pengukuran difraksi bahan serbuk. Pola XRD dihitung dari sejumlah besar parameter, termasuk parameter struktur kristal dari setiap fase komponen, faktor skala setiap fase penyusun untuk menyesuaikan intensitas relatif pantulan, parameter yang menjelaskan profil puncak dan parameter simulasi penyimpangan instrument, serta efek yang dihasilkan dari regangan, dan ukuran butir. Fitur utama dari analisis kuantitatif fasa dengan metode Rietveld adalah multi fasa dapat langsung dihitung dari faktor skala yang diperhalus (*refinement*) untuk menyempurnakan setiap spektrum XRD. Aplikasi *refinement* yang digunakan salah satunya adalah rietica.

Penelitian yang dilakukan Stamate menunjukkan dua fase TiO_2 , yaitu anatase pada puncak $2\theta = 25.90^\circ, 47.81^\circ, 52.85^\circ, 56.07^\circ$ dan 61.99° dan fase rutil pada puncak $2\theta = 27.35^\circ, 36.27^\circ, 39.41^\circ, 44.03^\circ$ dan 57.32° . Stamate menggunakan bahan semikonduktor TiO_2 sebagai fotoelektroda. Adapun fasa yang akan digunakan adalah fasa anatase dan fasa rutil. Analisis hasil XRD untuk fasa rutil dan anatase menunjukkan bahwa fasa anatase berada pada puncak-puncak pada bidang hkl : [101], [004], [112], [200], [211], [204], [301]. Sedangkan fasa rutil berada di puncak bidang hkl : [110] dan [200] (Stamate, 2007). Sutrisno melakukan penelitian tentang TiO_2 untuk menganalisis fase kristal menggunakan metode Rietveld pada *software* fullprof (Sutrisno, 2018). Metode *refinement* Rietveld diterapkan untuk mengekstraksi parameter struktural TiO_2 murni terdiri dari anatase (49.58%), rutil (38.39%) dan brookite (12.03%). TiO_2 dalam sistem kristal dan kelompok ruang anatase (tetragonal, $I4_1 / \text{amd}$), rutil (tetragonal, $P4_2 / \text{mm}$) dan brookite (ortorombik, $Pbca$) (Sutrisno, 2018). Carrato pada tahun 2011 juga melakukan

analisis TiO_2 berdasarkan data *refinement Rietveld*. Fasa dari TiO_2 menunjukkan fasa anatase dengan ukuran Kristal mendekati 18 nm (Carrato, 2011). Penelitian yang dilakukan oleh Wijayanti, untuk mengetahui fasa apa saja yang terdapat dalam Ti-Si-N menggunakan metode *Rietveld* yaitu dengan menggunakan *software* GSAS. Mereka menemukan fasa yang tidak sesuai dengan fasa TiN dan TiSi_2 sehingga perlu dilakukan proses *refinement* (Wijayanti, 2007). Penelitian sebelumnya oleh Yanti (2019) Fase yang terbentuk dari komposit rGO- TiO_2 adalah fase TiO_2 anatas. Fasa anatas dapat ditandai dengan puncak khas anatas pada $2\theta = 25^\circ, 37^\circ, 48^\circ, 53^\circ, 62^\circ, 68^\circ, \text{ dan } 70^\circ$ (Yanti, 2019).

Analisis struktur kristal dan parameter kisi menggunakan *software* rietica pada komposit rGO- TiO_2 belum pernah dilakukan, hal tersebut yang melatarbelakangi penelitian ini. Sampel yang digunakan adalah komposit rGO- TiO_2 yang telah dipapari oleh radiasi gelombang mikro selama 10 menit, 20 menit, 30 menit, 40 menit dan tanpa pemaparan, dimana karakterisasi yang dilakukan adalah pengujian dengan XRD. Penelitian ini mempelajari parameter kisi, ukuran kristal dan struktur Kristal dari komposit rGO- TiO_2 . Teknik difraksi sinar-X telah memberi informasi kuantitatif tentang struktur kristal suatu material yang dianalisa secara kuantitatif menggunakan perangkat lunak rietica. Sementara untuk menentukan ukuran kristal menggunakan metode *Debye-Scherrer* dan sebagai perbandingan dari sampel yang sama digunakan metode karakterisasi SEM menggunakan aplikasi imageJ.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah pada penelitian ini adalah:

1. Berapa ukuran kristal dari material rGO-TiO₂ dengan menggunakan metode persamaan *Debye-Scherrer*?
2. Berapa ukuran butir dari material rGO-TiO₂ dengan menggunakan (*software*) imageJ?
3. Bagaimana stuktur kristal material rGO-TiO₂ dengan metode rietveld menggunakan perangkat lunak (*software*) rietica?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Mengetahui ukuran kristal dari material rGO-TiO₂ dengan menggunakan metode persamaan *Debye-Scherrer*.
2. Mengetahui ukuran butir dari material rGO-TiO₂ dengan menggunakan (*software*) imageJ.
3. Mengetahui stuktur kristal dari material rGO-TiO₂ dengan metode rietveld menggunakan perangkat lunak (*software*) rietica.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dari penelitian ini adalah:

1. Data yang digunakan adalah komposit rGO-TiO₂ yang dipapari gelombang mikro 10 menit, 20 menit, 30 menit, 40 menit dan tanpa dipapari radiasi.
2. Perhitungan ukuran kristal menggunakan pendekatan persamaan *Debye-Scherrer*.

3. *Refinement* yang dipakai adalah metode *Rietveld* . *Software* yang digunakan untuk *refinement* adalah program *rietica*.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah:

1. Mengembangkan penelitian dan penguasaan pada bidang material terutama berkaitan dengan analisis data difraksi yang bermanfaat untuk karakterisasi nanomaterial menggunakan difraksi sinar-x.
2. Memberikan kontribusi bagi peneliti selanjutnya yang menggunakan instrumen yang telah diteliti karakteristik profil instrumennya sehingga hasil analisis yang diperoleh peneliti selanjutnya lebih akurat.

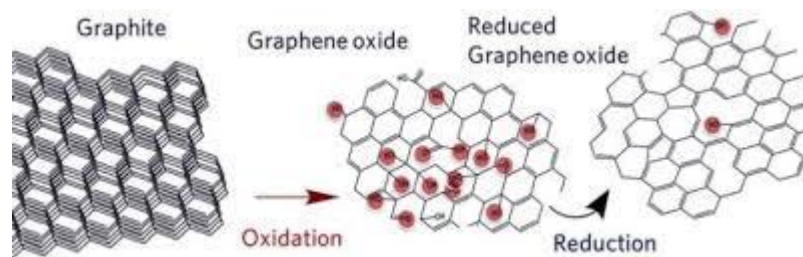
BAB II TINJAUAN PUSTAKA

1.1 Grafena

Grafena adalah susunan heksagonal atom karbon dengan hibridisasi sp^2 dalam struktur dua dimensi. Bahan grafena ini pertama kali disintesis pada tahun 2004 oleh Andre K. Geim dan Konstantin Novoselov. Geim dan Novoselov membuat grafena dengan mengupas lapisan kristal. Grafena dapat digambarkan sebagai satu lapisan atom ringan yang beratnya hanya sekitar 0,77 miligram pada kertas berukuran 1 m^2 . Ketebalan grafit 1 mm. salah satu ciri grafena adalah susunan atom karbon yang hampir sempurna. Karena ikatan atom karbon yang kuat, susunan atom yang sangat tinggi. Grafena memiliki kemampuan untuk dibungkus dalam *fullerene*, dapat digulung menjadi nanotube satu dimensi dan bahkan ditumpuk menjadi 3D seperti grafit.

Grafena memiliki sifat morfologi yang unik yaitu memiliki *surface area* yang sangat tinggi, secara teoritik diperkirakan ($>2.500\text{ m}^2\text{g}^{-1}$) dan secara eksperimental luas permukaannya ($400\text{-}700\text{ m}^2\text{g}^{-1}$). Hal inilah yang menarik untuk menjadikan grafena untuk aplikasi komersial (Dreyer, dkk., 2010). Sampai saat ini telah banyak dilakukan penelitian tentang sintesis grafena untuk menghasilkan grafena, salah satu metode yang sering digunakan adalah metode sintesis kimiawi dengan adanya oksidasi, dan metode ini mampu menghasilkan produk dalam produksi skala besar, mudah dan ekonomis. Grafena yang dihasilkan dari metode sintesis kimiawi biasa dikenal dengan *reduced graphene oxide* (rGO) yang diperoleh melalui proses reduksi GO.

GO memiliki celah pita 2,2 eV sedangkan untuk rGO celah pita dapat bervariasi dari 1,00 eV hingga 1,69 eV tergantung pada tingkat reduksi. Pada proses reduksi beberapa gugus fungsi oksigen dihilangkan sehingga celah pita dapat disesuaikan. *Reduce graphene oxide* (rGO) berperilaku seperti semi-logam atau semikonduktor dan konduktivitas listriknya dapat disesuaikan dengan mengontrol kadar oksigennya (Abid, dkk., 2018).



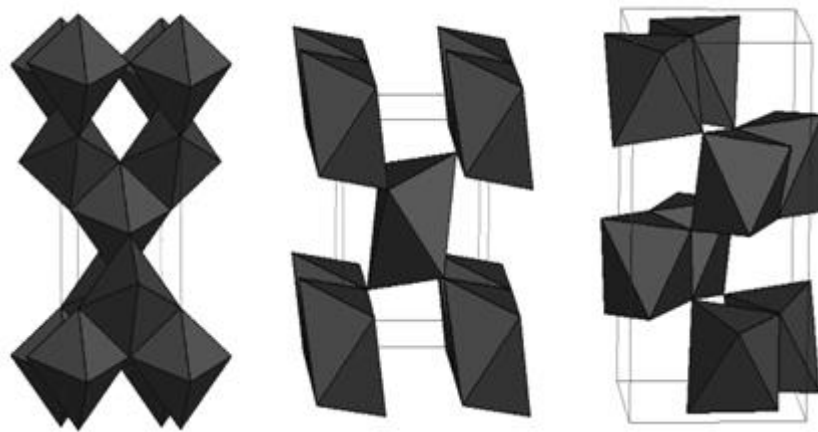
Gambar 2.1 Skema Umum Proses Oksidasi *Graphite* Menjadi *Graphene oxide* Dan Reduksi *Graphene oxide* Menjadi *Reduced Graphene oxide* (Kumila, 2017).

1.2 TiO_2

Titanium dioksida (TiO_2) merupakan oksida logam Ti (Titanium) yang paling banyak dijumpai. Titanium dioksida dikenal sebagai senyawa dioksida berwarna putih yang tahan karat dan tidak beracun. Berdasarkan sifatnya ini TiO_2 telah lama digunakan sebagai bahan pemberi warna (pigmen) putih pada makanan maupun produk kosmetik. Konfigurasi elektron atom titanium (22Ti) adalah $1s^2, 2s^2, 2p^6, 3s^2, 3p^6, 4s^2, 3d^2$. Sementara atom oksigen (^8O) yaitu $1s^2, 2s^2, 2p^4$. Secara sederhana orbital molekul TiO_2 terbentuk antara ikatan kulit 3d Ti dengan kulit 2p O. Tingkat energi kulit 3d menjadi daerah konduktif molekul sedangkan kulit 2p menjadi area valensi molekul. Titanium dioksida (TiO_2) secara mikroskopis memiliki dua bentuk utama yaitu kristal dan amorf. Titanium dioksida (TiO_2) amorf seperti layaknya senyawa amorf lain tidak memiliki keteraturan susunan atom

sehingga bahan tersebut tidak memiliki keteraturan pita konduksi dan valensi, akan tetapi TiO_2 amorf juga dikenal memiliki kemampuan untuk mendegradasi polutan dalam waktu yang tidak singkat (Palupi, 2006).

Titanium dioksida bentuk kristal diketahui memiliki tiga fase kristal yang berbeda yaitu rutil, anatase, dan brookite. Rutil merupakan bentuk kristal yang paling stabil dibandingkan dua fase lainnya, oleh karena itu kristal jenis ini lebih mudah ditemukan dalam bentuk yang paling murni (bijih). Anatase dikenal sebagai fase kristal yang paling reaktif terhadap cahaya, eksitasi elektron ke pita konduksi dapat dengan mudah terjadi apabila kristal ini dikenai cahaya dengan energi yang lebih besar dari pada celah energinya. Kristal ini juga dapat terbentuk akibat pemanasan TiO_2 amorf pada suhu $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ hingga $600\text{ }^{\circ}\text{C}$. Sedangkan pemanasan hingga $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ akan menyebabkan kristal anatase bertransformasi menjadi rutil. Brookite adalah kristal yang paling sulit diamati karena tidak mudah dimurnikan. Rutil adalah bentuk kristal TiO_2 yang paling umum diproduksi dan diproduksi secara komersial di pasaran. Struktur rutil memiliki bentuk oktahedral dan ditempati oleh atom titanium. Anatase dan brookite berbentuk kubik (Marlupi, 2003). Anatase TiO_2 memiliki fotoaktivitas yang lebih tinggi daripada fasa rutil, karena luas permukaan anatase lebih besar daripada rutil, sehingga sisi aktif anatase lebih besar daripada rutil. Pada saat yang sama, fase brookite adalah fase yang paling tidak stabil (Narayan, 2011). TiO_2 pada fasa anatase umumnya stabil pada ukuran partikel kurang dari 11 nm, fasa brookite pada ukuran partikel 11 – 35 nm, dan fasa rutil di atas 35 nm (Zhang, 2000).



Gambar 2.2 Nanokristal TiO₂ (kiri) Anatase, (tengah) Rutile, (kanan) Brookite (Marlupi, 2003).

1.3 Difraksi sinar-X

Difraksi sinar-X merupakan suatu teknik yang digunakan untuk menentukan sistem kristal (kubus, tetragonal, ortorombik, rombohedral, heksagonal, monoklin, triklin), kualitas kristal (kristal tunggal, polikristalin, dan amorf), simetri kristal, menentukan cacat kristal, mencari parameter kristal (parameter kisi, jarak antar atom, jumlah atom per unit sel), identifikasi campuran dan analisis kimia (Zakaria, 2003). Prinsip kerjanya adalah mendifraksi cahaya melalui celah kristal. Difraksi cahaya oleh kisi-kisi atau kristal ini dapat terjadi apabila difraksi tersebut berasal dari radius yang memiliki panjang gelombang yang setara dengan jarak antar atom, yaitu sekitar 1 Angstrom (Alfaruqi, 2008).

Sinar-X ditembakkan pada suatu kristal yang berupa material (sampel), sehingga intensitas sinar ditransmisikan akan lebih rendah dari intensitas sinar datang. Berkas sinar-X yang dihamburkan ada yang saling meniadakan (interferensi destruktif) dan ada juga yang saling menguatkan (interferensi konstruktif) (Ismunandar, 2006). Syarat yang diperlukan agar berkas yang sejajar ketika dihamburkan atom-atom kristal akan berinterferensi konstruktif adalah memiliki

beda jarak lintasan tepat $n\lambda$, dimana selisih jarak antara 2 berkas sejajar adalah $2d \sin \theta$, dan memenuhi persamaan Bragg (Cullity, 2001).

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (2.1)$$

Keterangan:

λ = panjang gelombang sinar-X (Å)

d = jarak antar kisi (Å)

θ = sudut difraksi (derajat)

n = 1,2,3, dst. (orde difraksi)

Sampel yang digunakan untuk analisis XRD dapat berupa serbuk, padat, film atau pita. Ukuran sampel minimum yang dibutuhkan hanya beberapa miligram, tetapi jumlah yang besar (gram) akan memberikan akurasi yang lebih baik. Metode XRD adalah metode non-destruktif, artinya sampel tidak akan rusak selama analisis dan dapat digunakan untuk analisis lainnya. Hasil analisis XRD tampak dalam bentuk pola difraksi yang merupakan susunan garis atau puncak yang intensitas dan posisi garis atau puncak tersebut berbeda-beda untuk bahan yang dianalisis. Setiap fasa kristal memiliki pengaturan pola difraksi yang khas, sehingga dapat digunakan sebagai sidik jari untuk uji identifikasi (Samsiah, 2009). Melalui hasil analisis, setiap puncak yang muncul pada pola difraksi dicocokkan dengan data JCPDS (*Joint Committee Powder Diffraction Standard*) pada nilai sudut tertentu 2θ dan d , sehingga dapat ditentukan penerapan struktur kristal yang terbentuk dan memperoleh informasi yang relevan tentang orientasi bidang kristal.

1.4 Metode *Debye-Scherrer*

Prinsip dari metode *Debye-Scherrer* adalah bahwa sinar monokromatik meradiasi sampel dan memancarkan cahaya terdifraksi dari lapisan tipis yang

mengelilinginya. Perbedaan antara metode ini dan metode kristal berputar adalah bahwa sumbu rotasi dapat diubah ke segala arah yang memungkinkan. Penggunaan sampel polikristalin dengan dimensi atom yang sangat besar dan cocok untuk difraksi sinar-X memberikan orientasi kristal. Karena sumbu kristal dari kelompok orientasi ini acak, pola difraksi yang dihasilkan oleh polikristal menggabungkan pola difraksi dari semua orientasi yang mungkin dalam satu kristal. (Grant, N. M. dan Suryanayana, C. 1998).

Difraksi sinar-X dapat digunakan untuk menentukan ukuran kristal suatu fasa. Penentuannya merujuk pada puncak-puncak utama pola difraktogram melalui pendekatan metode *Debye-Scherrer* yang dirumuskan (Monshi, 2012):

$$D = \frac{0,9\lambda}{B.\cos\theta} \quad (2.2)$$

Metode *Debye-Scherrer* yang dimodifikasi digunakan untuk menentukan nilai ukuran kristal. Persamaan modifikasi *Debye-Scherrer* dirumuskan sebagai berikut (Monshi, 2012):

$$\beta \cos\theta = \frac{k\lambda}{L} \eta \sin\theta \quad (2.3)$$

Keterangan:

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)

θ = sudut difraksi (derajat)

1.5 Metode *Rietveld*

Analisis Rietveld adalah metode pencocokan antara kurva teoritis dan kurva eksperimental sampai ada kesesuaian antara kedua kurva. Kurva eksperimental (observasi) merupakan susunan pola antara sudut difraksi (2θ) dan intensitas yang diperoleh dari alat difraksi sinar-X (XRD). Kurva prioritas (perhitungan) merupakan kurva yang diperoleh dari hasil analisis Rietveld. Usahakan menggunakan metode kuadrat terkecil untuk mengulang iterasi untuk mencoba penerapan kedua kurva tersebut sehingga terdapat kecocokan antara kedua kurva tersebut, yang artinya terdapat kesesuaian antara data observasi dengan data hasil perhitungan (Irzaman, 2002). Ada berbagai macam program komputer untuk menganalisis data difraksi tersebut, misalnya dengan *software* Rietica, Fulprof, MAUD dll. Dalam analisis Rietveld, parameter model disempurnakan sesuai dengan interpretasi struktur kristal agar sesuai dengan data yang diukur untuk mendapatkan selisih kuadrat terkecil. Untuk model dari database kristalografi yang dipilih dari data ICSD. Dengan menggunakan parameter keluaran perangkat lunak dapat menganalisa komposisi fasa dan perhitungan fraksi berat absolut. Selain itu dari hasil analisis Rietveld ini juga dapat menentukan ukuran kristal dengan menggunakan persamaan Scherrer (Suryanarayana, 2003).

Data hasil analisis XRD dilakukan penghalusan (*refinement*) menggunakan program Rietica. Terdapat dua metode dalam proses *refinement* yaitu normal dan *Le Bail*. Pada dasarnya metode *Le Bail* membandingkan parameter kisi standar dengan parameter kisi hasil sintesis. Kemiripan nilai parameter kisi yang dihasilkan dari metode *Le Bail* dengan parameter kisi standar merupakan indikator bahwa struktur hasil sintesis memiliki struktur mirip dengan standar. Wijayanti (2007)

menyatakan bahwa kualitas *refinement* dengan teori kuadrat terkecil dipengaruhi nilai residu yaitu, *Profile R-factor* (Rp), *weighted profile* (Rwp), residu Bragg (R_B), dan *goodness of fit* atau GOF (χ^2).

Profile R-factor (Rp) dan *weighted profile* (Rwp) menentukan kualitas *refinement* yang dilakukan, semakin kecil nilai residu yang didapat maka semakin baik proses *refinement* dikarenakan banyak kecocokan antara data teoritis dengan data observasi (Putra dan Priyono, 2015). *Goodness of fit* (GOF) adalah suatu model statistika yang menggambarkan kecocokan antara eksperimen dengan standar. Indikasi GOF menyimpulkan ketidaksesuaian antara nilai eksperimen dengan standar (Olivares dan Forero, 2010).

Persamaan residual sebagai berikut (Wijayanti, 2007):

$$Rp = \frac{\sum_i |I_{io} - I_{ic}|}{\sum_i I_{io}} \quad (2.4)$$

Persamaan *weighted profile* (Rwp) sebagai berikut (Wijayanti, 2007):

$$Rwp = \left[\frac{\sum_i w_i (I_{io} - I_{ic})}{\sum_i w_i I_{io}^2} \right]^{1/2} \quad (2.5)$$

Persamaan residu Bragg untuk intensitas refleksi keseluruhan sebagai berikut (Wijayanti, 2007):

$$R_B = \frac{\sum_k |I_{k0} - I_c|}{\sum_k I_{k0}} \quad (2.6)$$

Persamaan matematis *goodness of fit* (GOF) atau χ^2 yang merupakan indikator keberhasilan *refinement* sebagai berikut (Wijayanti, 2007):

$$GOF = \left[\frac{Rwp}{R_{exp}} \right]^2 \quad (2.7)$$

2.5.1 Kriteria Sukses dalam Metode *Rietveld*

Seperti diungkapkan di atas, prinsip dasar dari metode *Rietveld* adalah membuat selisih intensitas kalkulasi dengan intensitas observasi yang sekecil-kecilnya. Untuk mencapai hal tersebut dalam berbagai *software refinement* dengan metode *Rietveld* umumnya menyediakan parameter-parameter yang dapat diperbaiki seperti (Kisi, 1994):

- a. Parameter kisi (*lattice parameters: $a, b, c, \alpha, \beta, \gamma$*)
- b. Posisi atom (*atomic positions: x, y, z*)
- c. *Atomic site occupancies*
- d. Parameter termal atomik vibrasional (*atomic thermal vibrational parameters*), isotropik, atau anisotropik
- e. Parameter profil atau puncak seperti U, V, dan W
- f. *Preferred orientation*
- g. Fungsi latar
- h. Koreksi 2θ -zero
- i. Faktor skala (*overall scale factor*)
- j. *Overall isotropic thermal B*

Adapun kriteria kesuksesan *refinement* dengan metode *Rietveld* berkaitan dengan (Kisi, 1994):

1. Tidak ada deviasi yang sangat besar (deviasi maksimum) pada setiap titik dalam plot yang berbeda
2. Error seminimal mungkin yang dinyatakan dengan indeks R seperti R_{wp} , R_B , R_P , dan GoF.

3. Parameter struktural dan deviasi standarnya (jika memungkinkan dibandingkan dengan hasil untuk kristal tunggal yang sama).

Terlepas dari kontribusi latar (Background), ada 3 karakter dasar pola difraksi yang dapat digunakan sebagai pegangan untuk mendapatkan kecocokan dua kurva yang dapat diterima, yaitu tinggi, posisi dan lebar dan bentuk puncak difraksi. Hubungan ketiga karakter tersebut dengan parameter-parameter yang dapat diubah atau diperhalus.

Tabel 2.1 Hubungan Karakter Puncak Difraksi dan Parameter-Parameter dalam Model Intensitas Difraksi Pada Analisis *Rietveld* (Kisi, 1994)

Karakter	Parameter kristal	Parameter dari instrument
Posisi puncak	• Parameter kisi • asimetri	• kesalahan 2θ • pergeseran spesimen
Tinggi puncak	• faktor skala • asimetri • parameter termal • <i>preferred orientation</i> • <i>extinction</i>	
Lebar dan bentuk puncak	parameter bentuk puncak (U,V,W,H _L dll)	

Namun ketiga karakter itu hanya memiliki arti bila data kristalografi yang digunakan benar-benar sesuai dengan fasa-fasa yang ada di dalam material uji. Ini bisa dicapai dengan mengidentifikasi secara tepat fasa kristal yang ada dan menggunakan data kristalografi dari database yang dapat dipercaya.

1.6 Kajian Integrasi Islam

Indonesia sebagai negara tropis memiliki sumber daya alam yang sangat berlimpah seperti buah kelapa (*cocos nucifera*) yang pemanfaatannya masih sangat terbuka untuk dikaji dan dikembangkan lebih lanjut untuk dapat dimanfaatkan secara optimal. Hampir semua bagian dari buah kelapa telah diambil manfaatnya

namun banyak pula yang terbuang menjadi sampah seperti bagian serabut dan tempurungnya (Budi, 2011). Salah satu pemanfaatan tempurung kelapa dijadikan arang. Kemudian arang tempurung kelapa diolah lebih lanjut untuk menghasilkan suatu material baru dengan manfaat yang lebih banyak. Hal ini sesuai dengan firman Allah QS. Al-Syu'ara[26]: 7

أَوَلَمْ يَرَوْا إِلَى الْأَرْضِ كَمْ أَنْبَتْنَا فِيهَا مِنْ كُلِّ زَوْجٍ كَرِيمٍ (٧)

Artinya: “Dan apakah mereka tidak memperhatikan bumi, betapa banyak Kami tumbuhkan di bumi itu berbagai macam pasangan (tumbuh-tumbuhan) yang baik?” (QS. Al-Syu'ara[26]: 7).

Tumbuhan yang baik dalam hal ini adalah tumbuhan yang bermanfaat bagi makhluk hidup, termasuk tumbuhan yang dapat digunakan sebagai arang yang diproses sehingga menjadi rGO (*Reduced Graphene Oxide*). Kemudian rGO disintesis lebih lanjut salah satunya dikompositkan dengan TiO₂ agar mendapatkan hasil yang lebih baik.

Komposit dari rGO-TiO₂ dikarakterisasi salah satunya melalui uji XRD. Difraksi sinar-X merupakan metode yang digunakan untuk mengetahui struktur dan ukuran kristal dari suatu material (Purnama, 2013). Sinar-X merupakan cahaya yang dihasilkan dari tumbukan electron bertegangan tinggi dengan sebuah target berupa Cu, Cr, Fe, Co, Mo ataupun W (Purnama, 2013). Di dalam Al-Qur'an telah dijelaskan bahwa Allah SWT telah menurunkan dan menjadikan cahaya bertingkat-tingkat. Sebagaimana firman Allah SWT:

﴿اللَّهُ نُورُ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ مِثْلُ نُورِهِ كَمِشْكَاةٍ فِيهَا مِصْبَاحٌ الْمِصْبَاحُ فِي زُجَاجَةٍ الزُّجَاجَةُ كَأَنَّهَا كَوْكَبٌ دُرِّيٌّ يُوقَدُ مِنْ شَجَرَةٍ مُبَارَكَةٍ زَيْتُونَةٍ لَا شَرْقِيَّةٍ وَلَا غَرْبِيَّةٍ يَكَادُ زَيْتُهَا يُضِيءُ وَلَوْ لَمْ تَمْسَسْهُ نَارٌ نُورٌ عَلَى نُورٍ يَهْدِي اللَّهُ لِنُورِهِ مَنْ يَشَاءُ وَيَضْرِبُ اللَّهُ الْأَمْثَالَ لِلنَّاسِ وَاللَّهُ بِكُلِّ شَيْءٍ عَلِيمٌ (٣٥)﴾

Artinya: “Allah (pemberi) cahya kepada langit dan bumi. Perumpamaan cahaya Allah adalah seperti sebuah lubang yang tak tembus yang di dalamnya ada pelita besar. Pelita itu di dalam kaca dan kaca itu seakan-akan bintang yang bercahaya seperti mutiara yang dinyalakan dengan minyak dari pohon berkahnya, yaitu

pohon zaitun yang tumbuh tidak disebelah timur dan tidak pula dari sebuah barat, yang minyaknya (saja) hamper menerangi walaupun tidak disentuh apik, cahaya di atas cahaya (berlapis-lapis), Allah membimbing kepada cahaya-Nya siapa yang Dia kehendaki dan Allah membuat perumpamaan-perumpamaan bagi manusia, dan Allah Maha mengetahui segala sesuatu” (QS. An-Nur: 35).

Dalam tafsir Al-Qurtubi maksud dari kata (نو علي نور) adalah terkumpulnya cahaya pelita pada lubang yang tidak tembus, sehingga menjadikan cahaya di atas cahaya. Kata (نو علي نور) juga dapat dipahami bahwa Allah SWT telah menciptakan cahaya menjadi bertingkat-tingkat sesuai dengan energy atau panjang gelombangnya masing-masing. Difraksi sinar-X merupakan metode dengan memanfaatkan cahaya berenergi tinggi atau bergelombang pendek untuk memperoleh informasi struktur, maupun ukuran suatu kristal pada material. Panjang gelombang yang digunakan dalam penelitian ini adalah $1.54 \text{ \AA}$ dengan sumber Cu K α .

BAB III METODE PENELITIAN

1.1 Jenis Penelitian

Jenis penelitian yang dilakukan merupakan analisis data sekunder dari komposit rGO-TiO₂. Proses pembuatan sampel komposit rGO-TiO₂ sudah dilakukan pada penelitian sebelumnya oleh Diah Risma Yanti (Yanti, 2019). Data hasil dari uji menggunakan XRD dianalisis dengan *software* rietica dan uji menggunakan SEM dianalisis dengan imageJ. Hasil data difraksi sinar-X yaitu, rGO yang sudah dipapari gelombang mikro dengan perbedaan waktu paparan 10 menit, 20 menit, 30 menit, 40 menit, dan tanpa dipapari. Adapun Hasil data morfologi menggunakan SEM dari komposit rGO 40m-TiO₂ dengan perbedaan perbesaran 20.000 kali. Pelabelan nama dari masing-masing sampel ditunjukkan pada table 3.1.

Tabel 3.1 Label Sampel Komposit rGO-TiO₂

Jenis Sampel	Label sampel
Komposit rGO-TiO ₂ dengan waktu paparan <i>microwave</i> 10 menit	rGO 10m-TiO ₂
Komposit rGO-TiO ₂ dengan waktu paparan <i>microwave</i> 20 menit	rGO 20m-TiO ₂
Komposit rGO-TiO ₂ dengan waktu paparan <i>microwave</i> 30 menit	rGO 30m-TiO ₂
Komposit rGO-TiO ₂ dengan waktu paparan <i>microwave</i> 40 menit	rGO 40m-TiO ₂
Komposit rGO-TiO ₂ tanpa paparan <i>microwave</i>	rGO TM-TiO ₂

1.2 Analisis data komposit rGO-TiO₂ menggunakan XRD (*X-ray Diffraction*)

Pengujian sampel karbon dari arang tempurung kelapa menggunakan data komposit rGO-TiO₂ menggunakan XRD dilakukan di Laboratorium Teknik Material Metalurgi ITS. Data difraksi sinar-X dari komposit rGO-TiO₂ dengan perbedaan waktu paparan radiasi gelombang mikro 10 menit, 20 menit, 30 menit, 40 menit dan tanpa paparan. Data hasil uji menggunakan XRD dianalisis

menggunakan metode *Debye-Scherrer* dan analisis *Rietveld* menggunakan *software rietica*.

1.2.1 Mencari Ukuran Kristal dengan Metode *Debye-Scherrer*

Uji menggunakan XRD ini untuk mengetahui ukuran kristal dari komposit rGO-TiO₂. Besarnya ukuran kristal dapat dihitung menggunakan metode *Debye-Scherrer*, yaitu (Monshi, 2012):

$$D_{hkl} = \frac{0,9\lambda}{B.\cos \theta} \quad (3.1)$$

Penentuan ukuran kristal menggunakan metode *Debye-Scherrer*:

1. Plotting grafik untuk masing-masing komposit rGO-TiO₂ menggunakan origin pro 8.5.
2. Menentukan puncak masing-masing sampel pada posisi 2 θ dan dianalisis menggunakan pendekatan gauss untuk menentukan nilai FWHM (*Full Width at Half Maximum*).
3. Ukuran kristal dihitung menggunakan metode *Debye-Scherrer* seperti persamaan

1.2.2 *Refinement* Data Uji Menggunakan XRD dengan Metode *Rietveld*

Langkah *refinement* data dari uji menggunakan XRD dengan metode *Rietveld* menggunakan *rietica* yaitu:

1. Mencocokkan data pengukuran dengan data terhitung. Data pengukuran diambil dari CIF file dengan COD ID*1530150 dan ID*1543272.
2. Diinput file sesuai data pengukuran dan data terhitung dalam *software rietica*.

3. Proses *refinement* dilakukan dengan memperhatikan *background*, tinggi puncak, posisi puncak, bentuk dan lebar puncak.
4. Analisis *refinement Rietveld* dikatakan selesai apabila parameter $R < 20\%$ dan nilai $Gof < 4\%$.
5. *Output*.

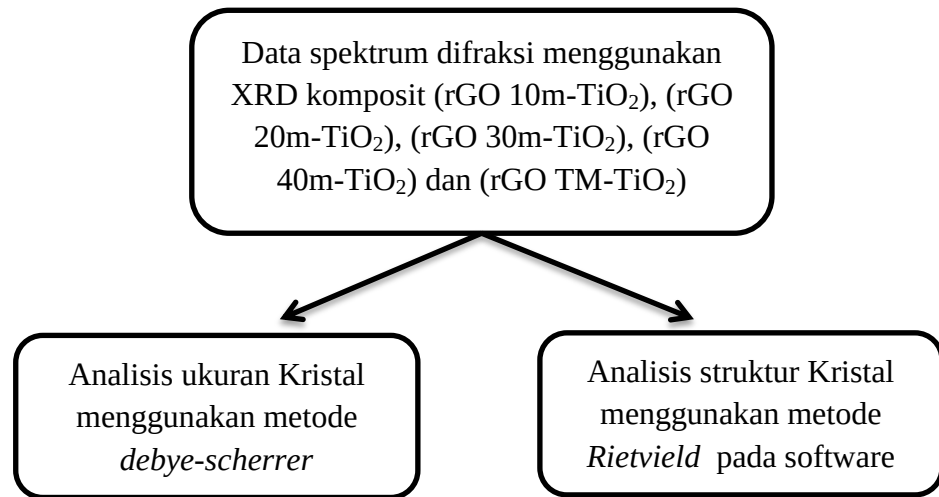
1.3 Analisis Data menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscopy*)

Sampel yang digunakan adalah komposit rGO40m -TiO₂ yang telah dikarakterisasi menggunakan SEM dengan perbesaran 20.000 kali. Analisis ini dilakukan untuk mengetahui ukuran butir dari sampel dengan menggunakan *software imageJ*. Langkah-langkah analisis menggunakan *imageJ* adalah:

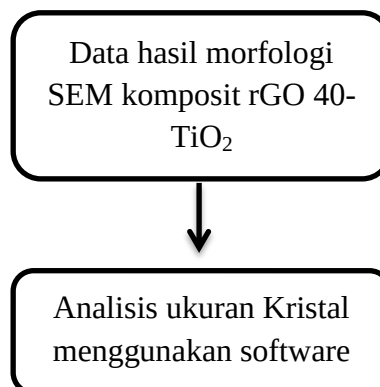
1. Mengkalibrasi ukuran pixel gambar dengan cara membuka gambar yang akan dianalisis kemudian menggambar garis lurus sepanjang ukuran acuan dengan memilih *icon* garis pada *Tool Bar*.
2. Kemudian set skala yang dipilih dengan klik *Analyze > Set Scale*.
3. Sesuaikan keterangan yang diperlukan dengan mengisi kolom –kolom sesuai ukuran yang acuan yang diinginkan. Pilih cek list global untuk menggunakan pengaturan kalibrasi yang dibuat sampai *Image-J* ditutup.
4. Bila gambar yang dipakai dalam format RGB maka harus diubah menjadi 8-bit dengan cara *Image > Type > 8-bit*.
5. Analisis butir dalam *Image-J* dengan cara klik *Analyze > Set Measurements* untuk menentukan keluaran (*output*) dalam analisis butir.

1.4 Diagram Alir

1.4.1 Analisis Data uji Menggunakan XRD



1.4.2 Analisis Data SEM



1.5 Metode Analisis Data

Analisis data dalam penelitian ini menggunakan data kuantitatif. Data kuantitatif dianalisis menggunakan beberapa aplikasi seperti origin, rietica dan imageJ. Langkah analisis data dilakukan dengan menguji sampel dengan beberapa pengujian antara lain XRD dan SEM.

3.5.1 Ukuran Kristal Menggunakan Metode *Debye-Scherrer*

Pengolahan data uji menggunakan XRD dengan *software* origin untuk mengetahui nilai puncak dan FWHM. Kemudian dari data tersebut digunakan untuk mengetahui ukuran kristal dengan metode *Debye-Scherrer*:

$$D = \frac{0,9\lambda}{B \cdot \cos \theta}$$

Tabel 3.2 Tabel Data Ukuran Kristal Menggunakan Metode *Debye-Scherrer*

No	Sampel	Peak 2θ	FWHM (°)	D (nm)
1	rGO TM –TiO ₂			
2	rGO 10m –TiO ₂			
3	rGO 20m –TiO ₂			
4	rGO 30m –TiO ₂			
5	rGO 40m –TiO ₂			

3.5.2 Struktur Kristal Menggunakan Rietica

Pengolahan data menggunakan *software* rietica untuk mengetahui struktur kristal. *Refinement* dilakukan dengan mencocokkan data teori dengan data perhitungan.

Tabel 3.3 Tabel Data Struktur Kristal Menggunakan Rietica Fase 2

Parameter	Sampel				
	rGO TM - TiO ₂	rGO 10m - TiO ₂	rGO 20m - TiO ₂	rGO 30m - TiO ₂	rGO 40m - TiO ₂
Parameter kisi fase ke-1:					
a					
b					
c					
α					
β					
γ					
Kisi Kristal					
R _p					
R _{wp}					
R _{Bragg}					
GOF					

Tabel 3.4 Tabel Data Struktur Kristal Menggunakan Rietica Fase 2

Parameter	Sampel				
	rGO TM - TiO ₂	rGO 10m - TiO ₂	rGO 20m - TiO ₂	rGO 30m - TiO ₂	rGO 40m - TiO ₂
Parameter kisi fase ke-2:					
a					
B					
C					
A					
B					
Γ					
Kisi Kristal					
R _p					
R _{wp}					
R _{Bragg}					
GOF					

3.5.3 Ukuran Butir Menggunakan ImageJ

Pengolahan data morfologi menggunakan SEM dengan *software* imageJ untuk mengetahui ukuran butir. Dari imageJ didapat ukuran butir. Untuk mengetahui distribusi ukuran butir diolah menggunakan origin.

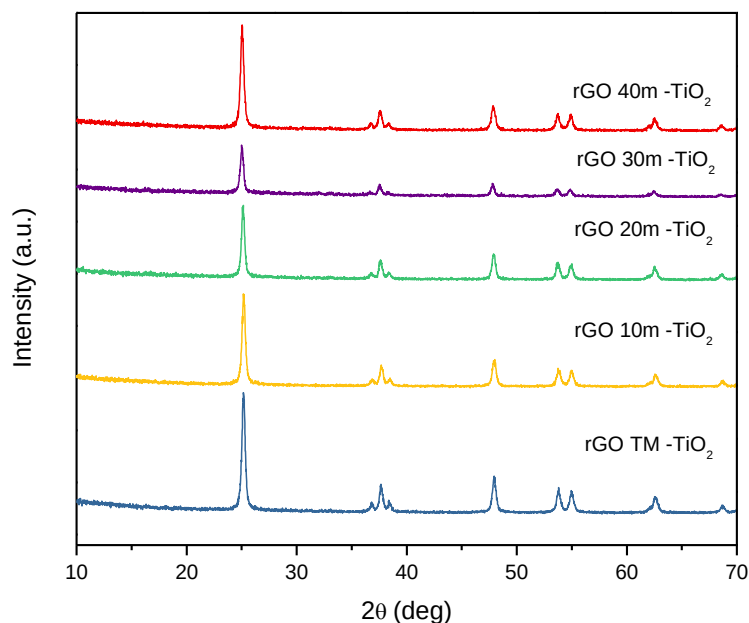
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Data Hasil Penelitian

Penelitian ini dilakukan perhitungan data sekunder dari sampel yang diuji menggunakan XRD dan SEM yang telah dilakukan oleh (Yanti, 2019). Sampel yang digunakan yaitu berupa komposit rGO-TiO₂ yang mana rGO terlebih dahulu dipapari gelombang mikro kemudian dikompositkan dengan TiO₂, dengan variasi pemaparan 10 menit (rGO 10m-TiO₂), 20 menit (rGO 20m-TiO₂), 30 menit (rGO 30m-TiO₂), 40 menit (rGO 40m-TiO₂) dan tanpa pemaparan (rGO TM-TiO₂). Hasil sintesis salah satunya dikarakterisasi dengan difraksi sinar-X untuk mengetahui ukuran kristal pada setiap sampel. *Software* rietica juga digunakan dalam penelitian ini untuk mengetahui struktur kristal dalam sampel. Sampel juga dianalisis menggunakan *software* imageJ untuk mengetahui ukuran butir.

4.1.1 Data Hasil Spektrum Difraksi Komposit rGO-TiO₂ Menggunakan XRD

Pengujian komposit rGO-TiO₂ menggunakan XRD dilakukan di Laboratorium Teknik Material Metalurgi ITS. Uji menggunakan XRD dilakukan untuk mengetahui ukuran kristal. Pola difraksi yang diperoleh dapat ditampilkan seperti gambar 4.1



Gambar 4.1 Pola Difraksi Komposit rGO-TiO₂

Gambar 4.1 menunjukkan hasil uji menggunakan XRD dari komposit rGO-TiO₂. Pembuatan komposit rGO-TiO₂ menyebabkan fasa yang terbentuk adalah fasa TiO₂ anatase. Fasa anatase dapat ditandai dengan puncak khas anatase pada $2\theta = 25^\circ, 37^\circ, 48^\circ, 53^\circ, 62^\circ, 68^\circ$, dan 70° . Sedangkan fasa rutil dengan puncak khas pada $2\theta = 27^\circ$ dan 36° . Berdasarkan pola difraksi diperoleh hasil intensitas TiO₂ anatase tertinggi pada rGO TM-TiO₂.

4.1.2 Data Hasil Perhitungan Ukuran Kristal Menggunakan Metode *Debye-Scherrer*

Data uji menggunakan XRD dapat digunakan untuk menentukan ukuran kristal dengan menggunakan metode *Debye-Scherrer* seperti pada persamaan 2.2 (Monshi, 2012):

$$D = \frac{0,9\lambda}{B \cdot \cos \theta}$$

dengan λ adalah panjang gelombang Cu-K α , B adalah FWHM yang menunjukkan lebar puncak pada setengah maksimum dan θ adalah sudut difraksi (S. Bhukal, dkk, 2012). Nilai FWHM data diperoleh dari hasil fitting puncak difraksi sinar-X dengan mengambil fungsi Gauss. Perhitungan FWHM diambil dari puncak TiO₂ yang tertinggi. Nilai FWHM harus dikonversi terlebih dahulu dalam radian. Sudut Bragg yang merepresentasikan bidang (hkl) diperoleh dari nilai centre (xc).

Tabel 4.1 Ukuran Kristal Pada Puncak 2 θ dan Nilai FWHM

No	Sampel	Peak 2 θ	FWHM (rad)	D (nm)
1	rGO TM –TiO ₂	25,172	0,00694	20.464
2	rGO 10m –TiO ₂	25,188	0,00699	20.325
3	rGO 20m –TiO ₂	25,131	0,00668	21.266
4	rGO 30m –TiO ₂	25,023	0,00708	20.060
5	rGO 40m –TiO ₂	25,051	0,00722	19.674

4.1.3 Data Hasil Pengukuran Struktur Kristal Menggunakan Rietica

Refinement (penghalusan) menggunakan perangkat lunak Rietica untuk mengetahui struktur kristal dari komposit rGO-TiO₂. Proses *refinement* dilakukan menggunakan metode *Rietveld* yaitu dengan mencocokkan model data terhitung dengan data struktur kristal COD ID yang diambil dari *Crystallography.net*. Data COD ID dipilih berdasarkan parameter yang cocok dengan sampel titanium dioksida, yaitu COD ID 1530150 dan sampel rGO dengan data COD ID 1543272 dengan format file **cif*. Data COD ID memuat informasi data kristalografi dari sampel, yaitu parameter sel, *space group*, dan volume sel, adapun datanya seperti pada gambar 4.2 dan 4.3.

```

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
_audit_update_record
;
2014-07-17 deposited with the CCDC.
2016-05-09 downloaded from the CCDC.
;
_cell_angle_alpha       90.00
_cell_angle_beta        90.00
_cell_angle_gamma       90.00
_cell_formula_units_Z   8
_cell_length_a           19.533(4)
_cell_length_b           7.5052(15)
_cell_length_c           21.247(4)

```

Gambar 4.2 Data COD ID Sampel rGO

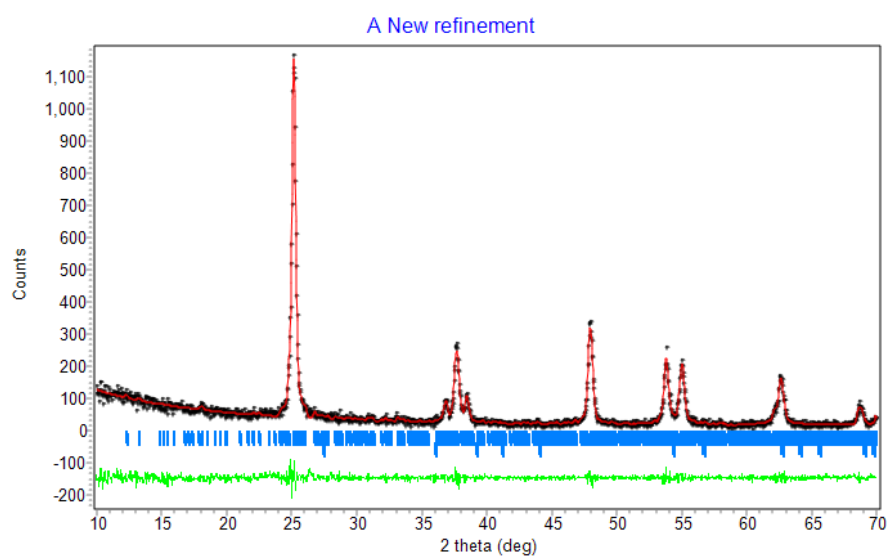
```

An electron-diffraction investigation of titanium dioxide in
thin films
;
_journal_name_full      Kristallografiya
_journal_page_first     1253
_journal_page_last      1258
_journal_volume         22
_journal_year           1977
_chemical_formula_sum   'O2 Ti'
_chemical_name_systematic 'Ti O2'
_space_group_IT_number  136
_symmetry_space_group_name_Hall '-P 4n 2n'
_symmetry_space_group_name_H-M 'P 42/m n m'
_cell_angle_alpha       90
_cell_angle_beta        90
_cell_angle_gamma       90
_cell_formula_units_Z   2
_cell_length_a           4.59
_cell_length_b           4.59
_cell_length_c           2.96
_cell_volume            62.362
_citation_journal_id_ASTM KRISAJ
_cod_data_source_file   Khitrova_KRISAJ_1977_346.cif
_cod_data_source_block  O2Ti1
_cod_original_cell_volume 62.36158
_cod_original_formula_sum 'O2 Ti1'
_cod_database_code      1530150
loop_

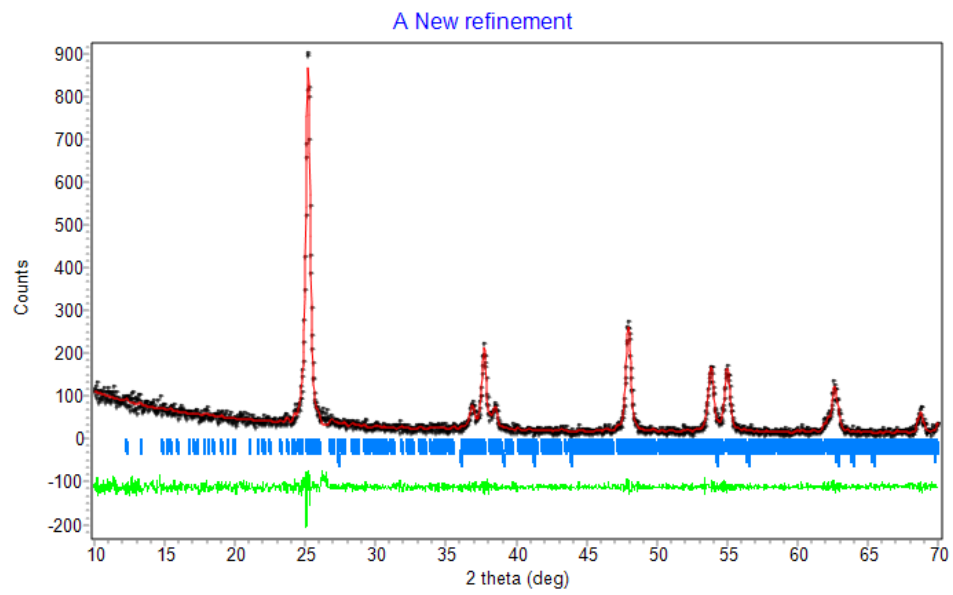
```

Gambar 4.3 Data COD ID Sampel TiO₂

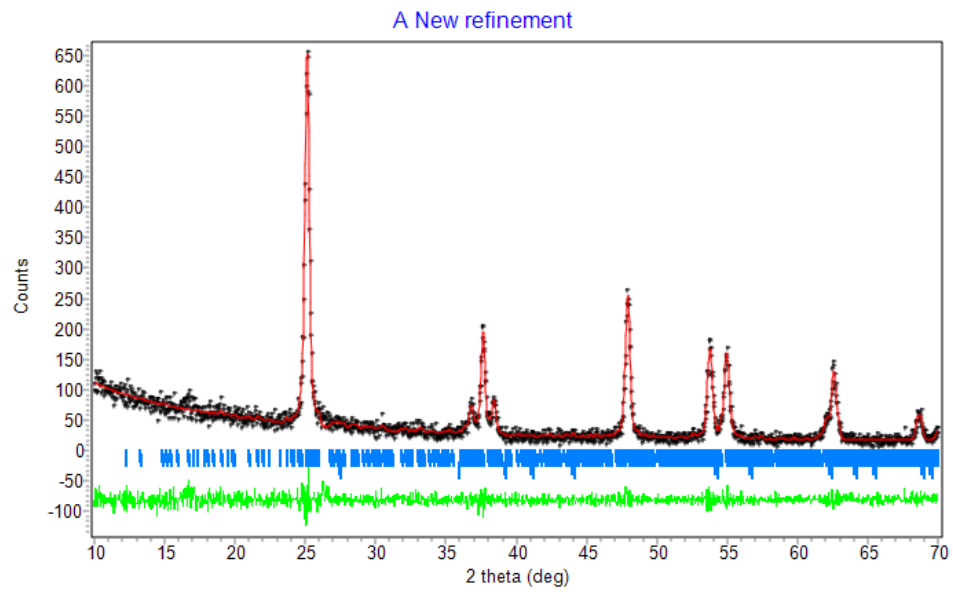
Pencocokan data olahan hasil difraksi sinar-X dengan data standar menggunakan program *Rietica* dengan tujuan untuk mengetahui parameter-parameter yang lebih tepat dan seharusnya (Sahriar, 2006). *Refinement* parameter dilakukan secara bertahap untuk mendapatkan hasil yang sesuai. Dari hasil *refinement* didapat kecocokan antara data hasil pola difraksi sinar-X terhadap sampel dengan perhitungan menggunakan metode Rietveld. Seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.4 sampai 4.8.



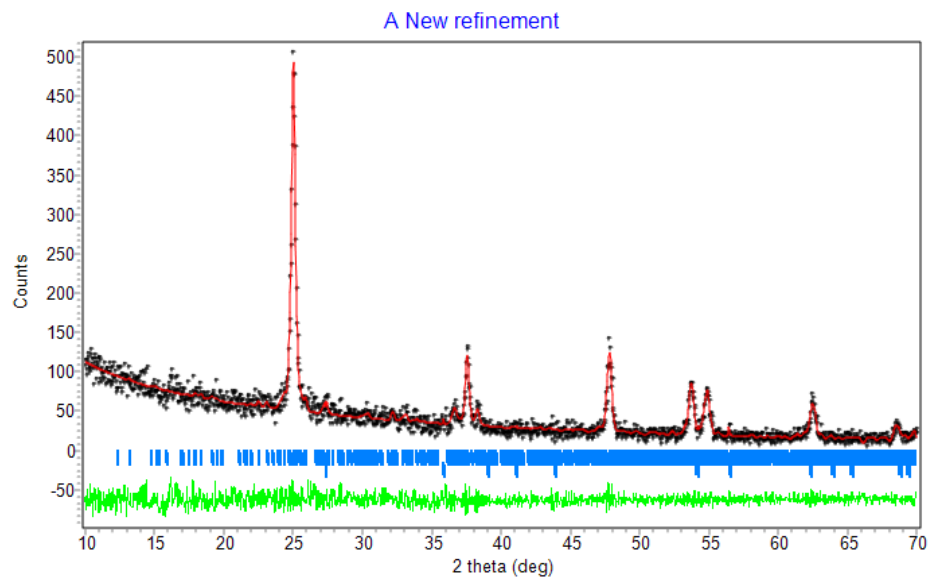
Gambar 4.4 Hasil *Refinement* Grafik dari Sampel rGO TM –TiO₂ Menggunakan Rietica



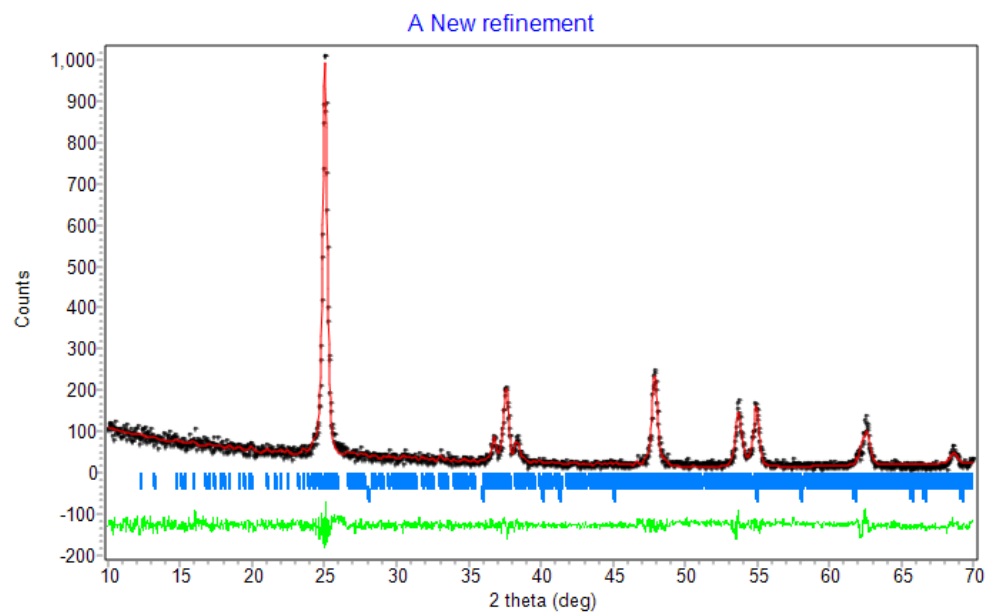
Gambar 4.5 Hasil *Refinement* Grafik dari Sampel rGO 10m –TiO₂ Menggunakan Rietica



Gambar 4.6 Hasil *Refinement* Grafik dari Sampel rGO 20m –TiO₂ Menggunakan Rietica



Gambar 4.7 Hasil *Refinement* Grafik dari Sampel rGO 30m-TiO₂ Menggunakan Rietica



Gambar 4.8 Hasil *Refinement* Grafik dari Sampel rGO 40m –TiO₂ Menggunakan Rietica

Pola difraksi terhitung ditunjukkan oleh garis berwarna merah yang berasal dari data ICSD. Pola difraksi terukur ditunjukkan oleh garis berwarna

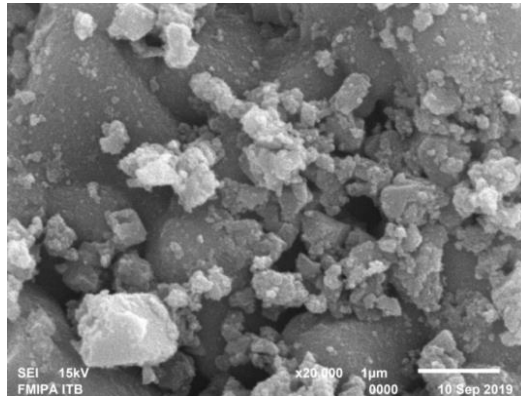
hitam putus-putus adalah data hasil difraksi sinar-X. Sedangkan garis berwarna biru merupakan posisi puncak-puncak yang cocok. Inilah yang akan berpengaruh pada indeks kecocokan hasil *refinement* (x^2 , R_{wp} , R_p , R_{exp}). Hasil lain dari *refinement* rietica adalah informasi keluaran (*output of information*) yang berisis informasi parameter struktur kristal. Table 4.2 adalah parameter-parameter hasil *refinement* yang merupakan parameter struktur kristal baru.

Tabel 4.2 Tabel Parameter Struktur Kristal Hasil *Refinement*

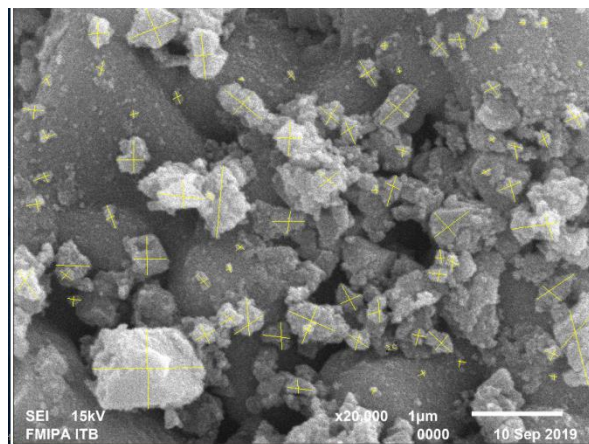
Parameter	Sampel				
	rGO TM - TiO ₂	rGO 10m - TiO ₂	rGO 20m - TiO ₂	rGO 30m - TiO ₂	rGO 40m - TiO ₂
Parameter kisi fase ke-1:					
a	19.565321	19.591038	19.617727	19.731268	19.639463
b	7.505287	7.500970	7.508316	7.554004	7.555206
c	21.121054	21.142799	21.194582	20.980965	21.102184
α	90°	90°	90°	90°	90°
β	90°	90°	90°	90°	90°
γ	90°	90°	90°	90°	90°
Struktur Kristal	orthorombik	orthorombik	orthorombik	orthorombik	orthorombik
Parameter kisi fase ke-2:					
a	4.595382	4.613069	4.598723	4.607228	4.498037
b	4.595382	4.613069	4.598723	4.607228	4.498037
c	2.962840	2.959765	2.978861	2.979812	3.005117
α	90°	90°	90°	90°	90°
β	90°	90°	90°	90°	90°
γ	90°	90°	90°	90°	90°
Struktur Kristal	tetragonal	Tetragonal	tetragonal	tetragonal	tetragonal
R_p	9.99	11.33	11.47	11.62	12.01
R_{wp}	8.96	9.87	10.51	10.52	9.23
R_{Bragg}	0.86	1.70	2.49	3.50	5.41
GOF	0.1602	0.1268	0.1225	0.1100	0.1322

4.1.4 Data Hasil Pengukuran Butir Menggunakan ImageJ

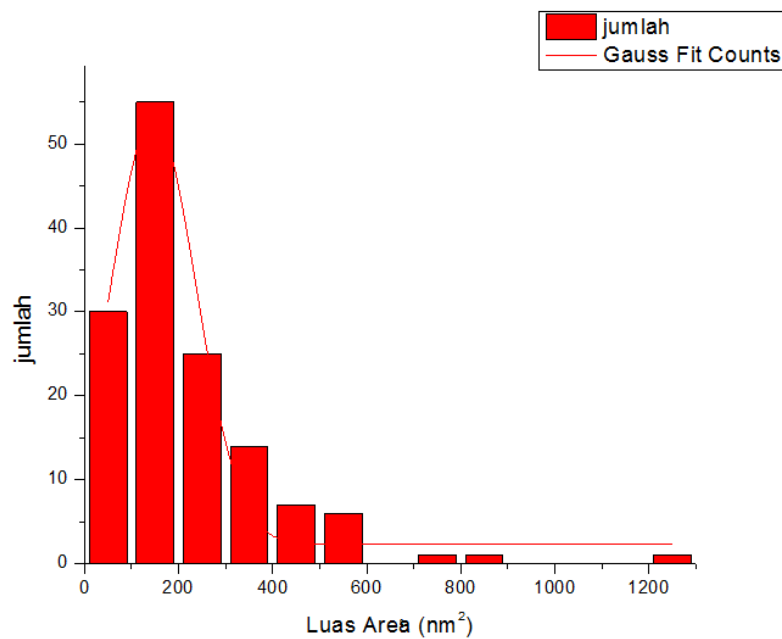
Sampel yang digunakan yaitu rGO 40m –TiO₂ dengan perbesaran 20.000 kali. Analisis data dapat diketahui dari morfologi sampel seperti bongkahan. Hasil pengolahan gambar SEM menggunakan imageJ ditunjukkan pada gambar 4.9. Analisis ukuran butir didapatkan diameter butir seperti pada gambar 4.10.



Gambar 4.9 Hasil Morfologi SEM dari Komposit rGO40m-TiO₂ dengan Perbesaran 20.000 Kali



Gambar 4.10 Analisis Ukuran Kristal Menggunakan ImageJ



Gambar 4.11 Distribusi Ukuran Butir dari Sampel rGO40m-TiO₂ dengan Perbesaran 20.000 kali

Berdasarkan gambar 4.10 dihitung lebar butir rata-rata dengan menggunakan fitur *Analyze Particles* pada ImageJ, sehingga didapatkan hasil ukuran butir sebesar 219.993 nm². Proses selanjutnya dihitung distribusi ukuran butir menggunakan origin 8.5 yang ditunjukkan pada gambar 4.11, dimana ukuran butir dianalisis menggunakan pendekatan gauss. Hasil distribusi ukuran butir rata-rata sampel rGO 40m -TiO₂ dengan perbesaran 20.000 kali adalah 146.378 nm².

4.2 Pembahasan

Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui parameter sktruktur kristal yang terdiri dari ukuran kristal, parameter kisi, dan struktur kristal. Sampel yang digunakan yaitu rGO yang disintesis dengan pengaruh lama pemaparan gelombang mikro mulai dari 10, 20, 30, dan 40 menit yang kemudian dikompositkan dengan

TiO₂. Data pengukuran komposit rGO-TiO₂ menggunakan XRD dan SEM digunakan untuk menentukan parameter struktur kristal dari komposit rGO-TiO₂.

Berdasarkan penelitian sebelumnya oleh Yanti (2019), hasil data XRD untuk komposit rGO-TiO₂ menunjukkan bahwa fasa yang terbentuk adalah fasa anatase. Karena pola difraksi yang terbentuk sesuai dengan fasa anatase yang memiliki puncak pada $2\theta = 25^\circ, 37^\circ, 48^\circ, 53^\circ, 62^\circ, 68^\circ, \text{ dan } 70^\circ$. Berdasarkan pola difraksi pada gambar 4.1 intensitas TiO₂ anatase paling kecil hingga terbesar dapat dilihat sesuai urutan berikut ini rGO 30-TiO₂, rGO 20-TiO₂, rGO 10-TiO₂, rGO 40-TiO₂ dan rGO TM-TiO₂.

Ukuran kristal termasuk salah satu parameter struktur kristal. Perhitungan ukuran kristal menggunakan metode *Debye-Scherrer* yang hasilnya ditunjukkan pada tabel 4.1. Ukuran kristal dapat dihitung dengan menggunakan persamaan (2.2) dengan puncak 2θ , dan FWHM yang telah dihasilkan dari uji menggunakan XRD. Hasil ukuran kristal menggunakan metode persamaan *Debye-Scherrer* yaitu $D = 20.464 \text{ nm}$ untuk rGO TM –TiO₂, $D = 20.325 \text{ nm}$ untuk rGO 10m –TiO₂, $D = 21.266 \text{ nm}$ untuk rGO 20m –TiO₂, $D = 20.060 \text{ nm}$ untuk rGO 30m –TiO₂, $D = 19.674 \text{ nm}$ untuk rGO 40m –TiO₂. Persamaan *Debye-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 (Monshi,2012).

Analisis lebih lanjut dilakukan proses penghalusan (*refinement*) dengan menggunakan program rietica metode *Le Bail*. Sampel yang digunakan yaitu RGO-TiO₂ yang mana memiliki 2 fase (multifasa). Model awal atau *input* yang

digunakan fase pertama adalah fasa rGO yang memiliki kisi kristal orthorhombic dengan parameter kisi $a: 19.533 \neq b: 7.5052 \neq c: 21.247$ dan sudut kristal $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$. Fase kedua milik TiO_2 yang memiliki parameter kisi $a=b: 4.59 \neq c: 2.96$ dan sudut kristal $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$ dengan struktur kristal tetragonal.

Dari hasil *refinement* didapat kecocokan antara data hasil pola difraksi sinar-X terhadap sampel dengan perhitungan menggunakan program rietica. Seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.4 sampai 4.8. Data parameter struktur material hasil *refinement* disajikan pada table 4.2 yang menunjukkan tingkat kesesuaian antara data terhitung dan terukur cukup baik. Keberhasilan *refinement* dilihat dari parameter χ^2 atau *goodness of fit* (GOF), *Profile R-factor* (R_p), R_{Bragg} dan *Weight profile R-factor* (R_{wp}).

Hasil sintesis rGO- TiO_2 pada waktu pemaparan dengan *microwave* 10 menit, 20 menit, 30 menit, 40 menit dan tanpa pemaparan *microwave* tidak mengubah sudut kisi kristal $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$. Parameter kisi masing-masing fase mengalami sedikit perubahan yang tidak terlalu signifikan, hal ini disebabkan oleh adanya pergeseran sudut difraksi (Sudiana, 1999). Namun hal ini tidak mengubah struktur kristal dari sampel. Perubahan Hasil parameter R dan nilai GoF menyatakan bahwa keberhasilan *refinement* dapat diterima sesuai kriteria yang diisyaratkan yaitu, parameter $\text{GoF} < 4\%$ dan indikator $R < 20\%$ (Kisi, 1994).

Analisis data uji morfologi dengan SEM dilakukan menggunakan *software* imageJ untuk mengetahui ukuran butir dari sampel rGO- TiO_2 dengan perbesaran 20.000 kali. Hasil analisis butir menghasilkan diameter butir rata-rata untuk perbesaran 20.000 kali sebesar 219.993 nm^2 dan distribusi ukuran butir sebesar 146.378 nm^2 .

Hasil pengukuran data SEM menggunakan imageJ lebih merepresentasikan ukuran kristal/butir secara keseluruhan di dalam sampel. Sedangkan hasil pengukuran dengan metode *Debye-Scherrer* lebih merepresentasikan ukuran kristal dari fase tertentu saja. Oleh karena itu ukuran butir menggunakan imageJ lebih besar daripada pengukuran menggunakan *Debye-Scherrer* (Sumadiyasa, 2018). Perlu dipahami bahwa dalam skala bulk, ukuran butir tidak sama dengan ukuran kristal. Kristal adalah bagian dari grain, sedangkan grain adalah bagian dari pada butir, sehingga ukuran kristal < butir (*grain*) < butir. Dalam skala nanometer (kurang dari 100 nm), pada material kristal berdomain tunggal, ukuran kristal (*crystallite size*) adalah sama dengan ukuran grain dan hampir sama dengan ukuran butir (*particle size*) (Qing Li, 2017).

Ukuran suatu kristal maupun butir dan struktur suatu kristal merupakan suatu ketetapan yang telah ditetapkan oleh Allah SWT. Sebagaimana dalam firman Allah SWT:

وَإِنْ مِنْ شَيْءٍ إِلَّا عِنْدَنَا خَزَائِنُهُ وَمَا نُنَزِّلُهُ إِلَّا بِقَدَرٍ مَّعْلُومٍ (٢١)

Artinya: “dan tidak ada sesuatupun melainkan pada sisi Kami-lah khazanahnya dan Kami tidak menurunkan dengan ukuran yang tertentu” (QS. Al-Hijr: 21).

Menurut Quraish Sihab dalam Tafsir Al-Misbah, kata (خزائن) adalah bentuk jamak dari kata (خزينة) yang berarti tempat menyimpan sesuatu guna memeliharanya/lemari. Ayat ini mengibaratkan kekuasaan Allah SWT, menciptakan dan mengatur segala sesuatu seperti keadaan seseorang yang berada dalam lemari. Kata (ان من شيء) menunjukkan makna yang bersifat umum, mencakup segala sesuatu. Ada pula yang memahami dalam arti unsur-unsur yang berbeda-beda dari proses perpaduannya/terciptanya (Shihab, 2003).

Pada ayat diatas telah dijelaskan bahwa Allah SWT telah menetapkan segala sesuatu sesuai dengan ukuran tertentu. Manusia tidak mampu menentukan ukuran dan karakteristik suatu kristal yang diinginkan. Namun manusia mampu mempelajari dan menghitung ukuran dan struktur kristal dengan berbagai metode atau teknik yang sudah ditemukan dan menetapkan ukuran maupun karakteristik suatu kristal sesuai dengan yang telah dipelajari. Karakteristik suatu kristal yang telah diketahui dapat dijadikan suatu pembanding untuk menentukan dan menghitung suatu kristal yang baru.

Analisis komposit rGO-TiO₂ merupakan salah satu usaha manusia untuk mampu berfikir mengenai segala sesuatu yang telah diciptakan oleh Allah. Sehingga, bahan alam yang ada dapat menjadi sesuatu yang lebih bermanfaat. Sebagai manusia yang bertakwa kepada Allah, hendaknya senantiasa memperhatikan, merenungkan, dan memikirkan segala bentuk ciptaan-Nya baik di langit, bumi, maupun keduanya. Hal ini dipertegas oleh firman Allah dalam Q.S Al-Imran Ayat 190-191.

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِّأُولِي الْأَلْبَابِ (١٩٠) الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَامًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَاطِلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ (١٩١)

Artinya: “Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal. (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata): “Ya Tuhan kami, tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia, Maha Suci Engkau, maka peliharalah kami dari siksa neraka” (QS. Al-Imran[3]: 190-191).

Ulul albab (orang-orang yang berakal) Yang dimaksud adalah orang-orang yang mendalami pemahamannya, berpikir tajam, serta mau menggunakan pikirannya, mengambil manfaat dari apa yang telah diciptakan oleh Allah Swt dan

senantiasa mengingat Allah Swt dalam keadaan apapun, baik dalam keadaan berdiri, duduk maupun berbaring (Shihab, 2003). Selain itu, ayat tersebut juga menerangkan bahwa tidak ada ciptaan Allah Swt yang tidak memiliki atau tidak memiliki manfaat. Arang tempurung kelapa termasuk ciptaan Allah yang tergolong dalam tumbuhan. Serta, arang tempurung kelapa dapat mempunyai nilai ekonomis yang tinggi apabila diproses menjadi komposit rGO-TiO₂ yang nantinya berfungsi sebagai katalis dan lain-lain.

BAB V PENUTUP

1.1 Kesimpulan

1. Hasil perhitungan ukuran kristal dari komposit rGO- TiO₂ menggunakan metode *Debye-Scherrer* sebesar 20.464 nm untuk rGO TM- TiO₂, 20.325 nm untuk rGO 10m -TiO₂, 21.266 nm untuk rGO 20m- TiO₂, 20.060 nm untuk rGO 30m- TiO₂ dan 19.674 nm untuk rGO 40m- TiO₂. Nilai ukuran kristal berbanding terbalik dengan FWHM, dimana FWHM dipengaruhi oleh intensitas masing- masing sampel.
2. Hasil perhitungan ukuran partikel dari rGO 40m-TiO₂ menggunakan *software* imageJ, yaitu sebesar 219.993 nm dengan perbesaran 20.000 kali.
3. Hasil *refinement* sampel komposit rGO-TiO₂ menggunakan *software* rietica pada waktu pemaparan dan tanpa *microwave*, 10 menit, 20 menit, 30 menit, 40 menit menunjukkan bahwa struktur kristal fase rGO berbentuk orthorombik dan pada fase TiO₂ berbentuk tetragonal.

1.2 Saran

Disarankan untuk adanya penelitian lebih lanjut dengan menggunakan *software* lain dalam analisis parameter struktur kristal, sehingga bisa dijadikan perbandingan dengan beberapa *software*.

DAFTAR PUSTAKA

- Abid, Poonam Sehwat. S., S. Islam. Prabhash, Mishra. dan Shahab, Ahmad. 2018. *Reduced Graphene Oxide (rGO) Based Wideband Optical Sensor and The Role of Temperature, Defect States and Quantum Efficiency*. Nature, Scientific Report. Vol. 8. pp. 3537.
- Alfaruqi, M.H. 2008. *Pengaruh Konsentrasi Hidrogen Klorida (HCl) dan Temperatur Perlakuan Hidrotermal terhadap kristalinitas Material Mesopori Silika SBA-15*. Jakarta: Universitas Indonesia.
- Al-Quran Terjemahan. 2015. Departemen Agama RI. Bandung: CV Darus Sunnah.
- Arutanti. O., Mikrajuddin. M., Khairurijal., dan Hermawan, M. 2009. *Penjernihan Air dari Pencemaran Organik dengan Proses Fotokatalis Pada Permukaan TiO₂*. Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi. ISSN 1979-0880.
- Budi, Esmar. 2011. *Tinjauan Proses Pembentukan dan Penggunaan Arang Tempurung Kelapa Sebagai Bahan Bakar*. Vol. 14. Hal. 25.
- Carrato, V. 2011. *Synthesis of TiO₂ Rutile Nanoparticles by PLA in Solution*. Departement of Chemistry, University of Genova. Italia.
- Cullity, B.D. dan Stock, S.R, 2001. *Element of X-Ray Diffraction*. Third Edition, New Jersey : Prentice Hall.
- Dreyer, D. R., Ruoff, R. S., dan Bielawski, C. W. 2010. *From Conception to Realization: An Historial Account of Graphene and Some Perspectives For Its Future, Angewandte Chemie*. International Edition. Vol. 49. pp. 9336-9344.
- Dubey, P.K., Tripathi, P., Tiwari, R.S., Sinha, A.S.K., and Srivastava, O.N. 2014. *'Synthesis of reduced graphene oxide–TiO₂ nanoparticle composite systems and its application in hydrogen production'*, International Journal of Hydrogen Energy, 39, (29), pp. 16282-16292
- Duguet, E. 2000. *Introduction to Hybrid Organic-Inorganic Materials*. University Bordeaux, p. 12 –15.
- Grant, N. M. dan Suryanayana, C. 1998. *X-Ray Diffraction :A Partical Approach*. New York: Plenum Press.
- Irzaman, R.K. 2002. *"Analisa Material Ferroelektrik dengan X-Ray (XRD) dan Program Rietveld"*. Jakarta: Universitas Indonesia.
- Ismunandar. 2006. *Padatan Oksida Logam Struktur, Sintesis dan Sifat-Sifatnya*. Bandung: ITB.

- Kisi, E.H. 1994. *Rietveld Analysis Of Powder Diffraction Patterns*. Forums.P:135-153.
- Kumila, B.N., Chuanpu, L. 2017. *Analisa Pengaruh Reduksi Termal Terhadap Kerusakan Struktur (Structural-Disorder) Pada Lapisan Tipis Graphene Oxide Tereuksi*. Spektra: Jurnal Fisika dan Aplikasinya. Vol.02, N0.01, hal 67-74.
- Listanti, S.M. 2018. *Ekstraksi dan Karakteristik Senyawa Fenolik dari Biji Alpukat*. Prosiding Seminar Nasional PATPI. Bandung.
- Loryuenyong, V., Totepvimarn, K., Eimburanaprat, P., Boonchompoo, W., and Buasri, A. 2013. *'Preparation and Characterization of Reduced Graphene Oxide Sheets via Water-Based Exfoliation and Reduction Methods'*: Advances in Materials Science and Engineering. pp. 923403.
- Marlupi, I. 2003. *Desinfeksi Eschericia Coli Melalui Fotokatalis TiO₂ Bubuk Fase Rutil*. Skripsi. Jurusan Fisika FMIPA ITB.
- Monshi, Ahmad., Mohammad, R. F., Mohammad, R. M., 2012. *Modified Scherrer Equation to Estimate More Accurately Nano-Crystallite Size Using XRD*. World Journal of Nano Science and Engineering, Vol. 2, pp. 154-160.
- Narayan, M.R., 2011. *"Dye Sensitized Solar Cells Based on Natural Photosensitizers"*. Renewable and Sustainable Energy Reviews vol.16, issue 1, hal. 208-215
- Olivares, A. M., and Forero, C. G. 2010. *Goodness-of-fit Testing*. International Encyclopedia of education. Volume 7: 190-196.
- Palupi, E. 2006. *Degradasi Methylene Blue dengan Metode Fotokatalis dan Fotoelektrokatalis menggunakan Film TiO₂*. Skripsi. Departemen Fisika FMIPA IPB.
- Purnama. E.F. 2006. *Pengaruh Suhu Reaksi terhadap Derajat Kristalinitas dan Komposisi Hidroksiapatit Dibuat dengan Media Air dan Cairan Tubuh Buatan (Syntetic Body Fluid)*. Skripsi. Departemen Fisika FMIPA IPB.
- Qing Li, Christina W. Kartikowati, Shinji Horie, Takashi Ogi, Toru Iwaki & Kikuo Okuyama. 2017. *Correlation between particle size/domain structure and magnetic properties of highly crystalline Fe₃O₄ nanoparticles*. Scientific Reports, vol. 7: 9894, pp.– 7.
- Sahriar, N. 2006. *"Uji Kemurnian Batu Kapur Tuban Dengan Analisis Rietveld Data Difraksi Sinar-X."*. Surabaya : Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

- S. Bhukal, T. Namgyal, S. Mor, S. Bansal, and S. Singhal. 2012. "Structural, electrical, optical and magnetic properties of chromium substituted Co-Zn nanoferrites $\text{Co}_{0.6}\text{Zn}_{0.4}\text{Cr}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$ ($0 \leq x \leq 1.0$) prepared via sol-gel auto-combustion method," J. Mol. Struct., vol. 1012, pp. 162– 167.
- Samsiah, R. 2009. *Karakterisasi Biokomposit Apatit-Kitosan dengan XRD, FTIR, SEM dan Uji Mekanik*. Skripsi. Bogor: Departemen Fisika FMIPA IPB.
- Shihab, M. Quraish. 2003. *Tafsir al-Mishbah; Pesan, Kesan dan Keserasian al-Qur'an*. Jakarta: Lentera Hati.
- Stamate. M., dan Gabriel L. 2007. *Application of Titanium Dioxide Photocatalysis to Create Self-Cleaning Materials*. MOCM 13 Vol. 3.
- Sudiana, Y. 1999. Analisis Struktur Kristal Kalsit (CaCO_3) dengan Metode Rietveld. Skripsi. Jurusan Fisika FMIPA IPB, Bogor.
- Sumadiyasa M., Manuaba IB. S. 2018. *Determining Crystallite Size Using Scherrer Formula, Williamson-Hull Plot, and Particle Size with SEM*. Jurusan Fisika fakultas MIPA: Universitas Udayana.
- Suryanarayana, C. 2003. "Mechanical Alloying and Milling". Chem. Rev. 95, 69-96.
- Sutrisno. 2018. *Analisis Kuantitatif untuk Campuran Corundum dan Periclas dengan Efek Mikroabsorsi*. Jurusan Fisika. Surabaya, Institut Teknologi Sepuluh November.
- Wijayanti, S. 2007. *Analisa Pola-pola Difraksi Sinar-X pada material Serbuk $\text{Nd}_6\text{Fe}_{13}\text{Sn}$, $\text{Nd}_6\text{Fe}_{13}\text{Ge}$ dan $\text{Nd}_6\text{Fe}_{13}\text{Si}$ menggunakan Metode Rietveld GSAS*. Surakarta: Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sebelas Maret Surakarta.
- Yanti, Diah Risma. (2019). *Pengaruh Gelombang Radiasi Gelombang Mikro pada Reduced Graphene Oxide dari Tempurung Kelapa Terhadap Aktivitas Fotokatalis TiO_2* . In Skripsi. UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Zakaria, 2003. *Analisis Kandungan Mineral Magnetik pada Batuan Beku dari Daerah Istimewa Yogyakarta dengan Metode X-Ray Diffraction*. Fakultas Keguruan dan Ilmu Pendidikan, Kendari: Universitas Haluoleo.
- Zhang, H., Banfield, J.F., 2000. "Understanding Polymorphic Phase Transformation Behavior during Growth of Nanocrystalline Aggregates: Insights from TiO_2 ". J. Phys. Chem. B, vol 104, hal 3481-348.

DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN 1 Hasil *Output Software Origin 8.5*

1. Komposit rGO TM- TiO₂

Parameters ▼

	Value	Error
y0	43.62303	0.47332
xc1	25.1725	0.00143
w1	0.33894	0.00287
A1	444.79203	3.27645
sigma1	0.16947	
FWHM1	0.39907	
Height1	1047.0592	
xc2	36.84168	0.02464
w2	0.28261	0.04945
A2	19.64679	2.98881
sigma2	0.1413	
FWHM2	0.33275	
Height2	55.46829	
xc3	37.67958	0.00683
w3	0.33228	0.0139
A3	90.80868	3.27466
sigma3	0.16614	
FWHM3	0.39123	
Height3	218.0554	
xc4	38.43368	0.0226
w4	0.31553	0.04591
A4	25.40562	3.18936
sigma4	0.15777	
FWHM4	0.37151	
Height4	64.24345	

xc5	47.95163	0.00514
w5	0.34354	0.01032
A5	126.14173	3.299
sigma5	0.17177	
FWHM5	0.40449	
Height5	292.96517	
xc6	53.80602	0.00861
w6	0.348	0.01727
A6	76.80439	3.32061
sigma6	0.174	
FWHM6	0.40974	
Height6	176.09553	
xc7	54.98585	0.00978
w7	0.36577	0.01963
A7	72.84977	3.40586
sigma7	0.18289	
FWHM7	0.43066	
Height7	158.91221	
xc8	62.60113	0.01365
w8	0.38521	0.02739
A8	56.41557	3.49695
sigma8	0.1926	
FWHM8	0.45355	
Height8	116.85438	
xc9	68.70587	0.03489
w9	0.25239	0.06992
A9	11.70842	2.82118
sigma9	0.12619	
FWHM9	0.29716	
Height9	37.01463	

2. Komposit rGO 10m- TiO₂

Parameters

	Value	Error
y0	35.59665	0.38526
xc1	25.18881	0.00158
w1	0.34702	0.00317
A1	341.60086	2.71503
sigma1	0.17351	
FWHM1	0.40859	
Height1	785.4206	
xc2	36.87109	0.02938
w2	0.30896	0.05906
A2	15.43369	2.56296
sigma2	0.15448	
FWHM2	0.36378	
Height2	39.8567	
xc3	37.70949	0.00761
w3	0.33688	0.01567
A3	68.56668	2.72775
sigma3	0.16844	
FWHM3	0.39665	
Height3	162.39702	
xc4	38.44352	0.02755
w4	0.32523	0.05647
A4	17.97092	2.67692
sigma4	0.16261	
FWHM4	0.38293	
Height4	44.08801	

xc5	47.95353	0.00551
w5	0.34629	0.01106
A5	97.53467	2.71212
sigma5	0.17315	
FWHM5	0.40773	
Height5	224.72727	
xc6	53.82134	0.00988
w6	0.36163	0.01981
A6	58.07958	2.77249
sigma6	0.18081	
FWHM6	0.42579	
Height6	128.14457	
xc7	54.98069	0.01046
w7	0.35424	0.02098
A7	53.17844	2.74353
sigma7	0.17712	
FWHM7	0.41709	
Height7	119.77778	
xc8	62.62249	0.01503
w8	0.369	0.03015
A8	39.34743	2.8012
sigma8	0.1845	
FWHM8	0.43447	
Height8	85.08034	
xc9	68.77442	--
w9	4.79146E-5	--
A9	0.09479	--
sigma9	2.39573E-5	
FWHM9	5.64152E-5	
Height9	1578.49577	

3. Komposit rGO 20m- TiO₂

Parameters

	Value	Error
y0	39.19948	0.40632
xc1	25.13147	0.00205
w1	0.32637	0.0041
A1	254.83894	2.78879
sigma1	0.16318	
FWHM1	0.38427	
Height1	623.01933	
xc2	36.81168	0.038
w2	0.31154	0.07632
A2	12.79755	2.72555
sigma2	0.15577	
FWHM2	0.36681	
Height2	32.7759	
xc3	37.63045	0.00789
w3	0.30368	0.01585
A3	59.34954	2.69117
sigma3	0.15184	
FWHM3	0.35756	
Height3	155.93352	
xc4	38.39416	0.02578
w4	0.25156	0.0517
A4	13.68704	2.44469
sigma4	0.12578	
FWHM4	0.29619	
Height4	43.41175	

xc5	47.90865	0.0058
w5	0.31881	0.01162
A5	86.83361	2.7558
sigma5	0.1594	
FWHM5	0.37537	
Height5	217.31928	
xc6	53.74723	0.00964
w6	0.31617	0.01932
A6	51.58384	2.74421
sigma6	0.15809	
FWHM6	0.37227	
Height6	130.17466	
xc7	54.93304	0.01111
w7	0.33065	0.02228
A7	47.85512	2.80732
sigma7	0.16532	
FWHM7	0.38931	
Height7	115.47862	
xc8	62.54879	0.01514
w8	0.33953	0.03037
A8	36.52261	2.8454
sigma8	0.16977	
FWHM8	0.39977	
Height8	85.82654	
xc9	141.65668	--
w9	0.75396	--
A9	-381.68067	--
sigma9	0.37698	
FWHM9	0.88772	
Height9	-403.91629	

4. Komposit rGO 30m- TiO₂

Parameters

	Value	Error
y0	113.29641	215274.57175
xc1	25.02438	0.00142
w1	0.33003	0.00289
A1	165.67607	1.29718
sigma1	0.16502	
FWHM1	0.38858	
Height1	400.53756	
xc2	37.14099	7.19775
w2	39.12807	30.47878
A2	-4788.72925	71061.49682
sigma2	19.56403	
FWHM2	46.06978	
Height2	-97.64993	
xc3	37.6122	0.00901
w3	0.38962	0.01842
A3	33.53801	1.43095
sigma3	0.19481	
FWHM3	0.45874	
Height3	68.68079	
xc4	37.7004	1701.52675
w4	185.48947	1.03616E6
A4	4936.11068	7.72951E7
sigma4	92.74473	
FWHM4	218.39716	
Height4	21.23272	

xc5	47.70395	1.75726E8
w5	1.07471E-7	1.64307E8
A5	-3.01096E9	1.41221E8
sigma5	5.37357E-8	
FWHM5	1.26538E-7	
Height5	-2.23539E16	
xc6	53.68683	0.01117
w6	0.38042	0.02305
A6	26.11049	1.4517
sigma6	0.19021	
FWHM6	0.44791	
Height6	54.76408	
xc7	54.9521	--
w7	1.62774E-14	2.82001E13
A7	1.3133E14	--
sigma7	8.13871E-15	
FWHM7	1.91652E-14	
Height7	6.43752E27	
xc8	64.25203	10.25988
w8	21.8389	10.32219
A8	-1797.11207	4547.77578
sigma8	10.91945	
FWHM8	25.71334	
Height8	-65.6575	
xc9	68.59503	2.65381
w9	6.25728	3.34578
A9	-210.42958	391.47672
sigma9	3.12864	
FWHM9	7.36739	
Height9	-26.83249	

5. Komposit rGO 40m-TiO₂

Parameters

	Value	Error
y0	40.30264	0.40526
xc1	25.05122	0.0015
w1	0.35826	0.00301
A1	395.72294	2.89469
sigma1	0.17913	
FWHM1	0.42182	
Height1	881.31537	
xc2	36.7558	0.0267
w2	0.26826	0.05357
A2	14.40568	2.5004
sigma2	0.13413	
FWHM2	0.31586	
Height2	42.84603	
xc3	37.58879	0.00844
w3	0.34452	0.01712
A3	66.53171	2.85593
sigma3	0.17226	
FWHM3	0.40564	
Height3	154.08397	
xc4	38.33635	0.0288
w4	0.28136	0.05823
A4	14.39667	2.57726
sigma4	0.14068	
FWHM4	0.33128	
Height4	40.82633	

xc5	47.87573	0.00677
w5	0.36025	0.01357
A5	88.44578	2.90287
sigma5	0.18013	
FWHM5	0.42417	
Height5	195.88885	
xc6	53.72745	0.01129
w6	0.33758	0.02264
A6	48.0857	2.80843
sigma6	0.16879	
FWHM6	0.39747	
Height6	113.65242	
xc7	54.90691	0.01135
w7	0.34088	0.02277
A7	48.51107	2.82237
sigma7	0.17044	
FWHM7	0.40136	
Height7	113.54696	
xc8	62.533	0.01624
w8	0.3367	0.03258
A8	33.28	2.80471
sigma8	0.16835	
FWHM8	0.39643	
Height8	78.86542	
xc9	68.60407	0.04804
w9	0.20106	0.09624
A9	5.19304	2.16004
sigma9	0.10053	
FWHM9	0.23673	
Height9	20.60829	

LAMPIRAN 2 Perhitungan Ukuran Kristal Metode *Debye-Scherrer*

1. Komposit rGO TM -TiO₂

Diketahui:

$$\lambda = 0.154060 \text{ \AA}$$

$$\beta \text{ (FWHM)} = 0.398 \rightarrow = \frac{0.398}{180} \times 3.14 = 0.00694$$

$$2\theta = 25.172 \rightarrow \theta = \frac{25.172}{2} = 12.586$$

$$\cos \theta = 0.9759$$

Ditanya : D?

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0.9 \times 0.154060}{0.00694 \times 0.9759} = 20.464 \text{ nm}$$

2. Komposit rGO 10m -TiO₂

Diketahui:

$$\lambda = 0.154060 \text{ \AA}$$

$$\beta \text{ (FWHM)} = 0.401^\circ \rightarrow = \frac{0.401}{180} \times 3.14 = 0.00699$$

$$2\theta = 25.188 \rightarrow \theta = \frac{25.188}{2} = 12.594$$

$$\cos \theta = 0.9759$$

Ditanya : D?

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0.9 \times 0.154060}{0.00699 \times 0.9759} = 20.3259 \text{ nm}$$

3. Komposit rGO 20m -TiO₂

Diketahui:

$$\lambda = 0.154060 \text{ \AA}$$

$$\beta \text{ (FWHM)} = 0.383^\circ \rightarrow = \frac{0.383}{180} \times 3.14 = 0.00668$$

$$2\theta = 25.131 \rightarrow \theta = \frac{25.131}{2} = 12.5655$$

$$\cos \theta = 0.97604$$

Ditanya : D?

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0.9 \times 0.154060}{0.00668 \times 0.97604} = 21.2661 \text{ nm}$$

4. Komposit rGO 30m -TiO₂

Diketahui:

$$\lambda = 0.154060 \text{ \AA}$$

$$\beta \text{ (FWHM)} = 0.406^\circ \rightarrow = \frac{0.406}{180} \times 3.14 = 0.00708$$

$$2\theta = 25.023 \rightarrow \theta = \frac{25.023}{2} = 12.511$$

$$\cos \theta = 0.9762$$

Ditanya : D?

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0.9 \times 0.154060}{0.00708 \times 0.9762} = 20.0602 \text{ nm}$$

5. Komposit rGO 40m -TiO₂

Diketahui:

$$\lambda = 0.154060 \text{ \AA}$$

$$\beta \text{ (FWHM)} = 0.414^\circ \rightarrow = \frac{0.414}{180} \times 3.14 = 0.00722$$

$$2\theta = 25.051 \rightarrow \theta = \frac{25.051}{2} = 12.5255$$

$$\cos \theta = 0.9761$$

Ditanya : D?

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0.9 \times 0.154060}{0.00722 \times 0.9761} = 19.6743 \text{ nm}$$

1. Keluaran *Software* Rietica Sampel Komposit rGO TM -TiO₂

Histogram: 1				
SCALE FACTOR	=	1.0000	0.00000	0.00000
ZEROPOINT	=	0.00000	0.00000	0.00000
BACKGROUND PARAMETER B 0	=	17.5397	-0.262601	6.36334
BACKGROUND PARAMETER B 1	=	-1.41931	0.130879E-01	0.240608
BACKGROUND PARAMETER B 2	=	0.177459E-01	-0.135552E-03	0.257795E-02
BACKGROUND PARAMETER B 5	=	1236.56	1.59195	47.6909
PREFERRED ORIENTATION	=	1.00000	0.00000	0.00000
ABSORPTION R	=	0.00000	0.00000	0.00000
ASYMMETRY PARAMETERS	=	0.02000	0.00000	0.00000
		0.00000	0.00000	0.00000
HALFWIDTH PARAMETERS U	=	0.264342	-0.002324	0.263894
V	=	-0.254224	-0.002676	0.188085
W	=	0.113230	0.000845	0.029302
ANISOTROPIC GAUSSIAN BROADENING	=	0.000100	0.000000	0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam0	=	0.085369	0.004403	0.015366
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

```

+-----+
|               Phase: 2               |
+-----+
PHASE SCALE FACTOR = 0.100000E-01      0.000000      0.000000
OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000 0.000000 0.000000
CELL PARAMETERS    = 4.595382 0.000900 0.007591
                   = 4.595382 0.000900 0.007591
                   = 2.962840 -0.000503 0.002416
                   = 90.000008 0.000000 0.000000
                   = 90.000008 0.000000 0.000000
                   = 90.000008 0.000000 0.000000
RECIPROCAL CELL    = 0.218 0.218 0.338 90.000 90.000 90.000
CELL VOLUME        = 62.567871 0.154806
SCALE * VOLUME     = 0.625679 0.001548
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

```

```

+-----+
|               Histogram: 1             |
+-----+
SCALE FACTOR      = 1.0000      0.00000      0.00000
ZEROPOINT        = 0.00000      0.00000      0.00000

BACKGROUND PARAMETER B 0 = 17.5397      -0.262601      6.36334
BACKGROUND PARAMETER B 1 = -1.41931      0.130879E-01      0.240608
BACKGROUND PARAMETER B 2 = 0.177459E-01 -0.135552E-03      0.257795E-02
BACKGROUND PARAMETER B 5 = 1236.56      1.59195      47.6909
PREFERRED ORIENTATION    = 1.00000      0.00000      0.00000
ABSORPTION R            = 0.00000      0.00000      0.00000
ASYMMETRY PARAMETERS    = 0.01000      0.00000      0.00000
                       = 0.00000      0.00000      0.00000
HALFWIDTH PARAMETERS U  = -5.272543      -0.181001      1.159813
                       V  = 4.450208      0.217757      1.491680
                       W  = -0.746450      -0.064327      0.481260
ANISOTROPIC GAUSSIAN BROADENING = 0.000100      0.000000      0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 = 0.384199      0.195427      1.392925
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

MOLAR PERCENTAGE OF PHASES:      WEIGHT PERCENTAGE OF PHASES:
1PHASE 1: 99.50 0.03      0.00 0.00
1PHASE 2: 0.50 0.00      0.00 0.00

```

```

+-----+
| Hist | Rp | Rwp | Rp(-b) | Rwp(-b) | Rexp | Durbin Unwght | Durbin Wght | N-P |
+-----+
| 1 | 9.99 | 8.96 | 38.82 | 5.59 | 22.39 | ***** | 1.699 | 1777 |
+-----+
| SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSSQ | GOF | CONDITION |
+-----+
| 0.1059E+05 | 0.1060E+06 | 0.1059E+06 | 0.3546E+05 | 0.1602E+00 | 0.3273E+17 |
+-----+

```

2. Keluaran Software Rietica Sampel Komposit rGO 10m -TiO₂

CYCLE NUMBER= 10

```

+-----+
|               Phase: 1               |
+-----+
PHASE SCALE FACTOR = 0.100000E-01      0.000000      0.000000
OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000 0.000000 0.000000
CELL PARAMETERS    = 19.591038 -0.000294 0.002318
                   = 7.500970 -0.000082 0.000562
                   = 21.142799 -0.000456 0.004861
                   = 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        = 3106.972412 0.836529
SCALE * VOLUME     = 31.069723 0.008365
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

```

```

+-----+
|               Histogram: 1               |
+-----+
SCALE FACTOR      = 1.0000      0.00000      0.00000
ZEROPPOINT        = 0.00000      0.00000      0.00000

BACKGROUND PARAMETER B 0 = -14.4663      -0.194727      5.65341
BACKGROUND PARAMETER B 1 = -0.185259      0.969365E-02      0.213670
BACKGROUND PARAMETER B 2 = 0.501823E-02      -0.113156E-03      0.228800E-02
BACKGROUND PARAMETER B 5 = 1277.25      1.19166      42.3832
PREFERRED ORIENTATION   = 1.00000      0.00000      0.00000
ABSORPTION R            = 0.00000      0.00000      0.00000
ASYMMETRY PARAMETERS    = 0.02000      0.00000      0.00000
                       = 0.00000      0.00000      0.00000
HALFWIDTH PARAMETERS U  = -0.451727      0.006038      0.181610
                       V  = 0.325069      -0.004706      0.137334
                       W  = 0.016549      0.000930      0.022174
ANISOTROPIC GAUSSIAN BROADENING = 0.000100      0.000000      0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 = -0.004177      0.002142      0.018859
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

```


3. Keluaran *Software* Rietica Sampel Komposit rGO 20m -TiO₂

CYCLE NUMBER= 10

```

+-----+
|               Phase: 1               |
+-----+
PHASE SCALE FACTOR   = 0.100000E-01    0.000000    0.000000
OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000    0.000000    0.000000
CELL PARAMETERS      = 19.617727  -0.000196    0.003141
                     7.508316  -0.000121    0.001067
                     21.194582    0.000193    0.006985
                     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          = 3121.879150  1.226912
SCALE * VOLUME       = 31.218790    0.012269
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

```

```

+-----+
|               Histogram: 1               |
+-----+
SCALE FACTOR          = 1.0000    0.00000    0.00000
ZEROPOINT             = 0.00000    0.00000    0.00000

BACKGROUND PARAMETER B 0 = 21.9637    -0.275491    5.56326
BACKGROUND PARAMETER B 1 = -1.05913    0.129345E-01    0.210280
BACKGROUND PARAMETER B 2 = 0.115727E-01  -0.146313E-03    0.225048E-02
BACKGROUND PARAMETER B 5 = 991.458    1.73069    41.6991
PREFERRED ORIENTATION   = 1.00000    0.00000    0.00000
ABSORPTION R            = 0.00000    0.00000    0.00000
ASYMMETRY PARAMETERS    = 0.02000    0.00000    0.00000
                     0.00000    0.00000    0.00000
HALFWIDTH PARAMETERS U  = 0.206210    0.012704    0.300597
                       V  = -0.154849    -0.008338    0.212651
                       W  = 0.097603    0.001404    0.033440
ANISOTROPIC GAUSSIAN BROADENING = 0.000100    0.000000    0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 = -0.044504    0.000285    0.024312
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

```

```

+-----+
|                               |
|                               |
+-----+
PHASE SCALE FACTOR = 0.100000E-01      0.000000      0.000000
OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000 0.000000 0.000000
CELL PARAMETERS    = 4.598723 0.000367 0.002320
                   = 4.598723 0.000367 0.002320
                   = 2.978861 -0.000252 0.003840
                   = 90.000008 0.000000 0.000000
                   = 90.000008 0.000000 0.000000
                   = 90.000008 0.000000 0.000000
RECIPROCAL CELL    = 0.217 0.217 0.336 90.000 90.000 90.000
CELL VOLUME        = 62.997711 0.092811
SCALE * VOLUME     = 0.629977 0.000928
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

```

```

+-----+
|                               |
|                               |
+-----+
Histogram: 1
+-----+
SCALE FACTOR      = 1.0000      0.00000      0.00000
ZEROPPOINT        = 0.00000      0.00000      0.00000

BACKGROUND PARAMETER B 0 = 21.9637      -0.275491      5.56326
BACKGROUND PARAMETER B 1 = -1.05913      0.129345E-01      0.210280
BACKGROUND PARAMETER B 2 = 0.115727E-01 -0.146313E-03      0.225048E-02
BACKGROUND PARAMETER B 5 = 991.458      1.73069      41.6991
PREFERRED ORIENTATION    = 1.00000      0.00000      0.00000
ABSORPTION R             = 0.00000      0.00000      0.00000
ASYMMETRY PARAMETERS     = 0.01000      0.00000      0.00000
                        = 0.00000      0.00000      0.00000
HALFWIDTH PARAMETERS U   = 8.510217      0.343269      2.359860
                        V   = -7.694284      -0.308314      2.164389
                        W   = 1.704060      0.068045      0.489427
ANISOTROPIC GAUSSIAN BROADENING = 0.000100      0.000000      0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 = 0.992806 -0.080120      1.392810
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

MOLAR PERCENTAGE OF PHASES:      WEIGHT PERCENTAGE OF PHASES:
1PHASE 1: 99.50 0.06      0.00 0.00
1PHASE 2: 0.50 0.00      0.00 0.00

```

```

+-----+
| Hist | Rp | Rwp | Rp(-b) | Rwp(-b) | Rexp | Durbin Unwght | Durbin Wght | N-P |
+-----+
| 1 | 11.47 | 10.51 | 39.87 | 7.26 | 30.04 | ***** | 2.072 | 1777 |
+-----+
| SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSQ | GOF | CONDITION |
+-----+
| 0.1000E+05 | 0.8725E+05 | 0.8721E+05 | 0.1970E+05 | 0.1225E+00 | 0.1376E+17 |
+-----+

```

4. Keluaran Software Rietica Sampel Komposit rGO 30m -TiO₂

CYCLE NUMBER= 10

```

+-----+
|                               |
|                               |
+-----+
PHASE SCALE FACTOR   = 0.100000E-01      0.000000      0.000000
OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000 0.000000 0.000000
CELL PARAMETERS      = 19.731268 -0.000389 0.007209
                      = 7.554004 0.000151 0.002088
                      = 20.980965 0.000391 0.007404
                      = 90.000008 0.000000 0.000000
                      = 90.000008 0.000000 0.000000
                      = 90.000008 0.000000 0.000000
RECIPROCAL CELL      = 0.051 0.132 0.048 90.000 90.000 90.000
CELL VOLUME          = 3127.214355 1.808371
SCALE * VOLUME       = 31.272142 0.018084
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      0.000000      0.000000
ZEROPOINT             = 0.000000      0.000000      0.000000

BACKGROUND PARAMETER B 0 = 25.6442      -0.296329      5.26861
BACKGROUND PARAMETER B 1 = -0.488643      0.136693E-01      0.199148
BACKGROUND PARAMETER B 2 = -0.160660E-04 -0.171111E-03      0.213253E-02
BACKGROUND PARAMETER B 5 = 919.750      1.91424      39.4936
PREFERRED ORIENTATION    = 1.00000      0.00000      0.00000
ABSORPTION R             = 0.00000      0.00000      0.00000
ASYMMETRY PARAMETERS    = 0.02000      0.00000      0.00000
                      = 0.00000      0.00000      0.00000
HALFWIDTH PARAMETERS U   = 0.511162      -0.014728      0.529483
                      V   = -0.366059      0.008100      0.365060
                      W   = 0.117879      -0.000920      0.054937
ANISOTROPIC GAUSSIAN BROADENING = 0.000100      0.000000      0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 = 0.158411      0.004022      0.034303
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

```

```

+-----+
|                               |
|                               |
+-----+
PHASE SCALE FACTOR = 0.100000E-01      0.000000      0.000000
OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000 0.000000 0.000000
CELL PARAMETERS    = 4.607228 -0.000706 0.001339
                   = 4.607228 -0.000706 0.001339
                   = 2.979812 -0.000139 0.003672
                   = 90.000008 0.000000 0.000000
                   = 90.000008 0.000000 0.000000
                   = 90.000008 0.000000 0.000000
RECIPROCAL CELL    = 0.217 0.217 0.336 90.000 90.000 90.000
CELL VOLUME        = 63.251141 0.082172
SCALE * VOLUME     = 0.632511 0.000822
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

```

```

+-----+
|                               |
|                               |
+-----+
Histogram: 1
SCALE FACTOR      = 1.0000 0.00000 0.00000
ZEROPOINT        = 0.00000 0.00000 0.00000

BACKGROUND PARAMETER B 0 = 25.6442 -0.296329 5.26861
BACKGROUND PARAMETER B 1 = -0.488643 0.136693E-01 0.199148
BACKGROUND PARAMETER B 2 = -0.160660E-04 -0.171111E-03 0.213253E-02
BACKGROUND PARAMETER B 5 = 919.750 1.91424 39.4936
PREFERRED ORIENTATION   = 1.00000 0.00000 0.00000
ABSORPTION R            = 0.00000 0.00000 0.00000
ASYMMETRY PARAMETERS    = 0.01000 0.00000 0.00000
                       = 0.00000 0.00000 0.00000
HALFWIDTH PARAMETERS U  = 0.556583 -0.001842 0.022185
                       V  = -0.537955 0.001668 0.020584
                       W  = 0.107599 -0.000331 0.004508
ANISOTROPIC GAUSSIAN BROADENING = 0.000100 0.000000 0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 = 2.234098 0.012424 0.345299
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

MOLAR PERCENTAGE OF PHASES:      WEIGHT PERCENTAGE OF PHASES:
1PHASE 1: 99.50 0.08 0.00 0.00 0.00
1PHASE 2: 0.50 0.00 0.00 0.00 0.00

```

```

+-----+
| Hist | Rp | Rwp | Rp(-b) | Rwp(-b) | Rexp | Durbin Unwght | Durbin Wght | N-P |
+-----+
| 1 | 11.62 | 10.52 | 33.76 | 7.08 | 31.74 | ***** | 1.938 | 1777 |
+-----+
| SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSQ | GOF | CONDITION |
+-----+
| 0.9453E+04 | 0.8134E+05 | 0.8137E+05 | 0.1764E+05 | 0.1100E+00 | 0.6844E+16 |
+-----+

```

5. Keluaran *Software* Rietica Sampel Komposit rGO 40m-TiO₂

CYCLE NUMBER= 10

```

+-----+
|               Phase: 1               |
+-----+
PHASE SCALE FACTOR   = 0.100000E-01    0.000000    0.000000
OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000    0.000000    0.000000
CELL PARAMETERS      = 19.639463   -0.001383    0.005644
                     7.555206    0.000252    0.001074
                     21.102184    0.000944    0.007873
                     90.000008    0.000000    0.000000
                     90.000008    0.000000    0.000000
                     90.000008    0.000000    0.000000
RECIPROCAL CELL      = 0.051   0.132   0.047   90.000   90.000   90.000
CELL VOLUME          = 3131.145996   1.540249
SCALE * VOLUME       = 31.311459   0.015402
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

```

```

+-----+
|               Histogram: 1             |
+-----+
SCALE FACTOR          = 1.0000    0.00000    0.00000
ZEROPOINT             = 0.00000    0.00000    0.00000

BACKGROUND PARAMETER B 0 = 29.7097    -0.859975    5.77218
BACKGROUND PARAMETER B 1 = -1.72205    0.457092E-01    0.218154
BACKGROUND PARAMETER B 2 = 0.208384E-01 -0.528697E-03    0.233600E-02
BACKGROUND PARAMETER B 5 = 965.339    4.75447    43.2731
PREFERRED ORIENTATION   = 1.00000    0.00000    0.00000
ABSORPTION R            = 0.00000    0.00000    0.00000
ASYMMETRY PARAMETERS    = 0.02000    0.00000    0.00000
                     0.00000    0.00000    0.00000
HALFWIDTH PARAMETERS U  = 1.858803    -0.008047    0.444319
                        V  = -1.296854    -0.004841    0.297902
                        W  = 0.288644    0.001810    0.044674
ANISOTROPIC GAUSSIAN BROADENING = 0.000100    0.000000    0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 = 0.538854    0.003309    0.014513
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

```

```

+-----+
|                               |
|                               |
+-----+
PHASE SCALE FACTOR = 0.100000E-01      0.000000      0.000000
OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000 0.000000 0.000000
CELL PARAMETERS = 4.498037 -0.000083 0.002865
                  4.498037 -0.000083 0.002865
                  3.005117 -0.000014 0.000645
                  90.000008 0.000000 0.000000
                  90.000008 0.000000 0.000000
                  90.000008 0.000000 0.000000
RECIPROCAL CELL = 0.222 0.222 0.333 90.000 90.000 90.000
CELL VOLUME = 60.800541 0.056307
SCALE * VOLUME = 0.608005 0.000563
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

```

```

+-----+
|                               |
|                               |
+-----+
Histogram: 1
SCALE FACTOR = 1.0000 0.00000 0.00000
ZEROPPOINT = 0.00000 0.00000 0.00000

BACKGROUND PARAMETER B 0 = 30.5696 -0.927052 5.78815
BACKGROUND PARAMETER B 1 = -1.76776 0.485982E-01 0.218740
BACKGROUND PARAMETER B 2 = 0.213671E-01 -0.555667E-03 0.234225E-02
BACKGROUND PARAMETER B 5 = 960.584 5.19672 43.3953
PREFERRED ORIENTATION = 1.00000 0.00000 0.00000
ABSORPTION R = 0.00000 0.00000 0.00000
ASYMMETRY PARAMETERS = 0.01000 0.00000 0.00000
                      0.00000 0.00000 0.00000
HALFWIDTH PARAMETERS U = 1.067819 0.806363 2.657375
                      V = -1.778890 -0.938103 3.120146
                      W = 0.655126 0.272745 0.911751
ANISOTROPIC GAUSSIAN BROADENING = 0.000100 0.000000 0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 = 0.283504 -0.158307 0.288718
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

MOLAR PERCENTAGE OF PHASES:      WEIGHT PERCENTAGE OF PHASES:
1PHASE 1: 99.52 0.07              0.00 0.00
1PHASE 2: 0.48 0.00              0.00 0.00

```

```

+-----+
| Hist | Rp | Rwp | Rp(-b) | Rwp(-b) | Rexp | Durbin Unwght | Durbin Wght | N-P |
+-----+
| 1 | 12.12 | 9.25 | 47.76 | 6.11 | 25.38 | ***** | 1.899 | 1777 |
+-----+
| SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSQ | GOF | CONDITION |
+-----+
| 0.1134E+05 | 0.9359E+05 | 0.9331E+05 | 0.2758E+05 | 0.1329E+00 | 0.2118E+17 |
+-----+

```

LAMPIRAN 4 Perhitungan Ukuran Butir Data SEM Menggunakan *Software*

Origin 8.5

1. Komposit rGO 40m-TiO₂ Perbesaran 20.000 kali

Parameters			
		Value	Standard Error
Counts	y0	2.27826	1.28735
	xc	146.3783	8.10598
	w	181.52162	17.69193
	A	11551.92045	1068.05448
	sigma	90.76081	
	FWHM	213.72537	
	Height	50.77687	
Reduced Chi-sqr = 15.2723279005			
COD(R^2) = 0.95887761980577			
Iterations Performed = 15			
Total Iterations in Session = 15			
Fit converged - tolerance criterion satisfied.			
sigma, FWHM, Height are derived parameter(s).			



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

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

BUKTI KONSULTASI SKRIPSI

Nama : **ERVIN CAHYANINGTIYAS**
NIM : **16640028**
Fakultas/ Jurusan : **Sains dan Teknologi/Fisika**
Judul Skripsi : **Analisis Parameter Struktur Kristal Komposit
rGO-TiO₂ Menggunakan Metode Debye-Scherrer
dan Metode Rietveld**
Pembimbing I : **Erna Hastuti, M.Si**
Pembimbing II : **Utiya Hikmah, M.Si**

No.	Hari/Tanggal	HAL	Tanda Tangan
1.	4 Oktober 2020	Konsultasi bab 1	
2.	16 Oktober 2020	Konsultasi bab 1-3	
3.	22 Oktober 2020	Konsultasi bab 1-3	
4.	15 Februari 2021	Konsultasi Bab 1-4	
5.	22 Maret 2021	Konsultasi bab 1-4	
6.	25 Maret 2021	Konsultasi bab 1-4	
7.	26 Maret 2021	Konsultasi Kajian Agama	
8.	28 Maret 2021	Konsultasi dan ACC bab 1-4	
9.	28 April 2021	Konsultasi laporan seminar hasil	
10.	4 Mei 2021	Konsultasi Bab 1-5 dan PPT sidang	
11.	5 Mei 2021	Konsultasi Kajian Agama	
12.	9 Mei 2021	ACC Bab 1-5	
13.	22 Juni 2021	Konsultasi semua BAB, Abstrak, dan ACC	

Malang 24 Juni 2021,

Mengetahui,

Drs. Abdul Basid, M.Si



Drs. Abdul Basid, M.Si

19650504 199003 1 003