ANALISIS PARAMETER STRUKTUR KRISTAL NANOKOMPOSIT RGO-TIO₂ MENGGUNAKAN METODE NUMERIK (*BRAGG'S LAW* DAN *WILLIAMSON-HALL*) DAN METODE *RIETVELD* (MAUD)

SKRIPSI

Oleh: DAVID LEE GIANT AXALA NIM. 17640027



PROGRAM STUDI FISIKA FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG 2022

HALAMAN PENGAJUAN

ANALISIS PARAMETER STRUKTUR KRISTAL NANOKOMPOSIT RGO-TIO₂ MENGGUNAKAN METODE NUMERIK (*BRAGG'S LAW* DAN *WILLIAMSON-HALL*) DAN METODE *RIETVELD* (MAUD)

SKRIPSI

Diajukan kepada:

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

> Oleh: <u>David Lee Giant Axala</u> NIM. 17640027

PROGRAM STUDI FISIKA FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG 2022

HALAMAN PERSETUJUAN

ANALISIS PARAMETER STRUKTUR KRISTAL NANOKOMPOSIT RGO-TIO₂ MENGGUNAKAN METODE NUMERIK (*BRAGG'S LAW* DAN *WILLIAMSON-HALL*) DAN METODE *RIETVELD* (MAUD)

SKRIPSI

Oleh: David Lee Giant Axala NIM. 17640027

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji Pada tanggal, 16 Mei 2022

Pembimbing I

<u>Utiya Hikmah, M.Si.</u> NIDT.19880605 20180201 2 242

Pembimbing II

<u>Drs. Abdul Basid, M.Si.</u> NIP. 19650504 199003 1 003

IAN A Mengetahui Ketua Program Studi lk Iman Tazi, M.Si. Dr NIP. 19740730 200312 1 002

iii

HALAMAN PENGESAHAN

ANALISIS PARAMETER STRUKTUR KRISTAL NANOKOMPOSIT RGO-TIO₂ MENGGUNAKAN METODE NUMERIK (*BRAGG'S LAW* DAN *WILLIAMSON-HALL*) DAN METODE *RIETVELD* (MAUD)

SKRIPSI

Oleh: David Lee Giant Axala NIM. 17640027

Telah Dipertahankan di depan Dewan Penguji dan Diterima sebagai salah satu persyaratan untuk memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si) Pada Tanggal, 20 Mei Juni 2022

Ketua Penguji	<u>Dr. Erna Hastuti, M.Si</u> NIP.19811119 200801 2 009	(AFr)
Penguji Utama	<u>Drs. H. M. Tirono, M.Si</u> NIP.19641211 199111 1 001	- un
Pembimbing 1	<u>Utiya Hikmah, M.Si</u> NIDT.19880605 20180201 2 242	Howkingh
Pembimbing 2	<u>Drs. Abdul Basid, M.Si</u> NIP.19650504 199003 1 003	X

Mengesahkan, IAN Ketua Program Studi BLIK INDr. Tazi, M.Si NIP. 19740730 200312 1 002

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama	5	DAVID LEE GIANT AXALA
NIM	ī.	17640027
Jurusan	Ę.	FISIKA
Fakultas	1	SAINS DAN TEKNOLOGI
Judul Penelitian	ż	Analisis Parameter Struktur Kristal Nanokomposit rGO- TiO Menggunakan Metode Numerik (Braggis Law dan
		Williamson-Hall) dan Metode Rietveld (MAUD)

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, 2 Juni 2022 Yang Membuat Pernyataan AHTERA 2EAJX742919905 David Lee Giant Axala NIM. 17640027

ΜΟΤΤΟ

Think different makes a big deal:

Let's say

I am the result of 14 billion years of cosmic evolution

I am a thermodynamic miracle

I am the waking universe looking back at itself

HALAMAN PERSEMBAHAN

Dengan hormat saya persembahkan karya ilmiah (Skripsi) ini kepada:

- Φ Bapak saya Nanang Syahgianto dan Ibu saya Titik Sugianti, salam damai dari sanubari
- Φ Saudara saya Eliza Giant Scarlett, James Lee Giant Grata,
 Frans Lee Giant Titto, Yicella Giant Takani dan sanak family
 saya, Love you
- Φ Den Bagus si kucing saya HILANG! dan Justin si ikan Oscar
 Albino saya, salam damai
- Φ Semua dosen dan rekan akademik saya, terimakasih banyak
- Orang-orang yang ingin sekali saya jabat tangan untuk berterima kasih jikalau mungkin: Kurt Cobain, Chet Baker, Bill Evans, Professor Robert Sapolsky, Maria Zardoya, Jimi Hendrix, Bob Marley, Alton Ellis, John Mayer, Jason Ranti, Sri Mulyani, Mateus Asato, Tom Delonge, Billy Corgan, Fariz Rustam Munaf, Albert Camus, Jalu Handoko, Lasaufa Yardha, Ruth Oktalina Br. Sihombing, Arsene Wenger, Mikel Arteta, Yogee New Waves, Boy Pablo, Denims, Ipang Lazuardi, Vira Talisa, Reality Club, Kurosuke alias Cristianto Ario Wibowo, Harry Mack, God Bless Band, Basuki Thahaja Purnama, Vladimir Putin, Carl Johnson, Stevie Item, Hideo Kojima, Shindigs, Alm. Widji Thukul, Alm. Munir Said Thalib, Alm. Gus Dur, Alm. Sapardi Djoko Damono.

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum Wr. Wb.

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 Nanokomposit rGO-TiO₂ Menggunakan Metode Numerik (*Bragg*'s Law dan *Williamson-Hall*) dan Metode *Rietveld* (MAUD)" 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:

- Bapak saya, Ibu saya dan seluruh keluarga saya di rumah yang selalu berdo'a dan memberikan dukungan kepada saya dalam melaksanakan segala kegiatan khususnya Penelitian Tugas Akhir, salam damai dan cinta dari sanubari.
- Bapak dan Ibu guru ngaji saya yang telah mengajarkan ajaran agama Islam kepada saya.
- Prof. Dr. H. M. Zainuddin, M.A selaku Rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Dr. Sri Harini, M.Si selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Dr. Imam Tazi, M.Si selaku Ketua Jurusan Fisika Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Utiya Hikmah, M.Si selaku Dosen Pembimbing I Tugas Akhir Jurusan Fisika Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Drs. Abdul Basid, M.Si selaku Pembimbing II Tugas Akhir Fisika Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- 8. Dr. Erna Hastuti, M.Si selaku Ketua Penguji Tugas Akhir Jurusan Fisika Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

- Dr. H. Mokhamad Tirono, M.Si selaku Penguji Utama Tugas Akhir Jurusan Fisika Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Segenap Staf dan Pegawai yang telah banyak membantu dan memberikan pelayanan, pengalaman serta wawasan kepada penulis selama Penelitian Tugas Akhir.
- Teman-teman Fisika angkatan 2017 yang selalu mendukung, membantu dan mendo'akan untuk berjuang bersama.

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

Malang, 12 April 2022

Penyusun

DAFTAR ISI

HALAMAN PENGAJUAN	. ii
HALAMAN PERSETUJUAN	iii
HALAMAN PENGESAHAN	iv
HALAMAN PERNYATAAN	. v
МОТТО	vi
HALAMAN PERSEMBAHAN v	'ii
KATA PENGANTAR vi	iii
DAFTAR ISI	. X
DAFTAR GAMBAR	tii
DAFTAR TABEL xi	iii
DAFTAR LAMPIRAN xi	iv
ABSTRAK	٢V
ABSTRACT	vi
الملخص	′ii
BABIPENDAHULUAN	. 1
1.1 Latar Belakang	. 1
1.2 Rumusan Masalah	. 5
1.3 Batasan Masalah	. 6
1.4 Tujuan Penelitian	. 6
1.5 Manfaat Penelitian	. 7
RAR II TINIAIJAN PUSTAKA	8
21 Granhene	. 0 . 8
2.2 Graphene Oxide	8
2.3 Titanium Dioksida	10
2.4 Difraksi Sinar-X	11
2.5 Metode Williamson-Hall	13
2.6 Metode <i>Rietveld</i>	14
2.7 Metode Search-Match	18
2.8 Kajian Integrasi Dalam Islam	19
DAD III METANE DENIELITIANI	<u></u>
2.1 Jonis Danalition	22 22
3.1 Jems Penenuan	22
2.2 Diagram Alir	22 22
2.2.1 Alur analisis data VDD	23 22
3.4 Analisis data XRD	23 23
3.4 1 Pemrosesan data XRD menggunakan software QualX	$\frac{23}{24}$
3.4.2 Refinement data XRD menggunakan metode Rietveld nada	27
software MAUD	25
3 4 3 Menghitung jarak antar kisi dan panjang kisi kristal	25
menggunakan persamaan Bragg	26
3.4.4 Menghitung ukuran kristal menggunakan metode <i>Williamson-Hall</i>	27 27
3.5 Rencana analisis data	<u>-</u> 28
3.5.1 Identifikasi fasa menggunakan <i>software</i> OualX	28
3.5.2 Estimasi parameter kisi menggunakan persamaan <i>Bragg</i>	28
3.5.3 Estimasi parameter kisi, ukuran kristal dan regangan kisi	

menggunakan <i>software</i> MAUD	28
3.5.4 Estimasi ukuran kristal menggunakan metode Williamson-Hall	30
3.5.5 Menentukan pengaruh penambahan waktu pemaparan gelombang	
mikro terhadap ukuran kristal dan regangan kisi	30
3.5.6 Menentukan pengaruh penambahan waktu pemaparan gelombang	
mikro terhadap panjang kisi kristal	31
RAR IV HASH, DAN DEMRAHASAN	33
1 1 Data Hasil Danlitian	
4.1 Data Hash Feneritan.	55
4.1.1 Periodician Komposit 100-110 ₂	
4.1.2 Diffaktograff 100-1102	
4.1.5 Tasa samper berdasarkan ananisis <i>Seurch-Mutch</i>	
4.1.4 Jarak antar Kisi dan panjang Kisi Kristar samper berdasarkan	37
A 1.5 Parameter struktur kristal samnel berdasarkanan analisis <i>Riatuald</i>	
4.1.5 Talaheter shukun Kristal dan regangan kisi sampel berdasarkan	
analisis Williamson Hall	13
4.1.6.1 rGO TM	+3 ЛЛ
4.1.0.1100 Im -1102	++
$4.1.0.2 \text{ rGO } 10\text{m}^{-11}\text{O}_2$	- 5 46
$4.1.0.5100.20m^{-11}O_{2}$	+0
$4.1.65 \text{ rGO} 40 \text{m}\text{-TiO}_2$	
4.1.0.5 100 40m 110 ₂	4 0 <u>4</u> 9
4.2.1 Analisis pengaruh penambahan waktu pemanaran gelombang mikro	
terhadan nanjang kiçi kristal	53
4.2.2 Analisis pengaruh penambahan waktu pemanaran gelombang mikro	
terhadan ukuran kristal dan regangan kisi	55
4.3 Integrasi Dalam Al-Our'an	<i>55</i>
BAB V PENUTUP	61
5.1 Kesimpulan	61
5.2 Saran	62
ΝΑΕΤΑΡ ΡΙΙSΤΑΚΑ	63
	05

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Gugus fungsi (a) <i>Graphene</i> , (b) <i>Graphene Oxide</i> , dan (c)	
Reduced Graphene Oxide	9
Gambar 2.2 Struktur kristal TiO ₂	10
Gambar 2.3 Pola difraksi ideal menurut persamaan <i>Bragg</i> dan pola difraksi	
terukur sebenarnya	13
Gambar 3.1 Diagram alir analisis data hasil pengujian menggunakan XRD	22
Gambar 3.2 Grafik korelasi dan perbandingan data dengan sampel	32
Gambar 4.1 Difraktogram nanokomposit rGO-TiO ₂ setiap variasi lama	
waktu pemaparan gelombang mikro	35
Gambar 4.2 Hasil penghalusan MAUD untuk sampel rGO TM-TiO ₂ .	
Nilai sig/GoF = 0.933709, dan Rwp = 14.662345%	39
Gambar 4.3 Hasil penghalusan MAUD untuk sampel rGO 10m-TiO ₂ .	
Nilai sig/GoF = 0.8670621, dan Rwp = 15.974423%	39
Gambar 4.4 Hasil penghalusan MAUD untuk sampel rGO 20m-TiO ₂ .	
Nilai sig/GoF = 0.9223101 , dan Rwp = 17.307743%	40
Gambar 4.5 Hasil penghalusan MAUD untuk sampel rGO 30m-TiO ₂ .	
Nilai sig/GoF = 0.88517034, dan Rwp = 18.46672%	40
Gambar 4.6 Hasil penghalusan MAUD untuk sampel rGO 40m-TiO ₂ .	
Nilai sig/GoF = 0.93285227, dan Rwp = 16.462307%	41
Gambar 4.7 Struktur kristal tetragonal pada fasa anatas	43
Gambar 4.8 Grafik regresi antara 4sin0 and $\beta cos0$ untuk sampel	
rGO TM-TiO ₂	45
Gambar 4.9 Grafik regresi antara 4sin0 and β cos0 untuk sampel	
rGO TM-TiO ₂	46
Gambar 4.10 Grafik regresi antara $4\sin\theta$ and $\beta\cos\theta$ untuk sampel	
rGO TM-TiO ₂	47
Gambar 4.11 Grafik regresi antara $4\sin\theta$ and $\beta\cos\theta$ untuk sampel	
$rGO TM-TiO_2$	48
Gambar 4.12 Grafik regresi antara $4\sin\theta$ and $\beta\cos\theta$ untuk sampel	
rGO TM-TiO ₂	49
Gambar 4.13 Grafik hubungan antara penambahan waktu pemaparan	
gelombang mikro terhadap panjang kisi a seluruh sampel	53
Gambar 4.14 Grafik hubungan antara penambahan waktu pemaparan	
gelombang mikro terhadap panjang kisi c seluruh sampel	54
Gambar 4.15 Grafik hubungan antara penambahan waktu pemaparan	
gelombang mikro terhadap ukuran kristal yang terbentuk	56
Gambar 4.16 FWHM (Full Width at Half-Maximum)	56
Gambar 4.1/ Grafik hubungan antara penambahan waktu pemaparan	
gelombang mikro terhadap regangan kisi yang terbentuk	58

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Hubungan karakter puncak difraksi dan parameter-parameter dalam	
model intensitas difraksi pada analisis Rietveld	17
Tabel 3.1 Data hasil analisis metode Search-Match	28
Tabel 3.2 Data hasil perhitungan menggunakan persamaan Bragg	28
Tabel 3.3 Data hasil analisis menggunakan software MAUD	29
Tabel 3.4 Data hasil estimasi nilai ukuran kristal dan regangan kisi	
menggunakan metode Williamson-Hall	30
Tabel 3.5 Data hasil perhitungan ukuran kristal	31
Tabel 3.6 Data hasil perhitungan panjang kisi (Å)	30
Tabel 4.1 Data hasil analisis mengunakan metode Search-Match	37
Tabel 4.2 Nilai jarak antar kisi dan panjang kisi kristal	38
Tabel 4.3 Nilai ukuran kristal rata-rata (D) dan regangan kisi (ϵ) hasil	
refinement menggunakan software MAUD	42
Tabel 4.4 Nilai panjang kisi a=b dan c hasil <i>refinement</i> menggunakan	
software MAUD	42
Tabel 4.5 Nilai variabel persamaan 2.3 untuk sampel rGO TM-TiO ₂	44
Tabel 4.6 Nilai variabel persamaan 2.3 untuk sampel rGO 10m-TiO ₂	45
Tabel 4.7 Nilai variabel persamaan 2.3 untuk sampel rGO 20m-TiO2	46
Tabel 4.8 Nilai variabel persamaan 2.3 untuk sampel rGO 30m-TiO2	47
Tabel 4.9 Nilai variabel persamaan 2.3 untuk sampel rGO 40m-TiO2	48
Tabel 4.10 Ukuran kristal rata-rata (D) dan regangan kisi (ϵ)	49

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Hasil (Output/Result) Software Qualx Lampiran 2 Hasil (Output/Result) Software MAUD Lampiran 3 Perhitungan Panjang Kisi Menggunakan Persamaan Bragg Lampiran 4 Hasil (Output) Software Originpro 8.5 Lampiran 5 Perhitungan Ukuran Kristal Dengan Metode Williamson-Hall

ABSTRAK

Axala, David Lee Giant. 2022. Analisis Parameter Struktur Kristal Nanokomposit rGO-TiO₂ Menggunakan Metode Numerik (*Bragg's Law dan Williamson-Hall*) dan Metode Rietveld (MAUD). Skripsi. Jurusan Fisika, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing: (I) Utiya Hikmah, M.Si (II) Drs. Abdul Basid, M.Si

Kata Kunci: Parameter Struktur Kristal, rGO-TiO₂, Search-Match, Bragg's Law, Williamson-Hall, Rietveld

Parameter struktur kristal sebuah material bisa ditentukan melalui analisis XRD. Beberapa metode analisis yang dilakukan pada riset ini adalah Search-match untuk mengetahui fasa, Rietveld untuk mengetahui parameter struktur kristal, Williamson-Hall untuk estimasi nilai ukuran kristal serta regangannya, dan yang sederhana seperti persamaan Bragg untuk mengetahui panjang kisi kristal. Hasil analisis tersebut sangatlah penting karena menjelaskan struktur kristal yang mana membawa informasi tentang sifat fisis dari sebuah material. Pada penelitian ini material yang di uji adalah nanokomposit rGO-TiO₂ dengan variasi penambahan waktu radiasi gelombang mikro pada proses sintesisnya. Hasil analisis Search-match menunjukkan seluruh sampel nanokomposit rGO-TiO₂ memiliki fasa anatas, lalu hasil analisis *Rietveld* dan *Bragg* menunjukkan struktur kristal nanokomposit rGO-TiO₂ yang terbentuk adalah Tetragonal dengan parameter kisi a=b \neq c dan α = β = γ =90°, hasil analisis *Rietveld* untuk nilai ukuran kristal nanokomposit rGO-TiO₂ adalah 41,663254 - 48,279727 nm, dan hasil analisis Williamson-Hall untuk nilai ukuran kristal nanokomposit rGO-TiO2 adalah 26,1168381 - 30,7429148 nm. Terdapat perbedaan nilai ukuran kristal antara hasil analisis Rietveld dengan analisis Williamson-Hall, hal tersebut dikarenakan perbedaan karakter antara metode Rietveld dengan metode Williamson-Hall.

ABSTRACT

 Axala, David Lee Giant. 2022. Crystal Structure Parameters Analysis of rGO-TiO₂ Nanocomposite Using Numerical Methods (Bragg's Law and Williamson-Hall) and Rietveld Method (MAUD).. Thesis. Physics Department, Faculty of Science and Technology, Maulana Malik Ibrahim State Islamic University, Malang. Advisor: (I) Utiya Hikmah, M.Si (II) Drs. Abdul Basid, M.Si

Keywords: Crystal Structure Parameters, rGO-TiO₂, Search-match, Bragg's Law, Williamson-Hall, Rietveld

The crystal structure parameters of a material can be determined through XRD analysis. Some of the analytical methods used in this research are Search-match to determine the phase, Rietveld to determine the crystal structure parameters, Williamson-Hall to estimate the value of crystal size and strain, and simple ones such as the Bragg's law to determine the length of the crystal lattice. The results of the analysis are very important because they explain the crystal structure which carries information about the physical properties of a material. In this study, the material tested was rGO-TiO₂ nanocomposite with variations in the addition of microwave radiation time in the synthesis process. The results of the Search-match analysis showed that all samples of the rGO-TiO₂ nanocomposite had an anatase phase, then the results of the *Rietveld* and *Bragg* analysis showed that the crystal structure of the rGO-TiO₂ nanocomposite formed was tetragonal with lattice parameters $a=b\neq c$ and $\alpha=\beta=\gamma=90^{\circ}$, the results of the *Rietveld* analysis for the crystal size value of the rGO-TiO₂ nanocomposite were 41.663254 - 48.279727 nm, and the results of the Williamson-Hall analysis for the crystal size value of the rGO-TiO₂ nanocomposite was 26.1168381 - 30,7429148 nm. There is a difference in crystal size values between the results of the Rietveld analysis and the Williamson-Hall analysis, this is due to the differences in character between the Rietveld method and the Williamson-Hall method.

الملخص

اخالا ،دابيد ليي عيانت.2017. تحليل معلمات التركيب البلوري للمركب النانوي rGO-TiO₂ بالمركب النانوي rGO-TiO₂ باستخدام الطرق العددية (قانون براج وويليامسون هول) وطريقة ريتفيلد (مود). البحث الجامعى. قسم الفيزياء، كلية العلوم والنكنولوجيا في جامعة الإسلامية الحكومية مولانا مالك إبراهيم مالانج. المشرفة: (I) عتية حكمة، الماجستيرة، (II) وعبد الباسط، الماجستير

معلمات الهيكل البلوري ، Search-match, Bragg's Law, Williamson-Hall, Rietveld ,rGO-TiO2 ، معلمات الهيكل

و العديد من الطرق التحليلية XRD يمكن تحديد معلمات التركيب البلوري للمادة من خلال تحليل تعتبر . Bragg و بسيطة مثل معادلة Williamson-Hall و Rietveld و Bradg و الرقمية مثل نتائج التحليل مهمة للغاية لأنها توضح التركيب البلوري الذي يحمل معلومات حول الخصائص مع rGO-TiO2 الفيزيائية للمادة. في هذه الدراسة ، كانت المادة المختبرة عبارة عن مركب نانوي اختلافات في إضافة وقت إشعاع الميكروويف في عملية التوليف. أظهرت نتائج تحليل تطابق البحث و Rietveld في إضافة وقت إشعاع الميكروويف في عملية التوليف. أظهرت نتائج تحليل تطابق البحث و Rietveld ، ثم أظهرت نتائج تحليل *anatase* لها طور rGO-TiO2 أن جميع عينات المركب النانوي النانوي المتكون كان رباعي الزوايا مع معلمات rGO-TiO2 أن التركيب البلوري لمركب هعرية النانوي المتكون كان رباعي الزوايا مع معلمات rGO-TiO2 أن التركيب البلوري لمركب درجة ، كانت نتائج تحليل ريتفيلد لقيمة الحجم البلوري للمركب النانوي $\alpha=9=9=9=0$ و ع الحم البلورة كانت المادة الموت الحجم البلوري للمركب النانوي مركب عرية نومتر. هناك اختلاف في قيم الحجم البلوري المركب النانوي rGO-TiO2 في عليه المركب النانوي نانومتر. هناك اختلاف في قيم الحجم البلوري المركب النانوي مركب عرية مرجع عليك المركور بين نتائج تحليل ريتفيلد اليمة الحجم البلوري والمركب النانوي مرجع عرية و ورجع ذلك إلى الاختلافات في الحجم البلوري المركب النانوي توعر عروب و مركب النانوي و بين نتائج تحليل النانوي المركور النانوي rGO-TiO2 26.1168381 - 30.7429148 المركب النانوي و ورجع ذلك إلى الاختلافات في الالالمالية الالالية الالالية تحليل Williamson-Hall المركب النانوي ، ويرجع ذلك إلى الاختلافات في Williamson-Hall وتحليل Rietveld البلوري بين نتائج تحليل و Williamson-Hall الشخصية بين طريقة Rietveld الشخصية بين طريق

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Dewasa ini perkembangan teknologi sangatlah pesat khususnya teknologi material berukuran nanometer. Teknologi nano merupakan teknologi pada bidang rekayasa material, struktur fungsional, maupun piranti dalam ukuran nanometer. Material berukuran nano memiliki sifat fisika dan kimia yang cukup unggul daripada material yang berukuran mikro (*bulk*) (Budianto, 2015). Salah satu hasil rekayasa material dengan ukuran nanometer yang saat dikategorikan sebagai *smart material* adalah *graphene*. *Graphene* adalah satu lembar *graphite* dalam dua dimensi, dan memiliki sifat elektrik, termal, mekanik, dan optik yang sangat unggul sehingga menjadi sangat menarik untuk dikaji (Aisyah, 2016). *Graphene* yang dihasilkan dari metode sintesis kimiawi (oksidasi, eksfoliasi, elektrokimia) memiliki susunan atom yang masih terdapat gugus OH pada lembar *graphene*, hal tersebut diakibatkan oleh proses oksidasi sehingga dikenal dengan sebutan *reduced graphene oxide* (rGO).

Pembuatan rGO dari biomassa telah 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. Perihal tersebut sesuai dengan ayat Al-Quran dalam surah Al-A'raf ayat 58 yang berbunyi:

وَٱلْبَلَدُ ٱلطَّيِّبُ يَخْرُجُ نَبَاتُهُ بِإِذْنِ رَبِّ^{مِ} وَٱلَّذِى خَبُثَ لَا يَخْرُجُ إِلَّا نَكِدًا ^عَذَٰلِكَ نُصَرِّفُ ٱلْءَايَٰتِ لِقَوْمٍ يَشْكُرُونَ

Artinya: "Dan tanah yang baik, tanaman-tanamannya tumbuh subur dengan seizin Allah; dan tanah yang tidak subur, tanaman-tanamannya hanya tumbuh merana.

Demikianlah Kami mengulangi tanda-tanda kebesaran (Kami) bagi orang-orang yang bersyukur." (QS. Al-A'raf (7): 58).

Semua hal yang berada di bumi dan langit merupakan anugerah dari Allah, tentunya 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 komposisi karbon sebesar 74.62% yang dapat digunakan sebagai bahan dasar pembuatan material reduced Graphene Oxide (rGO). rGO memiliki sifat konduktivitas listrik, termal, optik, dan mekanik yang unggul sehingga sering digunakan sebagai fotokatalis. Umumnya metode yang digunakan untuk proses sintesis rGO antara lain metode modified hummers, chemical exfoliation, elektrokimia, dan reduksi termal. Bahan komposit berdasarkan penggunaan rGO di berbagai bidang seperti perangkat nanoelektronik, katalisis, biomaterial (Loryuenyong, 2013). Nanokomposit berbasis rGO dengan nanopartikel oksida logam seperti TiO₂ telah menunjukkan aplikasi yang potensial karena memiliki sifat fotokatalis yang unggul (Selim et al, 2012).

Pengujian sampel menggunakan difraksi sinar-x (XRD) menghasilkan data berupa sudut difraksi pada kuantitatif intensitas jumlah difraksi dari suatu sampel. Data yang didapatkan dari pengujian XRD berupa intensitas difraksi sinar-x yang terdifraksi sudut difraksi (2θ). Setiap pola difraksi yang muncul dari setiap puncak intensitas difraksi mewakili satu bidang kristal dengan orientasi tertentu (Widyawati, 2012).

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* merupakan suatu metode untuk menganalisis pola difraksi yang puncak-puncaknya saling tumpang tindih. Pola XRD dihitung dari sejumlah besar parameter kristal, 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 instrumen, serta efek yang dihasilkan dari regangan, dan ukuran partikel. 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. *software Refinement* yang digunakan salah satunya adalah MAUD (Luterroti, 2006). *Software* MAUD digunakan untuk menghitung ukuran kristal dari material yang diyakini lebih akurat jika dibandingkan dengan menggunakan *Software Rietica* (Umamah, 2014).

Umumnya, metode yang sering digunakan untuk menghitung ukuran kristal adalah dengan menggunakan persamaan *Scherrer*. Namun untuk mendapatkan hasil perhitungan yang presisi maka diperlukan koreksi nilai FWHM (*full width at half maximum*) oleh efek instrumen. Metode lain yang bisa digunakan adalah Metode *Rietveld* dengan menggunakan bantuan *Software* MAUD (*Material Analysis Using Diffraction*). MAUD merupakan *Software* untuk analisis data XRD yang mana mampu untuk menghitung ukuran kristal dan diyakini memiliki hasil analisis yang lebih akurat jika dibandingkan dengan *Software Rietica* (Indra et al, 2015; Nurhayati et al, 2014; Pratapa et al, 2010).

Metode lain seperti *size-strain plot* (SSP) dan *Williamson-Hall* (W-H) merupakan metode yang lebih realistis untuk menghitung nilai ukuran kristal dan sekaligus memberikan informasi berupa nilai dari regangan kisi kristal (Kumar, 2017). Analisis *Williamson-Hall* adalah metode *integral breadth* sederhana yang mana pelebaran puncak karena ukuran dan regangan didekonvolusikan dengan mempertimbangkan lebar puncak sebagai fungsi 2θ (Khorsand et al, 2011).

Pada penelitian sebelumnya telah dilakukan pembuatan material rGO dari tempurung kelapa menggunakan agen pereduksi *L-ascorbic acid* dengan bantuan paparan gelombang mikro. Karakterisasi material rGO menggunakan XRD dilakakukan sehingga didapatkan data yang menunjukkan terbentuk fasa rGO dengan puncak $2\theta = 23^{\circ}$ dan 43° (Yanti, 2019).

Analisis struktur kristal, parameter kisi, menggunakan *software* MAUD pada nanokomposit rGO-TiO₂ belum pernah dilakukan, hal tersebut yang melatarbelakangi penelitian ini. Sampel yang digunakan adalah nanokomposit rGO-TiO₂ 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 efek pemaparan radiasi gelombang mikro terhadap parameter kisi kristal, ukuran kristal dan struktur kristal dari nanokomposit rGO-TiO₂. Teknik difraksi sinar-x telah memberi informasi kuantitatif tentang struktur kristal suatu material yang dianalisis secara kuantitatif menggunakan *Software* "MAUD". Sementara untuk analisis pembanding parameter kisi digunakan persamaan *Bragg*, untuk ukuran kristal dan regangan kisi digunakan metode *Williamson-Hall* dan untuk menentukan fasa sampel digunakan *Software* QualX.

1.2 Rumusan Masalah

- Bagaimana fasa yang terbentuk pada material rGO-TiO₂ yang dipapari gelombang mikro selama 0 menit, 10 menit, 20 menit, 30 menit, dan 40 menit berdasarkan analisis menggunakan metode *search-match* pada *Software* "QualX"?
- 2) Bagaimana hasil dari perhitungan parameter kisi dan struktur kristal dari material rGO-TiO₂ yang dipapari gelombang mikro selama 0 menit, 10 menit, 20 menit, 30 menit, dan 40 menit berdasarkan analisis dengan metode *Rietveld* menggunakan *Software* "MAUD"?
- 3) Bagaimana hasil dari perhitungan parameter kisi dan struktur kristal dari material rGO-TiO₂ yang dipapari gelombang mikro selama 0 menit, 10 menit, 20 menit, 30 menit, dan 40 menit berdasarkan analisis dengan perhitungan menggunakan persamaan *Bragg*?
- Berapa ukuran kristal dan regangan kisi dari material rGO-TiO₂ yang dipapari gelombang mikro selama 0 menit, 10 menit, 20 menit, 30 menit, dan 40 menit dengan metode *Rietveld* menggunakan *Software* "MAUD"?
- 5) Berapa ukuran kristal dan regangan kisi dari material rGO-TiO₂ yang dipapari gelombang mikro selama 0 menit, 10 menit, 20 menit, 30 menit, dan 40 menit dengan menggunakan metode *Williamson-Hall*?

1.3 Tujuan Penelitian

- Mengetahui bagaimana fasa yang terbentuk pada material rGO-TiO₂ yang dipapari gelombang mikro selama 0 menit, 10 menit, 20 menit, 30 menit, 40 menit berdasarkan analisis menggunakan metode *search-match* pada *Software* "QualX"
- Mengetahui hasil dari parameter kisi dan struktur kristal dari material rGO-TiO₂ yang dipapari gelombang mikro selama 0 menit, 10 menit, 20 menit, 30 menit, 40 menit berdasarkan analisis dengan metode *Rietveld* menggunakan *Software* "MAUD"
- 3) Mengetahui hasil dari perhitungan parameter kisi dan struktur kristal dari material rGO-TiO₂ yang dipapari gelombang mikro selama 0 menit, 10 menit, 20 menit, 30 menit, dan 40 menit berdasarkan analisis dengan perhitungan menggunakan persamaan *Bragg*
- 4) Mengetahui ukuran kristal dan regangan kisi dari material rGO-TiO₂ yang dipapari gelombang mikro selama 0 menit, 10 menit, 20 menit, 30 menit, 40 menit dengan metode *Rietveld* menggunakan *Software* "MAUD"
- 5) Mengetahui ukuran kristal dan regangan kisi dari material rGO-TiO₂ yang dipapari gelombang mikro selama 0 menit, 10 menit, 20 menit, 30 menit, 40 menit dengan menggunakan metode *Williamson-Hall*

1.4 Batasan Masalah

 Data yang digunakan adalah data sampel rGO-TiO₂ yang dipapari gelombang mikro selama 0 menit, 10 menit, 20 menit, 30 menit, dan 40 menit dan tanpa dipapari radiasi dan di uji menggunakan XRD.

- Perhitungan ukuran kristal dan regangan kisi menggunakan metode Williamson-Hall dan Rietveld
- Metode *Refinement* yang digunakan adalah metode *Rietveld* pada *Software* "MAUD" dan metode *search-match* pada *Software* "QualX"

1.5 Manfaat Penelitian

- Mengembangkan hasil analisis dari penelitian sebelumnya dan mengasah keterampilan analisis data hasil uji difraksi sinar-x yang bermanfaat dalam menentukan sifat fisis dan kimia suatu material.
- 2) Memberikan kontribusi berupa hasil analisis kepada peneliti selanjutnya yang bermanfaat sebagai data pembanding maupun rujukan sehingga hasil analisis yang diperoleh peneliti selanjutnya diharapkan lebih akurat.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Graphene

Graphene berasal dari kata *graphite* + *ene* (satu lembar *graphite*), dalam artian *graphene* merupakan satu lapis/lembar atom karbon dengan struktur atom berbentuk heksagonal (Stride & Tuong, 2013). Material *graphene* pertama kali berhasil disintesis pada tahun 2004 oleh Andre K. Geim dan Konstantin Novoselov (Pratiwi, 2016). Dalam penelitiannya, *graphene* dibuat dengan cara mengelupas lapisan kristalin pada *graphite* hingga skala mikrometer dengan menggunakan selotip. Satu lembar *graphite* (*graphene*) teramati menggantung pada substrat silikon oksida dengan menggunakan bantuan mikroskop optik (Geim & Novoselov, 2007).

Keistimewaan *graphene* antara lain mobilitas elektron yang tinggi (200,000 cm² V⁻¹ s⁻¹), luas permukaan spesifik (2630 m² g⁻¹), modulus elastis ~1 TPa, transparansi optik yang baik (97,7%), konduktivitas termal yang sangat baik (5,000 Wm⁻¹ K⁻¹), dan kekuatan sebesar 42 Nm⁻¹, efek *Quantum Hall* pada suhu ruangan. Karena sifat material *graphene* yang sangat luar biasa sehingga pembuatan piranti dengan kualitas terbaik dapat diwujudkan (Brownson, 2014).

2.2 Graphene Oxide

Material *Graphene Oxide* merupakan material berukuran nano berbasis karbon merupakan alternatif dari *graphene* (Stankovich et al, 2006). *Graphene oxide* (GO) merupakan hasil modifikasi sintesis *graphene* secara kimiawi dengan proses exfoliasi dan oksidasi yang disertai dengan modifikasi oksidatif dari bidang basal. Pembuatan *graphene oxide* dapat dilakukan dengan membentuk *graphite* *oxide* terlebih dahulu. Secara sederhana grafit dioksidasi menjadi *graphite oxide*, kemudian lembaran-lembaran *graphite oxide* tersebut terkelupas (*exfoliated*) dalam air sehingga terbentuklah *graphene oxide* (Syakir, 2015).



Gambar 2.1 Gugus fungsi (a) *Graphene*, (b) *Graphene Oxide*, dan (c) *Reduced Graphene Oxide* (Daoliang, 2019)

Reduced Graphene Oxide dengan sifat yang mirip dengan *graphene* diproduksi melalui reduksi GO. Ada dua teknik reduksi dalam pembuatan material *reduced graphene oxide*, yaitu reduksi secara termal dan kimia. Teknik reduksi termal merupakan metode yang memanfaatkan energi termal seperti proses *annealing*, dan teknik reduksi kimia menggunakan bahan kimia sebagai reduktor yaitu dengan menambahkan agen pereduksi kimia. Proses reduksi mengubah ikatan karbon oksigen sp3 menjadi sp2 sehingga dapat meningkatkan kualitas sampel yang dihasilkan.

Reduksi kimia (gugus OH) dari *graphite oxide* merupakan prosedur yang telah ditetapkan untuk pembuatan *graphene* dalam jumlah yang banyak daripada menggunakan metode yang lain (Hummers Jr & Offeman, 1958). Namun dalam penerapannya muncul permasalahan yang mana gugus OH tidak sepenuhnya berhasil tereduksi dengan sempurna.

2.3 Titanium Dioksida

Aktifitas fotokatalis material TiO₂ dipengaruhi oleh beberapa faktor kinerja fotokatalisnya (Chen et al, 2003; Tjahjanto, 2001). Faktor yang cukup mempengaruhi adalah struktur kristalnya (Callister, 2006). Material TiO₂ memiliki tiga jenis fasa, yaitu: (a) *anatase* dengan struktur kristal tetragonal, (b) *rutile* dengan struktur kristal tetragonal, dan (c) *brookite* dengan struktur kristal ortorombik seperti yang diperlihatkan pada Gambar 2.4 dan mayoritas fasa yang terbentuk adalah *rutile* dan *anatase* (Rahman, 2014). Fasa *brookite* jarang sekali terbentuk karena struktur kristalnya tidak stabil dan sulit untuk dipreparasi sehingga sulit diamati (Lestari, 2009). Berdasarkan ukuran dan termodinamika, *anatase* stabil pada ukuran kristal kurang dari 11 nm, *brookite* antara 11 dan 35 nm, dan *rutile* lebih dari 35 nm (Wang et al, 2010).



Gambar 2.2 Struktur Kristal TiO₂ (Stride & Tuong, 2010)

Walaupun memiliki struktur kristal yang sama, fasa *anatase* memiliki aktifitas fotokatalis yang lebih baik daripada fasa *rutile*. Hal ini disebabkan karena fasa *anatase* memiliki luas permukaan yang lebih luas dibandingkan luas permukaan fasa *rutile* sehingga sisi aktif (*defect sites*) per unit fasa *anatase* lebih

besar daripada fasa *rutile* (Sasti, 2011). Hal ini juga bisa dilihat dari energi celah pita fasa *anatase* (3,2 eV) yang lebih besar dibandingkan fasa *rutile* (3,0 eV) dengan nilai potensial reduksi lebih besar, sehingga fasa *anatase* memliki kemampuan untuk lebih reaktif dalam menyerap energi foton (Choi, 2006). Sedangkan fasa *rutile* sering digunakan sebagai material pigmen karena sifat penghamburan sinar yang bagus (Rohman, 2014).

TiO₂ merupakan senyawa ionik yang tersusun dari ion-ion Ti⁺⁴ dan ion-ion O²⁺ yang mempunyai nilai ke-elektronegatifan dalam skala Pauling-nya adalah 1,54 pada atom Ti dan 3,44 pada atom O (Effendy, 2016). Fasa *anatase* dan fasa *rutile* digambarkan dalam bentuk rantai oktahedral TiO₆. Perbedaan struktur kristal antara *anatase* dan *rutile* terletak pada peristiwa distorsi atom dan pola penyusunan rantai oktahedral nya yang mana setiap ion Ti⁺⁴ dikelilingi oleh enam atom O²⁻. Bentuk oktahedral pada fasa *rutile* memperlihatkan sedikit distorsi atom pada struktur kristal heksagonal berpusat-muka (*hexagonal close packed*) dengan ketiga sudut Ti-O-Ti membentuk sudut 120°, sedangkan oktahedral pada fasa *anatase* memperlihatkan distorsi yang cukup besar membentuk struktur kristal kubus berpusat-muka (*cubic close packed*) membentuk dua sudut 90° dan sudut 180°, sehingga relatif tidak simetri (Linsebigler et al, 1995; Ismunandar, 2006; dan Palupi, 2006).

2.4 Difraksi Sinar-X

X-Ray Diffraction (XRD) digunakan untuk analisis senyawa dan komposisi fasa dan juga parameter struktur kristal pada suatu material. Prinsip dasar dari pengujian menggunakan XRD adalah mendifraksikan sinar-x yang melalui celah kristal dari sampel material. Difraksi pada kisi kristal terjadi karena jarak antar atom memiliki radius yang sama dengan panjang gelombang sinar datang, yaitu sekitar 1 Angstrom. Sinar radiasi yang digunakan umumnya berupa radiasi elektron, neutron, dan sinar-x.

Pada saat peristiwa dihamburkannya sinar-x tersebut, terjadi interferensi konstruktif karena fasa gelombangnya yang sama dan ada juga interferensi dekstruktif karena fasa gelombangnya yang berbeda 180°. Interferensi konstruktif berarti berkas difraksi sinar-x yang saling menguatkan sehingga disebut sebagai berkas difraksi. Namun ada beberapa syarat yang harus terpenuhi supaya berkas sinar-x yang terhambur bisa dikatakan berkas difraksi, persyaratan tersebut dirumuskan pada Persamaan Bragg (Taqiyah, 2012).

Difraksi merupakan peristiwa terhamburnya cahaya karena adanya suatu celah/kisi, yang diikuti oleh hamburan ke segala arah yang meyebabkan penguatan dan pelemahan pada kondisi tertentu. Interferensi terjadi pada sinar pantul yang memiliki fasa yang sama sehingga hanya ditemukan pantulan sinar-x tertentu. Difraksi juga terjadi jika ada kesetaraan orde geometris antara lebar kisi dengan panjang gelombang. Hasil dari penguatan hamburan menggambarkan karakter dari penghambur atau gangguan itu sendiri. Difraksi kristal terjadi apabila berkas panjang gelombang mengalami interferensi konstruktif pada suatu material kristal. Pernyataan tersebut dikenal sebagai Persamaan Bragg untuk difraksi kristal yang mana prinsip dasar difraksi merupakan terpenuhi persamaan tersebut yang persamaannya diungkapkan sebagai berikut (Pratapa et al, 2010):

$$\lambda = 2d_{hkl}\sin\theta_{hkl} \tag{2.1}$$



Gambar 2.3 Pola difraksi ideal menurut persamaan Bragg dan pola difraksi terukur sebenarnya (Pratapa et al, 2009).

dengan d_{hkl} adalah jarak antar bidang kristal (hkl) dan θ_{hkl} merupakan sudut difraksi. Teori tersebut menunjukkan posisi puncak Bragg ideal berbentuk fungsi delta yang tidak mempunyai lebar, sedangkan kristal dengan ukuran tertentu menunjukkan puncak-puncak Bragg tertentu dengan lebar puncak tertentu yang ditunjukkan pada gambar 2.3 (Pratapa et al, 2010). Dalam Persamaan Bragg yang mengatakan kondisi geometris ideal pada difraksi menunjukkan bahwa dimensi kristal bisa dikatakan tak terbatas jika dibandingkan dengan jarak antara dua titik pusat difraksi, dan faktor ukuran kristal dapat memperluas puncak Bragg (Le Bail et al, 2008).

2.5 Metode Williamson-Hall

Metode *Williamson-Hall* merupakan metode *integral breadth* sederhana yang mana pelebaran puncak karena regangan dan ukuran terkonvolusi dengan mempertimbangkan lebar puncak sebagai fungsi $2\theta_{hkl}$. Metode *Williamson-Hall*

mengasumsikan bahwa kontribusi pelebaran puncak yang disebabkan oleh spesimen (pelebaran karena regangan dan ukuran) terhadap profil puncak keduanya adalah *Lorentzian*. Pelebaran karena ukuran kristal pada posisi *Bragg* θ_{hkl} mengikuti persamaan *Scherrer* (dengan *K*=0,89) yaitu (Khorsand et al, 2011):

$$\beta = \frac{\lambda}{D\cos\theta i} \tag{2.2}$$

sedangkan regangan diungkapkan dalam persamaan

$$\beta_{\varepsilon} = \frac{\lambda}{D} + 4\varepsilon \sin\theta_i \tag{2.3}$$

Dengan membuat plot $\beta \cos\theta$ pada sumbu y terhadap $4\epsilon \sin\theta$ pada sumbu x, dan dicari nilai dari garis perpotongan terhadap sumbu y, maka nilai dari ukuran kristal dapat ditentukan. Dan nilai gradien merupakan nilai regangan (ϵ) dari hasil plot dua fungsi diatas.

dengan:

- Crystallite size (satuan: nm) dinotasikan dengan symbol (D)
- *FWHM* (*Line broadening at half the maximum intensity*), nilai yang dipakai adalah nilai FWHM setelah dikurangi oleh *instrumental line broadening* (satuan: radian) dinotasikan dengan symbol (β)
- *Bragg's Angle* dinotasikan dengan symbol (θ)
- *X-Ray wavelength* dinotasikan dengan symbol (λ), dalam angstrom
- K Adalah nilai konstanta *Shape Factor* (0.8-1) dinotasikan dengan symbol
 (K)

2.6 Metode *Rietveld*

Metode *Rietveld* diciptakan oleh Hugo *Rietveld* dimana dilakukan pencocokan pola difraksi terukur (data eksperimental) yang diperoleh dari hasil

eksperimen dengan pola difraksi terhitung (data standar) yang didapatkan dari data kristalografi yang sudah valid (*Rietveld*, 1969). Metode ini didasarkan pada metode kuadrat terkecil (*least-squares method*) yang selanjutnya digunakan sebagai dasar algoritma pemograman beberapa *Software* analisis XRD pada material seperti *Rietica*, FullProf, dan Maud (Hunter & Howard, 1997; Luterrotti, 2006).

Persamaan umum yang digunakan dalam komputasi *Rietveld* sebagai berikut (Luterrotti, 2010):

$$Yd_{i} = bkg(d_{i}) + I_{0}\sum_{j=1}^{N_{p}} f_{j}/V_{j}^{2}\sum_{k=1}^{Nr_{j}} L_{k} |F_{k,j}|^{2}S_{k,j}(d_{i} - d_{k,j})P_{k,j}A_{k,j}$$
(2.4)

Dengan bkg() adalah fungsi *Background*, I_0 adalah bagian difraksi dari jumlah intesitas, N_p adalah nomor dari fasa, f_i merupakan fraksi volume dari fasa j, V_j volume unit sel, N_{rj} merupakan nomor refleksi dari fasa j dalam jarak pola yang telah dipertimbangkan, L_k merupakan faktor *Lorentz-Polarization* untuk refleksi k, $F_{k,j}$ merupakan faktor struktur, $S_{k,j}$ merupakan fungsi bentuk puncak dari refleksi k dari fasa j, $d_{k,j}$ merupakan posisi koordinat jarak antar kisi (*d-space*), $P_{k,j}$ merupakan tekstur atau faktor orientasi yang lebih menonjol, dan yang terakhir $A_{k,j}$ merupakan faktor absorbansi (Luterrotti, 2010).

Metode analisis ini memberikan informasi tentang parameter kisi, fasa, struktur kristal, densitas, kristalinitas, dll dari karakter puncak difraksi material. Jika informasi tersebut bisa dijelaskan dari pola difraksi maka efek instrumen bisa dimodelkan dengan benar (Nurhayati et al, 2008). Untuk analisis nanostruktur dengan MAUD, fungsi bentuk puncak yang digunakan adalah pseudo-Voigt (M. Ahtee et al, 1984) dengan pelebaran puncak pada komponen *Gaussian* dan *Lorentzian* dihubungkan dengan sudut hamburan θ sebagai berikut:

$$\beta_G^2 = U \tan^2 \theta + V \tan \theta + W + \frac{P}{\cos^2 \theta}$$
(2.5)

dan

$$\beta_L = \frac{x}{\cos\theta} + Y \tan\theta + Z \tag{2.6}$$

dengan β adalah FWHM (*full-width at half maximum*) dari puncak dan U, V, W, X, Y, dan Z adalah parameter-parameter yang dapat diperhalus (*refinable parameters*) dan L dan G berturut-turut menyatakan *Lorentzian* dan *Gaussian*. Ukuran kristal terbobot volume (DV) diekstrak dari parameter P dan X, sedangkan regangan tak seragam diekstrak dari U dan Y dengan relasi diperluas dari yang sudah ada sebelumnya (Pratapa et al, 2002).

Prinsip dasar dari metode *Rietveld* adalah membuat selisih intensitas terhitung (data standar) dengan intesitas terukur (data eksperimental) 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):

- a. Tidak ada deviasi yang sangat besar (deviasi maksimum) pada setiap titik dalam plot yang berbeda
- b. *Error* seminimal mungkin yang dinyatakan dengan indeks R seperti R_{wp} , R_B , R_P , dan GoF.
- c. 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 posisi dan lebar, tinggi, dan pola puncak difraksi. Hubungan ketiga karakter disebut dengan parameter struktur yang dapat diperhalus dan bahkan diubah.

Karakter	Parameter kristal	Parameter dari instrumen
Posisi puncak	Parameter kisi	kesalahan 2θ
	asimetri	pergeseran spesimen
Tinggi puncak	faktor skala	
	asimetri	
	parameter termal	
	preferred orientation	
	extinction	

Table 2.1 Hubungan karakter puncak difraksi dan parameter-parameter dalam model intensitas difraksi pada analisis *Rietveld*

Lebar dan bentuk	parameter bentuk puncak	
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 (Pratapa, 2009).

2.7 Metode Search-Match

Metode *search-match* merupakan identifikasi fasa menggunakan difraksi sinar-x yang mana data (XRD) eksperimen/eksperimental dikomparasi dengan data (XRD) referensi/standar. Data referensi ini umumnya didapat dari satu atau beberapa *database*.

Kualitas dari data referensi bisa sangat bervariasi, bergantung dara kualitas data tersebut dan proses analisisnya. Umumnya hasil dari analisis menggunakan metode *search-match* yaitu sejumlah daftar fasa yang memiliki kemiripan antara data eksperimen dengan data referensi (Altomare et al, 2015).

Dalam menentukan kualitas kemiripan tersebut, digunakan konsep statistika yaitu *Figure of Merit* (FoM). Dalam konsep tersebut kualitas kemiripan dapat ditentukan dengan mempertimbangkan jumlah dari posisi puncak yang sama, ratarata perbedaan posisi puncak dan rata-rata perbedaan intensitas puncak antara data eksperimen dengan data referensi. Nilai dari FoM didapatkan dari persamaan berikut (Altomare et al, 2015):

$$FoM = \sqrt{\frac{FoM_{db} \cdot (w_{\theta} \cdot FoM_{\theta} + w_{I} \cdot FoM_{I} + w_{ph} \cdot FoM_{ph})}{w_{\theta} + w_{I} + w_{ph}}}$$
(2.7)

Dengan empat kontribusi ketetapan yang berbeda termasuk FoM_{db} , FoM_{θ_s} , FoM_I, dan faktor berat meliputi w₀ w_I, w_{ph}. Dimana FoM₀ adalah kontribusi yang berasal dari 20, perbedaan antara data eksperimental dan data standar yang terkait. FoM_I adalah kontribusi karena perbedaan antara intensitas difraksi data eksperimen dan puncak basis data standar terkait. FoM_{ph} adalah kontribusi karena intensitas puncak data eksperimental terkait dan persentasenya. FoM_{db} adalah kontribusi karena intensitas puncak basis data standar terkait dan persentasenya.

2.8 Kajian integrasi dalam islam

Indonesia merupakan negara agraris yang mempunyai sumber daya alam yang sangat melimpah, salah satu hasil alamnya adalah buah kelapa (*cocos nucifera*) yang pada umumnya isi dari buah kelapa digunakan senagai bahan pangan dan kosmetik, namun bagian tempurung dan serabut kelapa masih minim pemanfaatannya dan menjadi limbah organik sehingga dibutuhkan kajian lanjut untuk mendapatkan informasi pemanfaatannya yang optimal (Budi, 2011). Karena tempurung kelapa adalah salah satu sumber karbon sehingga dapat dimanfaatkan kandungan karbon tersebut dan direkayasa sedemikian rupa menjadi material baru yang memliki manfaat yang sangat banyak. Hal ini sesuai dengan firman Allah QS. Al-Syu'ara[26]: 7

أَوَلَمْ يَرَوْا إِلَى الْأَرْضِ كَمْ أَنْبَتْنَا فِيهَا مِنْ كُلِّ زَوْج كَرِيمٍ

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 material komposit yang memiliki sifat fisis dan kimia yang luar biasa.

Nanokomposit rGO-TiO₂ dikarakterisasi salah satunya melalui uji XRD. Difraksi sinar-x merupakan uji yang digunakan untuk mengetahui informasi kristalografi dari suatu material (Purnama, 2006). Sinar-x merupakan gelombang yang dihasilkan dari tumbukan antara elektron bertegangan tinggi dengan sebuah target (katoda) berupa tembaga, kromium, besi, molibdenum, dan wolfram (Purnama, 2006). Di dalam Al-Qur'an telah dijelaskan bahwa Allah SWT telah menurunkan dan menjadikan cahaya bertingkat-tingkat. Sebagaimana firman Allah SWT:

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 energi atau panjang gelombangnya masing-masing. Difraksi sinar-x merupakan salah satu metode dengan memanfaatkan gelombang berenergi tinggi atau berpanjang gelombang

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Jenis Penelitian

Jenis penelitian yang dilakukan merupakan analisis kualitatif dan kuantitatif data eksperimental dari hasil uji menggunakan XRD pada material nanokomposit rGO-TiO₂. Proses pembuatan sampel nanokomposit rGO-TiO₂ sudah dilakukan pada penelitian sebelumnya oleh Diah Risma Yanti, 2019. Hasil data difraksi sinarx yaitu, rGO yang sudah dipapari gelombang mikro dengan variasi waktu pemaparan 10 menit, 20 menit, 30 menit, 40 menit, dan tanpa dipapari. Kemudian rGO dikompositkan dengan TiO₂ dan masing-masing sampel diberi nama (rGO 10m-TiO₂), (rGO 20m-TiO₂), (rGO 30m-TiO₂), (rGO 40m-TiO₂) dan (rGO TM-TiO₂). Kemudian data karakterisasi menggunakan XRD dianalisis menggunakan metode *search-match* pada *software* QualX, *Williamson-Hall*, Persamaan *Bragg*, dan metode *Rietveld* pada *software* MAUD.

3.2 Sintesis Nanokomposit rGO-TiO₂

Sintesis komposit rGO-TiO₂ yang sudah dilakukan pada penelitian sebelummya yaitu:

- a. Grafit dari tempurung kelapa diproses menjadi GO (*graphene oxide*) menggunakan metode hummers.
- b. GO diproses kembali menjadi rGO dengan metode reduksi kimia dan dipapari gelombang mikro selama 10 menit, 20 menit, 30 menit dan 40 menit.
- c. rGO ditambahkan dengan TTIP menggunakan metode sol-gel untuk mendapatkan komposit rGO-TiO₂.
- d. Komposit rGO-TiO₂ dikarakterisasi menggunakan XRD.

3.3 Diagram Alir

3.3.1 Alur analisis data XRD



Gambar 3.1 Diagram alir analisis data hasil pengujian menggunakan XRD

3.4 Analisis data XRD

Pengujian sampel karbon dari arang tempurung kelapa menggunakan data XRD dilakukan di Laboratorium Teknik Material Metalurgi ITS. Data difraksi sinar-X dari komposit rGO-TiO₂ dengan perbedaan waktu pemaparan radiasi gelombang mikro (rGO 10m-TiO₂), (rGO 20m-TiO₂), (rGO 30m-TiO₂), (rGO 40m-TiO₂) dan (rGO TM-TiO₂). Data XRD dianalisis menggunakan metode *Search*-

Match mengunakan QualX, Rietveld menggunakan software MAUD, Williamson-Hall, dan Persamaan Bragg sederhana.

3.4.1 Pemrosesan data XRD menggunakan software QualX

Langkah pemrosesan data XRD menggunakan metode *Search-Match* pada *software* QualX yaitu:

 Input data XRD nanokomposit rGO-TiO₂ kedalam *software* QualX sebagai *background*. Kemudian ditentukan panjang gelombang yang digunakan saat pengujian XRD.



2. Dilakukan proses "search-match" secara otomatis oleh software QualX.

Yang mana proses tersebut "mencari" data referensi yang "cocok" dengan data eksperimen.

날 QualX - [E	:\BAHAN	KULIAH	SKRIPSI SAYA!!!\XRD komp	osit\rGO 40 TiC)2\rGO40 TiO2.xy]
File View	Pattern	Search	Help		
🗅 🦢 🛃	其 🐝	Se	arch-Match		2 🗠 🛆 🗼 🕂
		Se	arch-Match Options		
-		Ac	cept selected phase		
1		Re	move selected phase(s)	Del	
800-		Sh	ow card of selected phase		
-		M	odify scale		
		Ch	nange colour		
> 600-		Fir	nd in the results list	Ctrl+F	
sust		So	rt phases	>	

3. Didapatkan hasil berupa data standar yang memiliki kesamaan pola difraksi dengan data eksperimen (secara teknik memiliki posisi puncak yang sama pada pola difraksi) dengan parameter berupa kualitas kecocokan yaitu nilai FoM (*Figure of Merits*).

3.4.2 *Refinement* data XRD menggunakan metode *Rietveld* pada *software* MAUD

Langkah *Refinement* data XRD menggunakan metode *Rietveld* dengan *software* MAUD sebagai berikut:

 Input data eksperimental dan standar kedalam *software* MAUD. Data eksperimental digunakan sebagai *background* dalam proses penghalusan, dan data standar merupakan *datafile* berformat CIF dengan COD ID*1530151 (TiO₂-*anatase*).

•	Maud	- default.par				ا 🌑	Maud	- default.pa	ır				
File	Edit	Analysis Graphic Spe	cial Inter	face	Help	File	Edit	Analysis	Graphic	Special In	terface	Help	
i 🎦		Add new object	Ctrl+A	-5	I 🗙 I	· 🎦		Add new o	object	Ctrl+A	-5	🗙	
Data		Load object from CIF	Ctrl+D			Data		Load obje	ct from C	IF Ctrl+D			
Data		Save object to database	Ctrl+K					Save obje	ct to data	ouse Ctrl+K			
		Delete object	Ctrl+Z					Delete obj	ject	Ctrl+Z	_		
		Edit object	Ctrl+E					Edit objec	t	Ctrl+E			
		Duplicate object						Duplicate	object				

2. Dimulai proses analisis Rietveld, dipilih menu "Wizard"

💽 Maud - RGO-TIO2 TM						
File Ed	it	Analysis	Graphic	Specia	al Inte	
· 🎦 🖁	3	Ор	tions			
Datasets	F	Wizard Ctrl+W				
rGO-TiO2	TIV	Par	trl+L			
		Co	mpute spe	ectra C	trl+M	
	-	Ref	fine	C	trl+R	
		Re	sults			
Start	r t.i	Pre	ferences			

3. Dilakukan proses Penghalusan (*Refinement*) terhadap *background*, berupa parameter-parameter seperti tekstur, regangan, struktur kristal, dan fasa, secara berurutan (Pratapa, 2004).

💽 Refinement wizard	- 🗆 X				
Refine parameters	Complete analysis				
Background and scale parameters Custom Previous + basic phase parameters Custom Previous + microstructure parameters Custom Previous + crystal structure parameters Custom All parameters for texture Custom Crystal+Texture parameters Custom Crystal+Strain analysis Custom Strain+Texture parameters Custom Crystal+Texture parameters Custom Strain+Texture parameters Custom Crystal+Texture parameters Custom Crystal+Texture parameters Custom Crystal+Texture parameters Custom Crystal+Texture parameters Custom	 Quantitative analysis Crystal structure analysis Texture analysis Crystal +Texture analysis Strain analysis Crystal +Strain analysis Strain +Texture analysis Crystal +Texture +Strain analysis INEL PSD calibration 				
Go! Set parameters 谷 Cancel 📝					

- Analisis penghalusan *Rietveld* dikatakan selesai apabila nilai parameter Rwp < 20 dan sig < 3.
- Setelah dilakukan proses penghalusan menggunakan software MAUD lalu didapatkan nilai ukuran kristal dan nilai regangan kisi yang dapat dilihat secara langsung dari hasil keluaran MAUD (*output, analysis, result*) (Pratapa, 2004).

3.4.3 Menghitung jarak antar kisi dan panjang kisi kristal menggunakan persamaan *Bragg*

Nilai dari jarak antar kisi (d) dan panjang kisi kristal (a, b, dan c) dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan *Bragg*. Persamaan yang digunakan untuk menentukan jarak antar kisi yaitu:

$$\lambda = d.\sin\theta \tag{3.1}$$

$$d = \frac{\lambda}{\sin\theta} \tag{3.2}$$

Dan persamaan yang digunakan untuk menentukan panjang kisi kristal (sistem Tetragonal) yaitu:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{1}{\frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}}$$
(3.3)

3.4.4 Menghitung ukuran kristal menggunakan metode Williamson-Hall

Pengujian menggunakan XRD dilakukan untuk mengetahui ukuran kristal dari komposit rGO-TiO₂. Besarnya ukuran kristal dapat dihitung menggunakan metode *Williamson-Hall*, yaitu:

$$\beta\cos\theta = \frac{\kappa\lambda}{D} + 4\varepsilon\sin\theta \tag{3.4}$$

Penentuan ukuran kristal menggunakan metode Williamson-Hall:

- Plotting grafik data XRD untuk masing-masing nanokomposit rGO-TiO₂ menggunakan Origin Pro 8.5.
- Menentukan puncak masing-masing sampel pada posisi 2θ dan dianalisis menggunakan pendekatan persamaan Gauss untuk menentukan nilai FWHM (*Full Width at Half Maximum*).
- 3. Ukuran kristal dihitung menggunakan metode *Williamson-Hall* seperti persamaan 3.1.
- 4. Dengan membuat plot β cos θ terhadap 4ε tan θ, maka ukuran kristal dapat diperoleh dari nilai perpotongan (*intercept*) terhadap sumbu vertikal. Gradien dari garis merupakan nilai regangan maksimum (ε).

3.5 Rencana Analisis Data

3.5.1 Identifikasi fasa menggunakan software QualX

Pengolahan data hasil pengujian menggunakan XRD pada *software* QualX dilakukan untuk mengetahui fasa dominan dari suatu sampel, metode yang digunakan adalah *Search-Match* dengan prinsip mencocokkan posisi puncak difraksi antara data eksperimen dengan data standar (referensi) yang telah tersedia pada *database* dari *software*. Parameter yang digunakan untuk menunjukkan kualitas kecocokan adalah nilai FoM (*Figure of Merit*).

Sampel	Fasa dominan	FoM
rGO TM-TiO ₂		
rGO 10m-TiO ₂		
rGO 20m-TiO ₂		
rGO 30m-11O ₂		
rGO 40m-TiO ₂		

Tabel 3.1 Data hasil analisis metode *Search-Match*

3.5.2 Estimasi parameter kisi menggunakan persamaan Bragg

Dalam menentukan parameter kisi menggunakan persamaan *Bragg*, maka harus diketahui terlebih dulu fasa (sistem kristal dominan) dan indeks miller-nya, untuk mengetahuinya dilakukan analisis *Search-Match* dalam identifikasinya. sehingga dapat dilakukan perhitungan untuk panjang kisi kristal dominan dari sampel.

Sampel	20°	d-spacing	[h k l]	kisi a=b	kisi c
		(Å)		(Å)	(Å)
rGO TM-TiO ₂					
rGO 10m-TiO ₂					
rGO 20m-TiO ₂					
rGO 30m-TiO ₂					
rGO 40m-TiO ₂					

Tabel 3.2 Data hasil perhitungan menggunakan persamaan *Bragg*

3.5.3 Estimasi parameter kisi, ukuran kristal dan regangan kisi menggunakan *software* MAUD

Pengolahan data hasil pengujian menggunakan XRD pada *software* MAUD untuk mengetahui nilai dari ukuran kristal dan regangan kisi dari sampel. Dan nilai Rwp dibawah 20% mengindikasikan keberhasilan hasil *Refinement*.

	rGO-TiO ₂			
Paramete	Parameter			
Rwp				
Sig				
Parameters kisi (Angstrom)				
Ukuran Kristal (nm)				
Regangan Kisi (nm)				

Tabel 3.3 Data hasil analisis menggunakan software MAUD

3.5.4 Estimasi ukuran kristal menggunakan metode *Williamson-Hall*

Pengolahan data XRD menggunakan *software* Origin Pro 8.5 untuk mengetahui nilai puncak dan FWHM. Kemudian dari data tersebut digunakan untuk mengetahui ukuran kristal dengan metode *Williamson-Hall*:

Table 3.4 Data Hasil estimasi ukuran kristal dan regangan kisi menggunakan metode *Williamson-Hall*

Sampel	βcosθ (rad)	4sinθ (rad)	D (nm)	Ε
rGO TM –TiO ₂				
rGO 10m –TiO ₂				
rGO 20m –TiO ₂				
rGO 30m – TiO ₂				
rGO 40m – TiO ₂				

3.5.5 Menentukan pengaruh penambahan waktu pemaparan gelombang mikro terhadap ukuran kristal dan regangan kisi

Data hasil analisis menggunakan metode Williamson-Hall, dan Rietveld, dari setiap perlakuan waktu paparan gelombang mikro dari sampel akan dilakukan analisis korelasi. Dengan demikian maka pengaruh dari waktu pemaparan gelombang mikro terhadap ukuran kristal dan regangan kisi pada setiap sampel dapat diketahui dalam bentuk grafik linear.

Metode Sampel Williamson-Hall Rietveld rGO TM-TiO₂ rGO 10m-TiO₂ rGO 20m-TiO₂ rGO 30m-TiO₂

Tabel 3.5 Data hasil perhitungan ukuran kristal (nm)

rGO 40m-TiO₂

3.4.6 Menentukan pengaruh penambahan waktu pemaparan gelombang mikro terhadap panjang kisi kristal

Data hasil analisis menggunakan metode persamaan Bragg, dan Rietveld, dari setiap perlakuan waktu paparan gelombang mikro dari sampel akan dilakukan analisis korelasi. Dengan demikian maka pengaruh dari waktu pemaparan gelombang mikro terhadap panjang kisi kristal pada setiap sampel dapat diketahui dalam bentuk grafik linear.

		Me	etode	
Sampel	Persama	an Bragg	Riet	veld
	Kisi a=b	Kisi c	Kisi a=b	Kisi c
rGO TM-TiO ₂				
rGO 10m-TiO ₂				
rGO 20m-TiO ₂				
rGO 30m-TiO ₂				
rGO 40m-TiO ₂				

Tabel 3.6 Data hasil perhitungan panjang kisi (Å)

Kemudian data dari tabel akan di plot dalam grafik untuk dapat diketahui korelasi antara data perhitungan dengan sampel, dan perbedaan antara kedua metode tersebut dalam grafik linear.



Gambar 3.2 Grafik korelasi dan perbandingan data dengan sampel

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Data hasil penelitian

Jenis penelitian ini adalah analisis kualitatif dan kuantitatif data eksperimental dari hasil karakterisasi menggunakan XRD yang telah dilakukan oleh Yanti pada tahun 2019. Sampel tersebut dinamakan nanokomposit rGO-TiO₂ yang mana pada proses reduksi kimia dan pemaparan gelombang mikro pada material rGO diberikan variasi perlakuan berupa lama waktu pemaparan gelombang mikro. Sehingga data yang dihasilkan yaitu rGO-TiO₂ untuk tanpa pemaparan, rGO 10m-TiO₂ untuk waktu pemaparan 10 menit, rGO 20m-TiO₂ untuk waktu pemaparan 20 menit, rGO 30m-TiO₂ untuk waktu pemaparan 30 menit, dan rGO 40m-TiO₂ untuk waktu pemaparan 40 menit.

Analisis dilakukan dengan menggunakan 4 metode, yang pertama menggunakan metode *Search-Match* dengan bantuan *software* QualX untuk mengetahui fasa, indeks Miller, dan jarak antar kisi dari sampel. Yang kedua menggunakan persamaan *Bragg* untuk menghitung Panjang kisi kristal dan jarak antar kisi kristal, Yang ketiga menggunakan metode *Rietveld* dengan bantuan *software* MAUD (*Material Analysis Using Diffraction*) untuk mengetahui parameter struktur kristal yang meliputi ukuran kristal, regangan kisi, struktur kristal, indeks miller, fasa, struktur kisi kristal, panjang kisi kristal, dan jarak antar kisi dari sampel. dan Yang terakhir yaitu menggunakan metode *Williamson-Hall* dengan bantuan *software* OriginPro versi 8.5 untuk mengetahui ukuran kristal dan regangan kisi dari sampel.

Dari hasil analisis menggunakan ketiga metode tersebut akan diketahui pengaruh dari setiap variasi pemaparan gelombang mikro terhadap karakter sampel dan perbandingan hasil dari setiap metode. Penarikan kesimpulan dari pengaruh lama waktu pemaparan gelombang mikro terhadap sampel akan digunakan hubungan linear pada seluruh sampel tersebut, dan kajian literatur dalam perbandingan metodenya.

4.1.1 Pembuatan nanokomposit rGO-TiO₂

Pembuatan rGO dari tempurung kelapa dilakukan melalui beberapa tahap yaitu preparasi sampel, sintesis GO, dan dilanjutkan dengan sintesis rGO. Sintesis sampel rGO dilakukan dengan menggunakan pengembangan dari metode Hummer's yang merupakan gabungan antara metode Chemical Exfoliation dan metode reduksi kimia. Sintesis GO yang dilakukan dengan mengoksidasi serbuk arang tempurung kelapa menggunakan Phosporic acid (H₃PO₄), Sulfuric acid (H₂SO₄) dan Potassium permanganate VII (KMnO₄). Sintesis rGO yang dilakukan dengan mereduksi GO. Terdapat beberapa agen pereduksi yang dapat digunakan seperti: Hydrazine (H₂N₄) dan L-Ascorbic acid (LAA). H₂N₄ merupakan senyawa yang sangat beracun dan berbahaya karena sifatnya yang tidak stabil. Sehingga, dalam penelitian ini digunakan LAA sebagai agen pereduksinya. LAA merupakan senyawa antioksidan yang bersifat ramah lingkungan dan tidak beracun. Pada tahap ini juga dilakukan pemaparan gelombang ultasonik dan variasi lama waktu pemaparan gelombang mikro. Gelombang mikro yang menimbulkan efek panas terhadap sampel sebagai salah satu metode untuk mempercepat proses reduksi. Pemaparan gelombang mikro ini menghasilkan efek yang berbeda dari pada pemanasan menggunakan oven

atau *furnace*, karena efek pemanasan langsung terpusat pada inti sampel dan menjalar keluar sampel sedangkan pemanasan menggunakan oven atau *furnace* masih menggunakan prinsip penghantaran panas secara konduksi (dari luar sampel menuju dalam sampel).

Sintesis nanokomposit rGO-TiO₂ yang dilakukan dengan melarutkan *Titanium tetraisopropoxide* (TTIP) dengan *Isopropanol* dan aquades. Senyawasenyawa tersebut merupakan senyawa yang digunakan untuk membuat TiO₂. Kemudian rGO hasil sintesis dikompositkan dengan TiO₂ menggunakan metode sol-gel. Hasil yang berupa nanokomposit rGO-TiO₂ kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*) (Yanti, 2019).

4.1.2 Difraktogram nanokomposit rGO-TiO₂

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



Gambar 4.1 Difraktogram nanokomposit rGO-TiO₂ setiap variasi lama waktu pemaparan gelombang mikro

Dari gambar 4.1 dapat dilihat bahwasanya pemberian perlakuan variasi lama waktu pemaparan gelombang mikro mempengaruhi intensitas puncak pola difraksi. Intensitas pada puncak pola difraksi mengindikasikan adanya kristal pada sampel, dengan semakin tingginya intensitas pada puncak pola difraksi maka semakin baik kristalinitas pada sampel. Gambar 4.1 menunjukkan sampel "rGO TM-TiO₂" memiliki intensitas puncak pola difraksi tertinggi, diikuti sampel "rGO 40m-TiO₂", "rGO 10m-TiO₂", "rGO 20m-TiO₂", dan yang terakhir "rGO 30m-TiO₂".

Perlu diperhatikan bahwasannya puncak difraksi dari rGO terdapat pada 24.5° tertutupi atau tumpang tindih (*over-lapping*) dengan puncak utama fasa anatas TiO₂ pada 25.3° (Xu, et al, 2010), dan tidak dapat diketahui secara jelas perbedaan jumlah dari kedua fasa tersebut karena memiliki posisi puncak yang sama. Sehingga cukup sulit untuk mengetahui kuantitas dari kedua fasa tersebut, Pemecahan masalah secara kuantitas tidak dapat terpenuhi karena masih belum terdapat data kristalografi untuk rGO murni. Disisi lain, fasa rGO tidak terlihat pada difraktografi sehingga diasumsikan fasa dominan adalah TiO₂.

4.1.3 Fasa sampel berdasarkan analisis Search-Match

Metode analisis *Search-Match* merupakan analisis data hasil pengujian menggunakan XRD pada fasa material secara kualitatif yaitu dengan mencocokkan antara data eksperimen dengan data referensi. Kemudian hasil analisis ditunjukkan dengan data referensi terpilih dengan indikasi kecocokan tertinggi berupa nilai *Figure of Merit* (FoM).

Ketika nilai FoM semakin mendekati 1, maka dapat dikatakan data eksperimen memiliki kecocokan dengan data referensi. Dalam arti lain, informasi fisis dari data eksperimen dapat disimpulkan dari data referensi yang mampu dipertanggungjawabkan kebenarannya.

Sampel	ICDD Number	Fasa	FoM
rGO TM-TiO ₂	00-900-8214	Anatas, TiO ₂	0,91182
rGO 10m-TiO ₂	00-900-8214	Anatas, TiO ₂	0,90323
rGO 20m-TiO ₂	00-900-8214	Anatas, TiO ₂	0,82134
rGO 30m-TiO ₂	00-900-8214	Anatas, TiO ₂	0,79285
rGO 40m-TiO ₂	00-900-8214	Anatas, TiO ₂	0,921295

Tabel 4.1 data hasil analisis menggunakan metode Searh-Match

Diduga kehadiran impuritas berupa rGO dalam nanokomposit juga mempengaruhi nilai FoM, karena pola difraksi pada setiap sampel menunjukkan hasil berupa fasa tunggal yaitu anatas, namun terdapat pergeseran posisi puncak 20 pada setiap sampel eksperimen yang mengindikasi adanya impuritas rGO dalam material nanokomposit yang menghasilkan regangan kisi. Sehingga posisi puncak pola difraksi antara data eksperimen dengan data referensi memiliki selisih.

4.1.4 Jarak antar kisi dan panjang kisi kristal sampel berdasarkan persamaan *Bragg*

Nilai indeks Miller [h k l] didapatkan dari hasil metode *Search-Match* dengan menggunakan *software* "QualX". Dari hasil analisis didapatkan bahwasanya sampel rGO TM-TiO₂, rGO 10m-TiO₂, rGO 20m-TiO₂, rGO 30m-

TiO₂, dan rGO 40-TiO₂, memiliki kemiripan dengan data standar yaitu (JCPDS, PDF kode 00-900-8214 'Anatase TiO₂). Sehingga hasil dari perhitungan menggunakan persamaan 3.2 dan persamaan 3.3 sebagai berikut:

Sampel	20°	d-spacing	[h k l]	kisi a=b	kisi c
		(Å)		(Å)	(Å)
rGO TM-TiO ₂	37,67889	2,38544023	[0 0 4]	3,79131	9,54173
	47,95171	1,89564885	[2 0 0]		
rGO 10m-TiO ₂	37,71017	2,3835334	[0 0 4]	3,79117	9,53413
	47,95348	1,89558301	[2 0 0]		
rGO 20m-TiO ₂	37,62992	2,38843192	[0 0 4]	3,79451	9,55373
	47,90861	1,89725356	[2 0 0]		
rGO 30m-TiO ₂	37,5535	2,39311651	[0 0 4]	3,80133	9,57247
	47,81731	1,90066274	[2 0 0]		
rGO 40m-TiO ₂	37,58839	2,39097532	[0 0 4]	3,79697	9,5639
	47,87553	1,89848722	[2 0 0]	,	

Tabel 4.2 Nilai jarak antar kisi dan panjang kisi kristal

4.1.5 Parameter struktur kristal sampel berdasarkan analisis Rietveld

Metode *Rietveld* merupakan metode yang berbasis pada metode kuadrat terkecil (*least-squares method*) yang selanjutnya digunakan sebagai dasar algoritma beberapa *Software* analisis material seperti Rietica (Hunter & Howard, 1997) dan MAUD (Luterotti, 2006). Penghalusan *Rietveld* meliputi parameter polinomial *background* dan *sample displacement* sebagai parameter global, profil puncak (*U*, *V*, *W* dan *gamma0*), faktor skala, parameter kisi, posisi atom,



Gambar 4.2 Hasil penghalusan MAUD untuk sampel rGO TM-TiO₂. Nilai sig/GoF = 0.933709 dan Rwp = 14.662345%



Gambar 4.3 Hasil penghalusan MAUD untuk sampel rGO 10m-TiO₂. Nilai sig/GoF = 0,8670621 dan Rwp = 15,974423%



Gambar 4.4 Hasil penghalusan MAUD untuk sampel rGO 20m-TiO₂. Nilai sig/GoF = 0,9223101, dan Rwp = 17,307743%



Gambar 4.5 Hasil penghalusan MAUD untuk sampel rGO 30m-TiO₂. Nilai sig/GoF = 0,88517034, dan Rwp = 18,46672%



Gambar 4.6 Hasil penghalusan MAUD untuk sampel rGO 40m-TiO₂. Nilai sig/GoF = 0,93285227, dan Rwp = 16,462307%

Gambar 4.7, 4.8, 4.9, 4.10, dan 4.11 menampilkan bahwasannya seluruh sampel terdiri dari fasa tunggal yaitu anatas. Gambar tersebut juga menunjukkan hasil pencocokan antara kurva difraksi data eksperimental/eksperimen yang ditampilkan dengan titik-titik berwarna hitam dengan kurva difraksi data standar/referensi (cif.1530151) yang ditampilkan dengan garis berwarna merah. Adapun garis-garis tegak berwarna hitam merupakan posisi puncak *Bragg*.

Analisis *Rietveld* yang telah dilakukan terhadap pola difraksi terukur diindikasikan berhasil ditunjukkan oleh nilai *Figures of Merit* (FoM). Merujuk pada peneliti sebelumnya, semua indikator FoM dapat diterima ketika *goodnessof-fit* (GoF)/sig menunjukkan angka kurang dari 4 dan Rwp kurang dari 20% (Kisi, 1994; Pratapa, 2007). Dari proses *refinement* yang telah berhasil dilakukan dapat diketahui beberapa informasi karakter fisis dari sampel uji seperti ukuran kristal rata-rata, regangan kisi, indeks Miller, dan panjang kisi. Dari parameter diatas maka dapat ditentukan struktur kristal dominan pada sampel.

Sampel	D (nm)	ε (10 ⁻³)
rGO TM-TiO ₂	43,809778 ± 0,4478957	1,0824
rGO 10m-TiO ₂	45,269434 ± 0,5406314	1,2133
rGO 20m-TiO ₂	48,279727 ± 0,6277918	1,0462
rGO 30m-TiO ₂	44,988782 ± 0,6324026	0,786
rGO 40m-TiO ₂	41,663254 ± 0,4227283	1,0533

Tabel 4.3 Nilai ukuran kristal rata-rata (D) dan regangan kisi (ε) hasil *refinement* menggunakan *software* MAUD

Tabel 4.4 Nilai panjang kisi a=b dan c hasil *refinement* menggunakan *software* MAUD

Sampel	Kisi a=b (Å)	Kisi c (Å)
rGO TM-TiO ₂	3,777136	9,496502
rGO 10m-TiO ₂	3,7864006	9,515013
rGO 20m-TiO ₂	3,7856274	9,519253
rGO 30m-TiO ₂	3,7836409	9,5090885
rGO 40m-TiO ₂	3,7799482	9,50328

Jika ditinjau dari pengaruh penambahan waktu radiasi gelombang mikro terhadap intensitas difraksi dan nilai Rwp, terdapat hubungan linear diantara keduanya, bisa dilihat pada gambar 4.2 hingga 4.6 bahwasannya penambahan waktu radiasi gelombang mikro membuat intesitas difraksi semakin kecil dimana semakin besar nilai Rwp yang berarti mengurangi kualitas kecocokan antara data standar dengan data eksperimen, dengan sampel rGO 30m-TiO₂ memiliki intensitas difraksi terkecil dan nilai Rwp tertinggi mencapai 18,46672%. Walapun terdapat perbedaan yang tidak signifikan dari seluruh sampel yang diakibatkan oleh penambahan waktu variasi radiasi gelombang mikro, Ke-lima sampel tersebut memiliki indeks Miller [hkl] yang sama persis yaitu [101], [103], [004], [112], [200], [105], [211], [204], [116] pada setiap puncak-puncaknya. Indeks miller tersebut menggambarkan struktur kristal tetragonal pada fasa anatas dengan panjang kisi a = 3,78 Å, dan c = 9,51 Å (Khitrova., et al, 1977). Dari parameter tersebut maka dapat digambarkan struktur kristal sampel menggunakan *Software* Vesta.



Gambar 4.7 Struktur kristal tetragonal pada fasa anatas

4.1.6 Nilai ukuran kristal dan regangan kisi sampel berdasarkan analisis Williamson-Hall

Dengan menggunakan persamaan 2.3 ukuran rata-rata kristal dan regangan kisi dari sampel dapat ditentukan. Namun sebelum penggunaan persamaan tersebut untuk pengukuran, harus diketahui terlebih dahulu nilai dari setiap variabel dalam persamaan tersebut.

Dalam menentukan nilai dari setiap variabel pada persamaan 2.3, dilakukan *plotting* data hasil pengujian menggunakan XRD pada *software* OriginPro versi 8.5. kemudian dilakukan proses *fitting* pada setiap pola puncak difraksi pada setiap sampel dengan menggunakan pendekatan *Gauss* sehingga didapakan nilai β atau disebut FWHM (*Full Width Half Maximum*). Setelah didapatkan nilai β , maka nilai dari setiap variabel pada persamaan 2.3 bisa ditentukan.

Kemudian dilakukan *plotting* hubungan antara 4sin θ and β cos θ dengan pendekatan *Least Squares Fit to straight line* atau regresi linier. Dengan demikian diperoleh persamaan linear y=y0+mx, Sehingga didapatkan pada gambar grafik berikut nilai perpotongan (y0) dan gradien (m) untuk setiap sampelnya. Sehingga ukuran kristal (D) dapat ditentukan menggunakan persamaan $D = \frac{K\lambda}{y0}$; dengan K = 0.89 dan λ = 0,15406 nm, dan regangan kisi (ϵ) merupakan nilai dari gradien (m).

4.1.6.1 rGO TM-TiO₂

				Ukuran	Regangan
No	Puncak 20 (°)	4sinθ	βcosθ	Kristal	Kisi
				D (nm)	3
1	25,17352	0,8716709	0,0054014		
2	37,67901	1,2916733	0.0057057		
3	38,43718	1,3166922	0,0056802		
4	47,95154	1,6254011	0,0060546	30,7429148	0,001
5	53,80567	1,8099153	0,0062483		
6	54,98632	1,8465709	0,0064473		
7	62,60225	2,0781436	0,0065122		
8	68,70641	2,2571717	0,0067074		

Tabel 4.5 Nilai variabel persamaan 2.3 untuk sampel rGO TM-TiO₂



Gambar 4.8 Grafik regresi antara 4sin θ and $\beta cos \theta$ untuk sampel rGO TM-TiO_2

Tabel 4.6 Nilai variabel persamaan 2.3 untuk sampel rGO 10m-TiO2

No	$\mathbf{D} = \mathbf{D} = $	1 aim 0	React	Ukuran	Regangan
INO	Puncak 20 ()	48100	pcoso	Kristal	Kisi
				D (nm)	3
1	25,18932	0,8722091	0,0056873		
2	38,46603	1,317643	0,006212		
3	47,95348	1,625463	0,006377	28,98803383	0,00105
4	62,62122	2,0787093	0,0069936		
5	68,7204	2,2575748	0,0070564		



Gambar 4.9 Grafik regresi antara 4sin θ and β cos θ untuk sampel rGO 10m-TiO₂

4.1.6.3 rGO 20m-TiO₂

Tabel 4.7 Nilai variabel persamaan 2.3 untuk sampel rGO 20m-TiO2

N.	D	4	0	Ukuran	Regangan
INO	Puncak $2\theta()$	4sin 0	bcose	Kristal	Kisi
				D (nm)	3
1	25,13189	0,8702526	0,0055598		
2	37,62992	1,2900514	0,0058211		
3	47,90861	1,6240317	0,0060503		
4	53,74765	1,808109	0,0062031	27,58820926	0,00068
5	54,93289	1,8449162	0,0062726		
6	62,54747	2,0765095	0,0064311		
7	68,62579	2,2548478	0,0064255		



Gambar 4.10 Grafik regresi antara 4sin θ and β cos θ untuk sampel rGO 20m-TiO₂

4.1.6.4 rGO 30m-TiO₂

Tabel 4.8 Nilai variabel persamaan 2.3 untuk sampel rGO 30m-TiO2

NT-	D1	4	0	Ukuran	Regangan
NO	Puncak 2θ ()	4sin 0	bcose	Kristal	Kisi
				D (nm)	3
1	25,02552	0,8666281	0,0055659		
2	37,5535	1,2875261	0,0059151		
3	53,68408	1,8061294	0,006566	29,42347639	0,00102
4	54,8432	1,8421378	0,006341		
5	62,46726	2,0741159	0,0067388		



Gambar 4.11 Grafik regresi antara $4\sin\theta$ and $\beta\cos\theta$ untuk sampel rGO 30m-TiO₂

4.1.6.5 rGO 40m-TiO₂

Tabel 4.9 Nilai variabel persamaan 2.3 untuk sampel rGO 40m-TiO2

N.	Dec. 41-20 (%)	4.5.0	0 0	Ukuran	Regangan
NO	Puncak $2\Theta(3)$	4sin 0	BCOSA	Kristal	Kisi
				D (nm)	3
1	25,05026	0,8674712	0,0057438		
2	37,58839	1,2886791	0,0062355		
3	47,87553	1,6229764	0,0065167		
4	53,72757	1,8074838	0,0064305	26,1168381	0,00072
5	54,90668	1,8441044	0,0065484		
6	62,52934	2,0759685	0,0067904		
7	68,61092	2,2544191	0,0068508		



Gambar 4.12 Grafik regresi antara $4sin\theta$ and $\beta cos\theta$ untuk sampel rGO 40m- TiO_2

Maka dapat disimpulkan hasil perhitungan ukuran kristal rata-rata (D) dan regangan kisi (ε) dari setiap sampel menggunakan metode *Williamson-Hall* sebagai berikut:

No	Sampel	D (nm)	ε (10 ⁻³)
1	rGO TM-TiO ₂	30,7429148	1
2	rGO 10m-TiO ₂	28,98803383	1,05
3	rGO 20m-TiO ₂	27,58820926	0,68
4	rGO 30m-TiO ₂	29,42347639	1,02
5	rGO 40m-TiO ₂	26,1168381	0,72

Tabel 4.10 Ukuran kristal rata-rata (D) dan regangan kisi (ε)

4.2 Pembahasan

Tahap pertama dalam analisis data hasil pengujian XRD pada riset ini adalah menggunakan metode *Search-Match* yang bertujuan untuk mengetahui fasa

dominan pada sampel, sehingga analisis lanjutan dapat merujuk pada hasil analisis *Search-Match* tersebut. Dapat dilihat dari tabel 4.1, sampel rGO TM-TiO₂ memiliki nilai FoM terbesar mencapai 0,98182, diikuti dengan rGO 40m-TiO₂ dengan nilai FoM sebesar 0,921295, rGO 10m-TiO₂ dengan nilai FoM sebesar 0,90323, rGO 20m-TiO₂ dengan nilai FoM sebesar 0,82134, dan yang terakhir rGO 30m-TiO₂ dengan nilai FoM sebesar 0,79285. Dimana ketika nilai FoM semakin mendekati 1, maka dapat dikatakan data eksperimen memiliki kecocokan dengan data referensi. Dan hasil analisis *Search-Match* menunjukkan fasa dominan yang terdapat pada seluruh sampel rGO-TiO₂ adalah anatas TiO₂ dengan kode material (ICDD 00-900-8214).

Hasil tersebut dapat digunakan sebagai rujukan dalam analisis berikutnya yaitu dengan menggunakan persamaan *Bragg* dan metode *Rietveld* untuk mengetahui parameter kisi dan struktur kristal dari sampel. Hasil dari analisis persamaan *Bragg* menunjukkan bahwasannya nilai panjang kisi a=b=3,777136 dan c=9,496502 untuk sampel rGO TM-TiO₂, a=b=3,7864 dan c=9,515013 untuk sampel rGO 10m-TiO₂, a=b=3,7856274 dan c=9,519253 untuk sampel rGO 20m-TiO₂, a=b=3,7836409 dan c=9,5090885 untuk sampel rGO 30m-TiO₂, a=b=3,777136 dan c=9,496502 untuk sampel rGO 40m-TiO₂. Hasil dari analisis *Rietveld* menunjukkan bahwasannya nilai panjang kisi a=b=3,79131 dan c=9,54173 untuk sampel rGO TM-TiO₂, a=b=3,79117 dan c=9,53413 untuk sampel rGO 10m-TiO₂, a=b=3,79451 dan c=9,55373 untuk sampel rGO 20m-TiO₂, a=b=3,80133 dan c=9,57247 untuk sampel rGO 30m-TiO₂, a=b=3,79697 dan c=9,5639 untuk sampel rGO 40m-TiO₂. Dari hasil kedua analisis tersebut juga menunjukkan bahwasannya semua sampel memiliki struktur kristal berbentuk tetragonal dengan

parameter kisi $a=b\neq c$ dan $\alpha=\beta=\gamma=90^{\circ}$. Disisi lain hasil analisis kedua metode tersebut terdapat perbedaan hasil untuk estimasi panjang kisinya, namun hal tersebut tidaklah mempengaruhi struktur kristal dari setiap sampel.

Hasil analisis diatas juga didapatkan oleh penelitian terdahulu yang dilakukan oleh Selim et al. (2012) yang mana dengan penambahan rGO pada sampel TiO₂ fasa anatas mengalami peningkatan, begitupun dengan penelitian yang dilakukan oleh Gregory et al. (2014) fasa dominan yang terbentuk pada sampel rGO-TiO₂ adalah fasa anatas dengan struktur kristal tetragonal, Gregory juga menambahkan bahwasannya puncak difraksi dari rGO pada 25.2° tidak terlihat dikarenakan intensitas difraksi yang kecil dan tertutupi oleh puncak difraksi kristal utama [101] dari TiO₂.

Disisi lain, estimasi nilai dari ukuran kristal (D) dan regangan kisi (ε) dilakukan dengan 2 metode yaitu metode *Rietveld* pada *Software* MAUD dan metode *Williamson-Hall*. Hasil dari estimasi nilai ukuran kristal menggunakan metode *Rietveld* adalah D= 43,809 nm untuk sampel rGO TM-TiO₂, D= 45,269 nm untuk sampel rGO 10m-TiO₂, D= 48,279 nm untuk sampel rGO 20m-TiO₂, D= 44,989 nm untuk sampel rGO 30m-TiO₂, dan D= 41,663 nm untuk sampel rGO 40m-TiO₂. Serta hasil dari estimasi nilai ukuran kristal menggunakan metode *Williamson-Hall* adalah D= 30,742 nm untuk sampel rGO TM-TiO₂, D= 28,988 nm untuk sampel rGO 10m-TiO₂, D= 27,588 nm untuk sampel rGO 20m-TiO₂, D= 29,423 nm untuk sampel rGO 30m-TiO₂, dan D= 26,117 nm untuk sampel rGO 40m-TiO₂. Sedangkan hasil estimasi regangan kisi menggunakan metode *Rietveld* adalah ε = 0,0010824 untuk sampel rGO TM-TiO₂, ε = 0,00121 untuk sampel rGO 10m-TiO₂, ε = 0,0010462 untuk sampel rGO 20m-TiO₂, ε = 0,000786 untuk sampel rGO 30m-TiO₂, dan ε = 0,0010533 untuk sampel rGO 40m-TiO₂. Serta hasil estimasi regangan kisi menggunakan metode *Williamson-Hall* adalah ε = 0,001 untuk sampel rGO TM-TiO₂, ε = 0,00105 untuk sampel rGO 10m-TiO₂, ε = 0,00068 untuk sampel rGO 20m-TiO₂, ε = 0,00102 untuk sampel rGO 30m-TiO₂, ε = 0,00072 untuk sampel rGO 40m-TiO₂.

Terdapat perbedaan hasil estimasi nilai dari ukuran kristal dan regangan kisi menggunakan metode metode Rietveld dan Williamson-Hall yang disebabkan oleh karakteristik yang berbeda dari kedua metode tersebut. Yang pertama adalah proses menentukan puncak difraksi pada metode Williamson-Hall dilakukan secara manual sehingga rentan terjadi kesalahan dalam menentukan nilai FWHM sebenarnya, tidak demikian dengan metode Rietveld pada MAUD yang dilakukan secara otomatis berdasarkan parameter-parameter yang diperhalus (refinement). Yang kedua yaitu metode Williamson-Hall menitik-beratkan pada kontribusi pelebaran puncak yang disebabkan oleh spesimen (pelebaran karena regangan dan ukuran) terhadap profil puncak keduanya adalah fungsi Gaussian, Sedangkan MAUD menggunakan fungsi Voight dan komponen dan Gaussian yang diuraikan dalam persamaan Caglioti, disisi lain metode Rietveld menggunakan fungsi Lorentzian dalam persamaan Scherrer untuk estimasi nilai ukuran kristal (Rietveld, 1969). Adapun estimasi menggunakan persamaan Bragg yang pada implementasinya banyak mengenyampingkan faktor penting yang secara realitas dapat mempengaruhi parameter kisi dari suatu kristal seperti regangan kisi. Selanjutnya efek dari distribusi ukuran kristal dan struktural data yang telah tersedia pada MAUD sedemikian rupa membuat hasil estimasi ukuran kristal dapat

dikatakan lebih presisi dibandingkan metode *Williamson-Hall* (Khorsand et al, 2011; Purwaningsih, 2019).

4.2.1 Analisis pengaruh penambahan waktu pemaparan gelombang mikro terhadap panjang kisi kristal

Nilai panjang kisi kristal (kisi a dan kisi c) sampel dari hasil analisis persamaan *Bragg* dan *Rietveld* kemudian dilakukan plotting hubungan dengan variasi waktu gelombang mikro, sehingga didapatkan grafik hubungan untuk kedua kisi tersebut sebagai berikut:



Gambar 4.13 Grafik hubungan antara penambahan waktu pemaparan gelombang mikro terhadap panjang kisi a seluruh sampel



Gambar 4.14 Grafik hubungan antara penambahan waktu pemaparan gelombang mikro terhadap panjang kisi c seluruh sampel

Hasil perhitungan menggunakan persamaan *Bragg* menunjukkan hasil yang sedikit berbeda dengan hasil dari analisis menggunakan metode *Rietveld* pada *software* MAUD, terlihat pada gambar 4.13 bahwasannya perhitungan menggunakan persamaan *Bragg* memiliki hasil lebih besar dengan selisih paling kecil bernilai 0,007 Å hingga paling besar bernilai 0,022 Å untuk kisi (a=b) dan selisih paling kecil bernilai 0,015 Å hingga paling besar bernilai 0,06 Å pada kisi (c) daripada hasil analisis *Rietveld*. Lebih jelasnya, rGO telah berhasil disintesis dengan mereduksi gugus fungsi oksigen pada GO menjadi rGO dengan menggunakan bantuan radiasi gelombang mikro pada proses reduksinya. Selim (2012) mengatakan bahwa karakter posisi puncak dari rGO-TiO₂ dan TiO₂ memiliki posisi yaitu pada 25,2°, 37,8, 48,1°, 53,9°, dan 55,1° yang mana sangat cocok dengan bidang kristal [101], [004], [200], [105], dan [211] dari fasa anatas pada material TiO₂, dengan panjang kisi a = 3,7852 Å, dan c = 9,5139 Å (JCPDS 21-1272). Hasil tersebut mirip dengan analisis yang telah dilakukan dengan

menggunakan metode *Rietveld* dan persamaan *Bragg* dalam estimasi parameter kisi dari sampel nanokomposit rGO TM-TiO₂, rGO 10m-TiO₂, rGO 20m-TiO₂, rGO 30m-TiO₂, dan rGO 40m-TiO₂.

Disisi lain dari hasil analisis *Rietveld* pada *software* MAUD untuk panjang kisi a=b dan c, jika dibandingkan dengan difaktografi pada gambar 4.1 terdapat hubungan antara intensitas difraksi dengan nilai panjang kisi kristal yang terbentuk. Dari hasil perbandingan secara sekilas terlihat semakin tinggi intensitas difraksi maka semakin kecil nilai dari panjang kisi kristal, dan sebaliknya. Nilai panjang kisi yang kecil memiliki arti dimensi ukuran *unit cell* juga kecil (memampat), sehingga terdapat dugaan hubungan antara intensitas difraksi dengan densitas kristal (kuantitas *unit cell* dalam satu unit kristal). merujuk ke sub-bab 4.2.2 yang berkaitan dengan regangan kisi, maka peristiwa diatas sangat relevan dengan timbulnya nilai dari regangan kisi dan mengindikasikan bahwasannya sampel memiliki cacat kristal yang mana pada kasus ini disebabkan salah satunya karena adanya doping berupa rGO.

4.2.2 Analisis pengaruh penambahan waktu pemaparan gelombang mikro terhadap ukuran kristal dan regangan kisi

Analisis yang digunakan untuk mengetahui pengaruh penambahan waktu pemaparan gelombang mikro terhadap ukuran kristal adalah analisis korelasi dari hasil perhitungan menggunakan metode *Williamson-Hall* dan metode *Rietveld*. Hasil perhitungan kedua metode untuk ke-lima sampel diplot menjadi grafik yang ditunjukkan pada gambar 4.14.


Gambar 4.15 Grafik hubungan antara penambahan waktu pemaparan gelombang mikro terhadap ukuran kristal yang terbentuk

Ukuran kristal merupakan parameter penting yang dapat digunakan dalam menentukan suatu material bersifat halus (ukuran kristal kecil) atau bersifat keras (ukuran kristal besar) (Sanjeeva, 2013). Ukuran kristal yang dimaksud adalah satu unit kristal (*single crystal*) yang terobservasi dalam bentuk serbuk,



Gambar 4.15 FWHM (Full Width at Half-Maximum)

umumnya memiliki ukuran berkisar sekitar nanometer hingga milimeter. Estimasi ukuran kristal dalam teknik XRD dilakukan dengan menggunakan nilai FWHM yang digambarkan seperti gambar 4.14, karena dalam pola XRD ukuran unit kristal sendiri merupakan daerah/domain (lebar) puncak difraksi koheren dari kristal yang terdiri dari banyak sekali *unit cell* yang berkontribusi dalam menentukan nilai intesitas difraksi.

Gambar 4.1 menunjukkan penambahan waktu lama pemaparan gelombang mikro dari waktu 10 menit hingga 40 menit dapat memperbaiki kristalinitas (intensitas difraksi tinggi) sampel mana berdasarkan teori intensitas difraksi memiliki hubungan linear dengan ukuran kristal. Namun pada Gambar 4.14 menunjukkan bahwasannya penambahan waktu lama pemaparan gelombang mikro dari waktu 10 hingga 40 menit tidak cukup mempengaruhi ukuran kristal yang terbentuk pada tiap sampel. Hal tersebut diduga akibat dari adanya regangan kisi pada setiap sampel.

Kemudian nilai dari regangan kisi tiap sampel dengan variasi waktu pemaparan gelombang mikro juga memiliki kontribusi dalam pelebaran puncak difraksi atau dalam arti lain regangan kisi membuat nilai FWHM menjadi lebih besar yang mana secara teori yakni persamaan Scherrer yang mana nilai dari ukuran kristal akan semakin kecil. Umumnya pertumbuhan kristal dilakukan pada proses *heat treatment* (kalsinasi, *annaeling*, dll) ketika sintesis material dimana terjadi proses nukleasi dan pertumbuhan secara kinetik karena material memiliki titik leleh dan sensitivitas yang memicu terjadinya pertumbuhan kristal (Manel, et al, 2016). Sedangkan pada proses penelitian yang dilakukan oleh Yanti (2019) pemberian radiasi gelombang mikro pada GO dilakukan supaya oksigen dapat tereduksi sedemikian rupa sehingga menjadi rGO.



Gambar 4.17 Grafik hubungan antara penambahan waktu pemaparan gelombang mikro terhadap regangan kisi yang terbentuk

Gambar 4.16 menunjukkan hasil nilai untuk distribusi regangan kisi menggunakan metode *Williamson-Hall* dan *Rietveld*, dari gambar tersebut juga menunjukkan bahwasannya penambahan waktu lama pemaparan gelombang mikro dari waktu 10 hingga 40 menit tidak cukup mempengaruhi nilai regangan kisi dari seluruh sampel. Namun kedua analisis tersebut menghasilkan nilai positif yang mengartikan regangan kisi diakibatkan oleh cacat kristal (*defect*), sebaliknya ketika nilai regangan kisi negative maka regangan kisi diakibatkan oleh kesalahan instrumen (Gates-Rector, 2019). Regangan kisi sendiri mempresentasikan distribusi konstanta kisi yang muncul dari ketidaksempurnaan kristal. Kristal yang tidak sempurna tersebut umumnya terbentuk karena beberapa faktor, yaitu dislokasi kisi, batas bulir kristal, dan nonhomogenitas kristal. Faktor-faktor tersebut umumnya timbul karena keberadaan atom lain (impuritas), seperti pemberian *doping* (Zak, et al., 2012). Di sisi lain, *doping* berupa rGO pada TiO₂ menghasilkan peningkatan sifat fisis berupa luas permukaan yang besar yang memiliki kemungkinan pengaruh terhadap ukuran kristal dan mampu merubah fasa anatas menjadi rutil pada nanokomposit rGO-TiO₂ (Selim, et al., 2012). Namun, hasil analisis dengan metode *search-match* menunjukkan fasa dari sampel nanokomposit rGO-TiO₂ merupakan fasa tunggal yaitu anatas dan tidak ditemukan fasa rutil. Sehingga dugaan kuat doping rGO sangatlah sedikit sehingga tidak mempengaruhi pola difraksi nanokomposit rGO-TiO₂.

4.3 Integrasi Dalam Al-Qur'an

Seluruh makhluk yang diciptakan-Nya sesuai ketentuan dan persamaanpersamaan yang telah ditetapkan-Nya, sebagaimana firman Allah SWT pada surah Al-Qamar ayat 49, dan surah Al-Furqan ayat 2 yang berbunyi:

إِنَّا كُلَّ شَيَءٍ خَلَقْنُهُ بِقَدَرٍ

Artinya : "Sungguh, Kami telah menciptakan segala sesuatu menurutkan ukuran" (QS. Al-Qamar: 49)

الَّذِي لَهُ مُلْكُ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ وَلَمْ يَتَّخِذْ وَلَدًا وَلَمْ يَكُنْ لَهُ شَرِيكٌ فِي الْمُلْكِ وَخَلَقَ كُلَّ شَيْءٍ فَقَدَّرَهُ تَقْدِيرًا

Artinya : "yang kepunyaan-Nya-lah kerajaan langit dan bumi, dan dia tidak mempunyai anak, dan tidak ada sekutu baginya dalam kekuasaan(Nya), dan Dia telah menciptakan segala sesuatu, Dia menetapkan ukuran-ukurannya dengan serapi-rapinya" (QS. Al-Furqan: 2)

Kedua ayat diatas menjelaskan bahwasannya segala sesuatu yang dijadikan Allah SWT diberi-Nya perlengkapan-perlengkapan dan persiapan-persiapan, sesuai dengan naluri, sifat-sifat dan fungsinya masing-masing dalam hidup. Kedua ayat diatas mengisyaratkan bahwa kata "Ukuran" adalah apa yang ada di alam ini dapat dinyatakan dalam dengan dua peran, yang pertama sebagai bilangan dengan sifat dan ketelitian yang terkandung didalamnya dan yang keduanya sebagai persamaan atau aturan (Romlah, 2011).

Jika dianalogikan dengan sebuah sistem kristal yang tersusun sedemikian rupa rapinya, dengan ukuran setiap *unit cell* yang beragam sehingga dapat mempengaruhi sifat dan morfomologi dari kristal tersebut. Ukuran sangatlah penting dalam kristalografi karena sangat mempengaruhi penggunaan nantinya, disisi lain banyak sekali ketentuan-ketentuan yang harus terpenuhi untuk mendapatkan kristal ideal yang aplikatif salah satunya adalah proses *heat treatment*, karena pada proses tersebut terjadi peristiwa pertumbuhan kristal atau disebut nukleasi.

BAB V

PENUTUPAN

5.1. Kesimpulan

- Fasa dominan yang terbentuk pada seluruh sampel adalah fasa anatas, dengan sampel rGO TM-TiO₂ memiliki nilai FoM terbesar mencapai 0,98182, diikuti dengan rGO 40m-TiO₂ dengan nilai FoM sebesar 0,921295, rGO 10m-TiO₂ dengan nilai FoM sebesar 0,90323, rGO 20m-TiO₂ dengan nilai FoM sebesar 0,82134, dan yang terakhir rGO 30m-TiO₂ dengan nilai FoM sebesar 0,79285. TiO₂.
- 2. Hasil analisis *Rietveld* menunjukkan seluruh sampel memiliki struktur kristal tetragonal dengan parameter kisi $\alpha=\beta=\gamma=90^{\circ}$ dan panjang kisi a=b= 3,79131 dan c= 9,54173 untuk sampel rGO TM-TiO₂, a=b= 3,79117 dan c= 9,53413 untuk sampel rGO 10m-TiO₂, a=b= 3,79451 dan c=9,55373 untuk sampel rGO 20m-TiO₂, a=b= 3,80133 dan c= 9,57247 untuk sampel rGO 30m-TiO₂, a=b= 3,79697 dan c= 9,5639 untuk sampel rGO 40m-TiO₂.
- Hasil analisis menggunakan persamaan *Bragg* menunjukkan seluruh sampel memiliki struktur kristal tetragonal dengan parameter kisi α=β=γ=90° dan panjang kisi a=b= 3,777136 dan c= 9,496502 untuk sampel rGO TM-TiO₂, a=b= 3,7864 dan c= 9,515013 untuk sampel rGO 10m-TiO₂, a=b= 3,7856274 dan c=9,519253 untuk sampel rGO 20m-TiO₂, a=b= 3,7836409 dan c= 9,5090885 untuk sampel rGO 30m-TiO₂, a=b= 3,777136 dan c= 9,496502 untuk sampel rGO 40m-TiO₂.

- 4. Nilai ukuran kristal dan regangan kisi dari hasil analisis *Rietveld* adalah D= 43,809 nm dan ϵ = 0,0010824 untuk sampel rGO TM-TiO₂, D= 45,269 dan nm ϵ = 0,00121 untuk sampel rGO 10m-TiO₂, D= 48,279 nm dan ϵ = 0,0010462 untuk sampel rGO 20m-TiO₂, D= 44,989 dan nm ϵ = 0,000786 untuk sampel rGO 30m-TiO₂, dan D= 41,663 dan ϵ = 0,0010533 nm untuk sampel rGO 40m-TiO₂.
- 5. Nilai ukuran kristal dan regangan kisi dari hasil analisis *Williamson-Hall* untuk seluruh sampel adalah D= 30,742 dan ϵ = 0,001 nm untuk sampel rGO TM-TiO₂, D= 28,988 dan ϵ = 0,00105 nm untuk sampel rGO 10m-TiO₂, D= 27,588 nm dan ϵ = 0,00068 untuk sampel rGO 20m-TiO₂, D= 29,423 nm dan ϵ = 0,00102 untuk sampel rGO 30m-TiO₂, dan D= 26,117 dan ϵ = 0,00072 nm untuk sampel rGO 40m-TiO₂.

5.2. Saran

- 1. Pada penelitian analisis data XRD ini baiknya ditambahkan data pembantu berupa data hasil uji TEM (*Transmission Electron Microscopy*) dengan tujuan dapat memastikan hasil estimasi parameter struktur kristal dengan visual morfologi sampel secara langsung.
- 2. Sebaiknya diketahui terlebih dahulu karakteristik dari alat uji, sehingga faktor kesalahan (*error*) dari alat uji dapat dipertimbangkan dalam proses analisis, sehingga diharapkan hasil analisis lebih akurat.

DAFTAR PUSTAKA

- Altomare, A., Corriero, N., Cuocci, C., Falcicchio, A., Moliterni, A., Rizzi, R. (2015). QUALX 2.0: a qualitative phase analysis software using the freely available database POW_COD. J. Appl. Cryst. 48, halaman 598-603.
- Aisyah, Aminah. (2016). Pengaruh Variasi Frekuensi Dan Intensitas Gelombang Ultrasonik Terhadap Sintesis Material Graphene Dengan Metode Liquid Sonification Exfoliation. Yogyakarta: FMIPA UNY.
- Brownson, Dale A. C. (2014). *The Handbook of Graphene electrochemistry*. Manchester : Springer.
- Budi, Esmar. (2011). *Tinjauan Proses Pembentukan dan Penggunaan Arang Tempurung Kelapa Sebagai Bahan Bakar*. Vol. 14. Hal. 25.
- Budianto. (2015). Pengaruh Penambahan Nanopartikel Perak Pada Setiap Sel Elemen Basah (ACCU) Terhadap Tegangan Keluaran Elemen Basah (ACCU). Yogyakarta: FMIPA UNY.
- Callister. (2006). *Materials Science And Engineering An Introduction Seventh Edition.* John Wiley & Sons, Inc.
- Charles Kittel, (1976). Introduction to Solid State Physics (5th). John Wiley & Sons, Inc., New York.
- Choi, W. (2006). Pure and modified TiO₂ photocatalysts and their environmental *Applications*. Catalysis Surveys from Asia, 10 (1): 16-28.
- Daoliang, et.al. (2019). Application of Graphene-Based Materials for Detection of Nitrate and Nitrite in Water—A Review. National Natural Science Foundation of China (Grant no. 61571444) and National Key R&D Program "Advancing digital precision aquaculture in China (ADPAC)" (Grant no.2017YFE0122100).
- Effendy. (2016). *Perspektif Baru Ikatan Ionik*. Edisi 3. Malang: Bayumedia Publishing dan Indonesian Academic Publishing.
- Gates-Rector, S. Blanton, T. (2019) *The Powder Diffraction File: A Quality Materials Characterization Database*. Powder Diffr. 34 (4), 352–360.
- Geim A.K, Novoselov. (2007). *The Rise of Graphene*. Manchester : University of Manchester.
- Hummers, William S. dan Richard E. Offeman. (1958). *Preparation of Graphitic* Oxide. Journal of the American Chemical Society, 1339–1339.

- Indra, A. Wulan S R., Suminar Pratapa. (2015). Line Broadening in X-Ray Diffraction Analysis for Nanomaterials Characterization using Calcined Yttrium Oxide Powder as a Standard Material. The 2nd International Conference Research Implementation and Education of Mathematics and Science. Prosiding: Yogyakarta.
- Ismunandar. (2006). *Padatan Oksida Logam: Struktur, Sintesis dan Sifat-sifatnya*. Bandung: Penerbit ITB.
- Khorsand Zak, A., Abd. Majid, W.H., Abrishami, M.E., Yousefi, R. (2011). X-ray analysis of ZnO nanoparticles by Williamson–Hall and size–strain plot methods. Solid State Sci. 13, 251–256.
- Kisi, E.H. (1994). *Rietveld Analysis of Powder Diffraction Patterns*. Materials Forum, 18: 135-153.
- Kumar BR, Hymavathi B. (2017). X-ray peak profile analysis of solid-state sintered alumina doped zinc oxide ceramics by Williamson-Hall and size-strain plot methods. Journal of Asian Ceramic Societies. 5:94-103.
- Le Bail, A. (2008). *The Profile of a Bragg Reflection for Extracting Intensities*, in: Robert E., D., Simon J., B. (Eds.), *Powder Diffraction: Theory and Practice*. Cambridge: RSC Publishing.
- Lestari, D.N. (2009). Studi Preparasi dan Karakterisasi N-Doped TiO₂ dengan Metode Sol-Gel Menggunakan Prekursor Titanium Iso Propoksida (TTIP) dan Diethylamine (DEA). Skripsi. Depok: Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.
- Linsebigler, A. L., Lu, G., dan Yates, J. T. (1995). *Photocatalysts on TiO*₂ Surface: *Principles, Mechanisms, and Selected Results*. Chemical Reviews, 95 (3): 735-758.
- Loryuenyong, Vorrada. (2013). Preparation and Characterization of Reduced Graphene Oxide Sheets via Water-Based Exfoliation and Reduction Methods. Journal of Advances in Materials Science and Engineering, 1-5.
- Luterrotti, L. (2006). *MAUD tutorial instrumenal broadening determination*. University of Trento, Italy.
- Luterrotti, L. (2010). Total pattern fitting for the combined size-strain-stresstexture determination in thin film diffraction. Department of Materials Engineering and Industrial Technologies, University of Trento, Via Mesiano, 77, 38123 Trento, Italy
- Manel meksi, Asma Turki, Hafedh Kochkar, Latifa Bousselmi, Chantal Guillard, Gilles Berhault. (2016). *The Role of lanthabum in the enhancment of photocatalytic properties of* TiO₂ *nanomaterials obtained by calcination of*

hydrogenotitanate nanotubes. Applied Catalysis B: Enviromental. Elseiver. 181. 651-660.

- Nurhayati, A., Pratapa, S., (2008). Development of Yttria and Corrondum for line Broadening Standard in X-Ray Diffraction Data Analysis 43, 256-259.
- Palupi, E. (2006). Degradasi Mhetylene Blue dengan Metode Fotokatalisis dan Fotoelektrokatalisis Menggunakan Film TiO₂. Skripsi. Bogor: Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Pertanian Bogor.
- Pratapa, S. (2009). *Difraksi Sinar-X untuk Sidikjari dalam Analisis Nanostruktur, in: Prosiding Seminar Nasional Hamburan Neutron Dan Sinar X.* Presented at the Seminar Nasional Hamburan Neutron dan Sinar-X, Serpong.
- Pratapa, S., Susanti, L., Insany, Y.A.S., Alfiati, Z., Hartono, B., Mashuri, Taufiq, A., Fuad, A., Triwikantoro, Baqiya, M.A., Purwaningsih, S., Yahya, E., Darminto. (2010). XRD line-broadening characteristics of M-oxides (M=Mg, Mg-Al, Y, Fe) nanoparticles produced by coprecipitacion method. Am. Inst. Phys. 1285, 125–128.
- Pratiwi, P. D. (2016). Preparasi Nanomaterial Karbon Meggunakan Metode Liquid Mechanical Exfoliation Dibantu Oleh Linear Alkylbenzene Sulfonate dengan Variasi Waktu Pencampuran. Skripsi. Yogyakarta: Universitas Negeri Yogyakarta.
- 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.
- Rahman, T., Fadhlulloh, M.A., Nandiyanto, A.B., dan Mudzakir, A. (2014). *Review: Sintesis Titanium Dioksida Nanopartikel*. Jurnal Integrasi Proses, 5 (1): 15-29.
- Rietveld, H. M. 1969. A profile refinement method for nuclear and magnetic structures. Journal of Applied Crystallography. 2 (2): 65–71.
- Rohman, Aunur. (2015). Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis TiO₂ Anatas Terdoping Vanadium (III) dengan Metode Reaksi Padatan-Sonikasi. Skripsi. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Romlah. (2011). AYAT-AYAT AL-QUR'AN DAN FISIKA. Harakindo Publishing: Bandar Lampung. ISBN 978-602-1689-77-6
- Sasti, H.T. (2011). *Studi Preparasi dan Karakterisasi Titanium Dioksida Mesopori*. Skripsi. Depok: Jurusan Kimia. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.

- Selim Arif Sher Shah, A Reum Park, Kan Zhang, Jong Hyeok Park, and Pil J. Yoo. (2012). Green Synthesis of Biphasic TiO₂-Reduced Graphene Oxide Nanocomposites with Highly Enhanced Photocatalytic Activity. School of Chemical Engineering and SKKU Advanced Institute of Nanotechnology (SAINT), Sungkyunkwan University, Suwon 440-746, Republic of Korea.
- Sivasankaran, S., Sivaprasad, K., Narayanasamy, R., Satyanarayana, P.V. (2011). X-ray peak broadening analysis of AA 6061100 - x - x wt.% Al2O3 nanocomposite prepared by mechanical alloying. Mater. Charact. 62, 661–672.
- Stankovich, Sasha A, Richard D. Piner a, SonBinh T. Nguyen b, Rodney S. Ruoff a. (2006). Synthesis and exfoliation of isocyanate-treated graphene oxide nanoplatelets. Journal of Carbon, 44: 3342–3347
- Stride, J.A., dan Tuong, N.T. (2010). Controlled Synthesis of Titanium dioxide nanostructures. Solid State Phenomena, 162: 261-294.
- Taqiyah, R. (2012). Perbandingan Struktur Kristal Dan Morfologi Lapisan Tipis Barium Titanat (BT) Dan Barium Zirconium Titanat (BZT) Yang Ditumbuhkan Dengan Metode Sol Gel. Skripsi. Fisika FMIPA UNS : Surakarta
- Tjahjanto, R.T., dan Gunlazuardi J. (2001). Preparasi Lapisan Tipis TiO₂ Sebagai Fotokatalisis: Keterkaitan Antara Ketebalan dan Aktivitas Fotokatalisis. Jurnal Penelitian Universitas Indonesia, 5 (2): 81-91.
- Truong & Lee. (2013). *Graphene From Fundamental to Future Application*. South Korea: Chonbuk National University.
- Umamah, C. (2014). Studi Pembentukan Fasa Spinel MgAl₂O₄ hasil sintesis menggunakan metode pencampuran logam terlarut (Metal Dissolved Method). Tesis. Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.
- Widyawati, N. (2012). Analisa Pengaruh Heating Rate Terhadap Tingkat Kristal Dan Ukuran Butir Lapisan BZT Yang Ditumbuhkan Dengan Metode Sol Gel. UNS : Surakarta
- Wang, J., Li, S., Yan, W., dan Tse, S., dan Yao, Q. (2010). *Synthesis of TiO*₂ *nanoparticles by premixed stagnation swirl flames*. Proceedings of the Combustion Institute, 3 (2):1925-1932.
- Yanti, Diah Risma. (2019). Pengaruh Gelombang Radiasi Gelombang Mikro pada Reduced Graphene Oxide dari Tempurung Kelapa Terhadap Aktivitas Fotokatalis TiO₂. Skripsi. UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Zak AK, Majid WHA, Abrishami ME, Yousefi R, Parvizi, P. (2012). Synthesis magnetic properties and X-ray analysis of Zn0,97X0,03O nanoparticles (X =

Mn, Ni dan Co) using Scherrer and size-strain plot methods. Solid State Sciences. 202;14:488-494.

DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN 1 HASIL (OUTPUT/RESULT) SOFTWARE QUALX

Output sampel rGO TM-TiO₂



Output sampel rGO 10m-TiO₂



Output sampel rGO 20m-TiO₂



Output sampel rGO 30m-TiO₂



69

Output sampel rGO 40m-TiO₂



LAMPIRAN 2 HASIL (OUTPUT/RESULT) SOFTWARE MAUD

Output sampel rGO TM-TiO₂

```
sig= 0.933709
Rwp (%) = 14.643972
Rwpnb (%, no bkg) = 22.22238
Rwpnb1 (%, no bkg rescaled) = 14.685648
Rwpnb2 (%, no bkg rescaled^2) = 11.13124
Rb(\$) = 16.427435
Rexp (%) = 15.683658
# iterations = 1
Ti O2 (ANATASE) , weight %: 100.0 +- 0.0
```

Refined Datameters)

```
0 860-TIO2 THIP90-TIO2 THIP00-TIO2 THIDIffraotics Instrumenti_pd_pro_intensity_incident value12.266028 error10.14751243

1 880-TIO2 THIP50-TIO2 THIP00-TIO2 THIDIffraotics InstrumentiInstrument disalignmenti_rist_par_4-theta_offeet0 value10.1053256 error10.141444668

2 800-TIO2 THIP50-TIO2 THIP50 TIO2 THIP50 TH TIO2 scrimil(0); rist_par_spec_displac_M_28 value10.00475856 error10.0021257073

8 800-TIO2 THIP50-TIO2 THIP50 TIO2 THIP50 TH TIO2 scrimil(0); rist_par_spec_displac_M_28 value10.00475856 error10.0021257073

8 800-TIO2 THIP50-TIO2 THIP50 TIO2 THIP50 TH TIO2 scrimil(0); rist_par_spec_displac_M_28 value10.00475856 error10.0021257073

8 800-TIO2 THIP50-TIO2 THIT1 O1 (ANDTARE); cell_length_s value10.7771422 error10.0085074713

8 800-TIO2 THIP50-TIO2 THIT1 O1 (ANDTARE); cell_length_svalue10.7771422 error10.0085074713

8 800-TIO2 THIP50-TIO2 THIT1 O1 (ANDTARE); cell_length_svalue10.7771422 error10.0085074713

8 800-TIO2 THIP50-TIO2 THIT1 O1 (ANDTARE); cell_length_svalue10.7771422 error10.00125478 error12.55100418-5

9 800-TIO2 THIP50-TIO2 THIT1 O1 (ANDTARE); lastropic; rist_par_svars_size value13.472 error14.530651

9 800-TIO2 THIP50-TIO2 THIT1 O1 (ANDTARE); lastropic; rist_par_svars_size value13.4754 error12.65190418-5

8 800-TIO2 THIP50-TIO2 THIT1 O1 (ANDTARE); lastropic; rist_par_svars_size value10.001123478 error12.65190418-5

8 800-TIO2 THIP50-TIO2 THIT1 O1 (ANDTARE); lastropic; rist_par_svars_size_B_leng_0_regulv value10.01123478 error12.65190418-5

8 800-TIO2 THIP60-TIO2 THIT1 O1 (ANDTARE); lastropic; rist_par_svars_size_B_leng_0_regulv value10.01123478 error13.75385238-6
```

Output sampel rGO 10m-TiO₂

```
sig= 0.8670621
 Rwp (%) = 15.974423
 Rwpnb (%, no bkg) = 23.861372
 Rwpnb1 (%, no bkg rescaled) = 16.513674
 Rwpnb2 (%, no bkg rescaled^2) = 13.236518
 Rb (%) = 17.92107
 Rexp (%) = 18.42362
 # iterations = 5
 Ti O2 (ANATASE) , weight %: 100.0 +- 0.0
Refined parameters:
0 800-TIO2 10:rG0-TiO2 10:rG0-TiO2 10:_rist_par_background_pol0 value:73.24752 error:1.0679296
1 BSO-TIO2 10:rSO-TIO2 10:rSO-TIO2 10:rIot par background poll value:-1,8823417 error:0.048073787
2 BSO-TIO2 10:rGO-TIO2 10:rSO-TIO2 10:rist par background pol2 value:0.015026321 error:5.1290785-4
3 MGO-TIO2 10:rGO-TIO2 10:rGO-TIO2 10:rGO-TIO2 10:rGD-TIO2 ID:Iffraction Instrument: pd proc intensity incident value:3.397659 error:0.07863432
4 MGO-TIO2 10:rGO-TIO2 10:rGO-TIO2 10:rDiffraction Instrument:Instrument disalignment: riet par 2-theta offset0 value:0.08119862 error:0.0025691707
5 BG0-TT02 10:rG0-Ti02 10:T1 02 (ANATASE): cell length a value:3.7866006 error:2.6823505E-6
6 BG0-TT02 10:rG0-T102 10:T1 02 (ANATASE): cell length c value:9.515013 error:6.840413E-4
7 RSO-TIO2 10:rGO-TIO2 10:TI 02 (ANATASE): Isotropic: rist par_cryst_size value:453.69434 error:5.406314
```

```
8 860-TIO2 10:r50-TiO2 10:TI O2 (ANATASE):ISotropic: riet par rs microstrain value:0.0012132921 error:7.488581E-5
9 860-TIO2 10:r60-TiO2 10:TI O2 (ANATASE):Atomic Structure:Til: atom site 5 iso_cr_equiv value:0.0185211 error:0.139412E-4
10 800-TIO2 10:r60-TiO2 10:TI O2 (ANATASE):Atomic Structure:O1: atom site fract_s value:0.2086483 error:3.11298E-4
```

Output sampel rGO 20m-TiO₂

```
sig= 0.9223101
Rwp (%) = 17.307743
Rwpnb (%, no bkg) = 27.743288
Rwpnb1 (%, no bkg rescaled) = 18.84611
Rwpnb2 (%, no bkg rescaled^2) = 14.894406
Rb (%) = 17.907932
Rexp (%) = 18.765644
# iterations = 5
Ti O2 (ANATASE) , weight %: 100.0 +- 0.0
```

Refined parameters:

- 0 RG0-TI02 20:RG0-TI02 20:RG0-TI02 20:_riet_par_background pol0 value:81.59273 error:1.7319407
- 1 RGO-TIG2 20:RGO-TIG2 20:RGO-TIG2 20: rist par background poll value:-2.0874752 error:0.06941694 2 RGO-TIG2 20:RGO-TIG2 20:RGO-TIG2 20: rist par background pol2 value:0.016145556 error:6.844465E-4
- 3 R00-TI02 20:R00-TI02 20:R00-TI02 20:Diffraction Instrument: pd proc intensity incident value:6.827366 error:0.060819402
- 4 BOC-TIO2 20:BOC-TIO2 20:BOC-TIO2 20:Diffraction Instrument; Instrument disalignment: riet_par_2-theta_offset6 value:0.14143938 error:0.302870129 5 BGC-TIO2 20:BGC-TIO2 20:TI 02 (ANATASE):_cell_length_a value:3.7856274 error:2.876901E-4
- 6 RGO-TIO2 201800-TIO2 20171 02 (AMATASE) | cell_length_c value19.519263 error17.3667703E-4
- 7 BG0-TIO2 20:BG0-TIO2 20:TI O2 (ANATASE):[Estropic:_riet_par_cryst_size value:482.79727 error:6.2779174
- 8 RG0-TIO2 20:RG0-TIO2 20:TI O2 (ANATASE):Isotropic: fiet par rs microstrain value:0.0010461884 error:8.478818E-8 9 RG0-TIO2 20:RG0-TIO2 20:TI O2 (ANATASE):Atomic Structure:Til: atom site B iso_or_equiv value:0.0029321464 error:0.062830436
- 10 REO-TIO2 20:REO-TIO2 20:TI 02 (ANATASE):Atomic Structure:01: atom site fract z value:0.20968771 error:3.5496787E-4 11 REO-TIO2 20:REO-TIO2 20:TI 02 (ANATASE):Atomic Structure:01: atom site B_isu_or_equiv value:0.23383228 error:0.14406395

Output sampel rGO 30m-TiO₂

```
sig= 0.88517034
Rwp (%) = 18.46672
Rwpnb (%, no bkg) = 38.234016
Rwpnb1 (%, no bkg rescaled) = 24.93854
Rwpnb2 (%, no bkg rescaled^2) = 19.345263
Rb (%) = 15.8147545
Rexp (%) = 20.862335
# iterations = 0
Ti O2 (ANATASE) , weight %: 100.0 +- 0.0
```

Befined parameters;

0 RGO-TIOJ 50(RGO-TIOJ 50)RGO-TIOJ 301_ries_par_background_pol0 value:102.11543 error:1.5595065 1 BGG-TIGZ 301800-TIGZ 301800-TIGZ 301 rist_bar_background_poll value1-Z.6763362 error10.06365951 Z BGG-TIGZ 301800-TIGZ 301800-TIGZ 301 rist_bar_background_pol2 value10.030470833 error16.221148E-4 3 BGG-TIGZ 301800-TIGZ 301800-TIGZ 3010Lffraction Instrument1_pd_prog_intensity_incident value14.005981 error10.034245503 4 BG0-TIOS 30:BB0-TIOS 30:BB0-TIOS 30:Diffraction Instrument:Instrument disalignment:_riet_par_2-theta_offset0 value:0.26479527 scror:0.005555611 5 BGO-TIO2 30:BGO-TIO2 30:TI 02 (ANATASE):_oell_length_a value:3.7836405 error:3.984504E-4 6 BGO-TIO2 30:BGO-TIO2 30:TI 02 (ANATASE):_oell_length_c value:3.5090885 error:0.0011075243 T ROG-TIO2 50:ROG-TIO2 50:T1 02 (ANATASE):Isotropio: riet_par_cryst_size value:449.68782 error:6.324026 # ROG-TIO2 50:RGG-TIO2 50:T1 02 (ANATASE):Isotropic:_riet_par_rs_microstrain value:7.660471E-4 error:1.7720032E-4 9 RGG-TIO2 50:RGG-TIO2 50:T1 02 (ANATASE):Atomic Structure:T11:_atom_site_B_isn_or_equiv value:2.9421384 error:0.1140875

Output sampel rGO 40m-TiO₂

```
sig= 0.93285227
Rwp (%) = 16.462307
Rwpnb (%, no bkg) = 25.11175
Rwpnb1 (%, no bkg rescaled) = 17.231474
Rwpnb2 (%, no bkg rescaled^2) = 13.713966
Rb (%) = 17.935059
Rexp (%) = 17.64728
# iterations = 5
Ti O2 (ANATASE) , weight %: 100.0 +- 0.0
```

Refined parameters:

0 RG0-TI02:pG0 40m-Ti02:pG0 40m-Ti02:_riet_par_harkground_pol0 value:80.582756 error:1.7811977 1 RGC-TIOJ:rGO 40m-TiOJ:rGO 40m-TiOJ: riet par background poll value:-J.0708458 error:0.07142086 2 RGC-TIOJ:rGO 40m-TiOJ:rGO 40m-TiOJ: riet par background pol2 value:0.016620135 error:6.9788416E-4 5 800-TIO2:r00 40m-TIO2:r00 40m-TIO2:Diffraction Instrument: pd proc intensity incident value:11.181765 error:0.094469115 4 800-TIO2:r00 40m-TIO2:r00 40m-TIO2:Diffraction Instrument:Instrument disalignment:_riet_par_2-theta_offset0 value:0.25808505 error:0.00282261; 5 RGO-TIO2:rGO 40m-TIO2:TI 02 (ANATASE):_cell_length_s value:5.7799482 error:5.0224607E-4 6 RGO-TIO2:rGO 40m-TIO2:TI 02 (ANATASE):_cell_length_c value:5.50329 error:7.6780247E-4 7 RGO-TIO2:rGO 40m-TIO2:TI 02 (ANATASE):Isotropio:_riet_psr_oryst_size value:416.68254 error:4.2272825 8 BS0-TI02:rS0 40m-T102:rI 02 (ANATASE):Isotropio:_riet_psr_rs_microstrain value:0.0010502699 error:3.548399E-5 9 R00-TI02:r50 40m-Ti02:r1 02 (ANATASE):Atomic Structure:Til:_atom_site_B_iso_or_equiv value:2.6899583 error:0.07010849

LAMPIRAN 3 PERHITUNGAN PANJANG KISI MENGGUNAKAN

PERSAMAAN BRAGG

Diketahui:

d = jarak antar kisi

 λ = panjang gelombang

 θ = posisi puncak difraksi

Hasil analisis Search-Match (QualX) untuk mengetahui parameter kisi sampel

Name and formula

Reference code:	00-021-1272
Mineral name: PDF index name:	Anatase, syn Titanium Oxide
Empirical formula:	O ₂ Ti
Chemical formula:	TiO ₂

Crystallographic parameters

Space group:	I41/amd
Space group number.	141
a (Å):	3.7852
b (Å):	3.7852
c (Å):	9.5139
Alpha (°):	90.0000
Beta (°):	90.0000
Gamma (°):	90.0000
Calculated density (g/cm^3):	3.89
Volume of cell (10 ⁶ pm ³):	136.31
Z:	4.00

References

Primary reference:

Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, 7, 82, (1969)

Peak list

No.	h	k	1	d [A]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	0	1	3.52000	25.281	100.0
2	1	0	3	2.43100	36.947	10.0
3	0	0	4	2.37800	37.801	20.0
4	1	1	2	2.33200	38.576	10.0
5	2	0	0	1.89200	48.050	35.0

6	1	0	5	1.69990	53.891	20.0
7	2	1	1	1.66650	55.062	20.0
8	2	1	3	1.49300	62.121	4.0
9	2	0	4	1.48080	62.690	14.0
10	1	1	6	1.36410	68.762	6.0

Perhitungan menggunakan persamaan Bragg

Dihitung jarak antar kisi puncak difraksi yang telah ditentukan yaitu d3 dengan indeks Miller [004] untuk kisi c dan d5 dengan indeks Miller [200]. Kemudian dihitung panjang kisi a=b dan kisi c menggunakan persamaan *Bragg* untuk struktur kristal tetragonal

Panjang kisi sampel rGO TM-TiO₂

$$d = \frac{\lambda}{2.\sin\theta}$$

$$d3 = \frac{1,540598}{2.\sin(0,3288103)} = 2,38544023 \text{ Å}$$

$$d5 = \frac{1,540598}{2.\sin(1,4184576)} = 1,89564885 \text{ Å}$$

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}$$

$$\frac{1}{d3^2} = \frac{0^2 + 0^2}{a^2} + \frac{4^2}{c^2}$$

$$\frac{1}{2,38544023^2} = \frac{0^2 + 0^2}{a^2} + \frac{4^2}{c^2}$$

$$c = 9,54173 \text{ Å}$$

$$\frac{1}{d5^2} = \frac{2^2 + 0^2}{a^2} + \frac{0^2}{c^2}$$

$$\frac{1}{1,89564885^2} = \frac{2^2 + 0^2}{a^2} + \frac{0^2}{c^2}$$

$$a = b = 3,79131 \text{ Å}$$

Panjang kisi sampel rGO 10m-TiO₂

$$d = \frac{\lambda}{2.\sin\theta}$$

$$d3 = \frac{1,540598}{2.\sin(0.3290833)} = 2,3835334 \text{ Å}$$

$$d5 = \frac{1,540598}{2.\sin(0,4184731)} = 1,89558301 \text{ Å}$$
$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}$$
$$\frac{1}{d3^2} = \frac{0^2 + 0^2}{a^2} + \frac{4^2}{c^2}$$
$$\frac{1}{2,3835334^2} = \frac{0^2 + 0^2}{a^2} + \frac{4^2}{c^2}$$
$$c = 9,53413 \text{ Å}$$
$$\frac{1}{d5^2} = \frac{2^2 + 0^2}{a^2} + \frac{0^2}{c^2}$$
$$\frac{1}{1,89558301^2} = \frac{2^2 + 0^2}{a^2} + \frac{0^2}{c^2}$$
$$a = b = 3,79117 \text{ Å}$$

Panjang kisi sampel rGO 20m-TiO₂

$$d = \frac{\lambda}{2.\sin\theta}$$

$$d3 = \frac{1,540598}{2.\sin(0,328383)} = 2,38843192 \text{ Å}$$

$$d5 = \frac{1,540598}{2.\sin(0,4180815)} = 1,89725356 \text{ Å}$$

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}$$

$$\frac{1}{d3^2} = \frac{0^2 + 0^2}{a^2} + \frac{4^2}{c^2}$$

$$\frac{1}{2,38843192^2} = \frac{0^2 + 0^2}{a^2} + \frac{4^2}{c^2}$$

$$c = 9,55373 \text{ Å}$$

$$\frac{1}{d5^2} = \frac{2^2 + 0^2}{a^2} + \frac{0^2}{c^2}$$

$$\frac{1}{1,89725356^2} = \frac{2^2 + 0^2}{a^2} + \frac{0^2}{c^2}$$

$$a = b = 3,7951 \text{ Å}$$

Panjang kisi sampel rGO 30m-TiO₂

$$d = \frac{\lambda}{2.\sin\theta}$$

$$d3 = \frac{1,540598}{2.\sin(0.3277161)} = 2,39311651 \text{ Å}$$

$$d5 = \frac{1,540598}{2.\sin(0,4172847)} = 1,90066274 \text{ Å}$$

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}$$

$$\frac{1}{d_{32}^2} = \frac{0^2 + 0^2}{a^2} + \frac{4^2}{c^2}$$

$$\frac{1}{2,39311651^2} = \frac{0^2 + 0^2}{a^2} + \frac{4^2}{c^2}$$

$$c = 9,57247 \text{ Å}$$

$$\frac{1}{d5^2} = \frac{2^2 + 0^2}{a^2} + \frac{0^2}{c^2}$$

$$\frac{1}{1,90066274^2} = \frac{2^2 + 0^2}{a^2} + \frac{0^2}{c^2}$$

$$a = b = 3,80133 \text{ Å}$$

Panjang kisi sampel rGO 40m-TiO₂

$$d = \frac{\lambda}{2.\sin\theta}$$

$$d3 = \frac{1,540598}{2.\sin(0,3280206)} = 2,39097532 \text{ Å}$$

$$d5 = \frac{1,540598}{2.\sin(0,4177928)} = 1,89848722 \text{ Å}$$

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}$$

$$\frac{1}{d3^2} = \frac{0^2 + 0^2}{a^2} + \frac{4^2}{c^2}$$

$$\frac{1}{2,39097532^2} = \frac{0^2 + 0^2}{a^2} + \frac{4^2}{c^2}$$

$$c = 9,5639 \text{ Å}$$

$$\frac{1}{d5^2} = \frac{2^2 + 0^2}{a^2} + \frac{0^2}{c^2}$$

$$\frac{1}{1,89848722^2} = \frac{2^2 + 0^2}{a^2} + \frac{0^2}{c^2}$$
$$a = b = 3,79697 \text{ Å}$$

LAMPIRAN 4 HASIL (OUTPUT) SOFTWARE ORIGINPRO 8.5

Sampel rGO TM-TiO₂



Sampel rGO 10m-TiO₂

		1 11 10 000		2021 10.10.007		minical ourie	1 11 10000	33/ [10/2/2	
10.0.0 M 10.0	otes 🔹		2.1		(F)	Notes -	, <u> </u>		
I In	nut Data	-				Input Data	l III		
	paramotore					Input Data	<u> </u>		
	arameters	<u> </u>	Volue	Stondard Error		Parameters	_	Value	Oten deed Error
		-	value	Stanuaru Entit				value	Standard Error
	_	y0	27.95037	2.50579			y0	37.02572	2.2458
		XC	38.46603	0.00791			XC	47.95348	0.00249
		W	0.32016	0.02516			w	0.33962	0.00685
ir	ntensity (a.u.)	A	21.53338	2.22769		intensity (a.u.)	A	96.18633	2.35738
		sigma	0.16008	0.01258			sigma	0.16981	0.00342
Щ		FWHM	0.37696	0.02962			EWHM	0 39988	0.00806
		Hoight	53,66461	2,86602			Lisight	225.07262	2 20725
		Height	33.00401	2.00002			Height	220.97202	3.29123
Manl	linear Ourse	Eit (Cau		0004 40:05:46		onlinoar Curvo	Eit (Car	(10/2/2	001 12:06:051
NOTI	mear Curve	Fil (Gau	ss) (10/2/	2021 13.25.10)		Notoo	Fit (Gau	33) (10/2/2	.021 13.20.03)
+ NC	otes 🔄	-			+	Notes			
± Inp	put Data	•			+	Input Data	•		
Pa	arameters	-				Parameters	-		
			Value	Standard Error				Value	Standard Error
		v0	38,20999	3.03572			v0	35.59876	3.07594
		y c	53 82049	0.00456			xc	54,98103	0.00452
		XC	0.24049	0.00430				0.350.24	0.01406
		W	0.3494	0.01454		internette (a.c.)	W	0.00021	0.01490
l in	ntensity (a.u.)	A	55.71688	3.05058		intensity (a.u.)	A	53.10763	3.04775
		sigma	0.1747	0.00727			sigma	0.1751	0.00748
Ч		FWHM	0.41138	0.01711	4		FWHM	0.41234	0.01761
		Height	127.23507	3.63676			Height	120.99548	3.53921
	1			1	 -				
Non	linear Curve	Fit (Gal	uss) (10/2	/2021 13:26:55	⊡ , 1 ⊡ <u>∧</u>	Ionlinear Curv	e Fit (Ga	auss) (10/2	/2021 13:28:40
+ N	otes 👻				+	Notes	•		
∓ In	nout Data 🗌				+	Input Data	-		
	arameters					Darameters			
	arameters	<u> </u>	Malua	Ohers david Errore		Farameters	<u> </u>	Malua	Oten dead Error
			value	Standard Error				value	Standard Error
		y0	31.19176	1.56401			yC	18.94358	1.48406
							-		
1		XC	62.62122	0.00735			xc	68.7204	0.01115
		xc	62.62122 0.39834	0.00735			x	68.7204 0.41596	0.01115
 	intensitv (a.u.)	XC W A	62.62122 0.39834 44.09487	0.00735		intensity (a.u.	xc w	68.7204 0.41596 20.96362	0.01115
i	intensity (a.u.)	XC W A	62.62122 0.39834 44.09487 0.19917	0.00735 0.01774 2.17232 0.00887		intensity (a.u.	X(W .) A	68.7204 0.41596 20.96362	0.01115 0.03098 1.90336 0.01549
i	intensity (a.u.)	xc W A sigma	62.62122 0.39834 44.09487 0.19917	0.00735 0.01774 2.17232 0.00887		intensity (a.u.) A sigma	68.7204 0.41596 20.96362 0.20798	0.01115 0.03098 1.90336 0.01549
i	intensity (a.u.)	xc W A sigma FWHM	62.62122 0.39834 44.09487 0.19917 0.46901	0.00735 0.01774 2.17232 0.00887 0.02088		intensity (a.u.) A sigma	68.7204 0.41596 20.96362 0.20798 0.48976	0.01111 0.03098 1.90336 0.01549 0.03648
el r	rGO 20m	xc w A sigma FWHM Height	62.62122 0.39834 44.09487 0.19917 0.46901 88.32375	0.00735 0.01774 2.17232 0.00887 0.02088 3.03389		intensity (a.u.	xx w) A sigma FWHM Heigh	68.7204 0.41596 20.96362 0.20798 0.48976 40.21164	0.01111 0.0309 1.9033 0.0154 0.0364 2.1467
el r Non ₩ N ₩ In	intensity (a.u.) rGO 20m liinear Curve lotes <u></u> nput Data	xc w A sigma FWHM Height n-TiO; e Fit (Ga	62.62122 0.39834 44.09487 0.19917 0.46901 88.32375 2 uss) (10/2	0.00735 0.01774 2.17232 0.00887 0.02088 3.03389 2/2021 13:50:3		Intensity (a.u. Nonlinear Curv Notes	xxx www. sigma FWHM Heigh	68.7204 0.41596 20.96362 0.20798 0.48976 40.21164	0.01111 0.03096 1.90336 0.01545 0.03646 2.14676 2.14676
el r Non Non Non Non P	rGO 20m Intensity (a.u.) CGO 20m Intear Curve Iotes	xc w A sigma FWHM Height h-TiO	62.62122 0.39834 44.09487 0.19917 0.46901 88.32375 2 uss) (10/	0.00735 0.01774 2.17232 0.00887 0.02088 3.03389 2/2021 13:50:3		intensity (a.u. Nonlinear Curv I Notes I Input Data	ve Fit (Ga	68.7204 0.41596 20.96362 0.20798 0.48976 40.21164	0.01111 0.0309 1.9033 0.01545 0.03645 2.14676 2021 13:52:13)
el r	rGO 20m Intensity (a.u.) CGO 20m Intear Curve Iotes	xc w A sigma FWHM Height h-TiO	62.62122 0.39834 44.09487 0.19917 0.46901 88.32375 2 uss) (10/2 Value	0.00735 0.01774 2.17232 0.00887 0.02088 3.03389 2/2021 13:50:3		Nonlinear Curv Notes Input Data Parameters	ve Fit (Ga	68.7204 0.41596 20.96362 0.20798 0.48976 40.21164	0.01111 0.0309 1.9033 0.0154 0.0364 2.1467 2.1467
el r Non ■ N ■ N	rGO 20m Intensity (a.u.) CGO 20m Intear Curve Iotes Input Data Input Data	xc w A sigma FWHM Height h-TiO e Fit (Ga	62.62122 0.39834 44.09487 0.19917 0.46901 88.32375 2 uss) (10/2 Value 100.8602	0.00735 0.01774 2.17232 0.00887 0.02088 3.03389 2/2021 13:50:3 Standard Errr 34 6.588		Nonlinear Curv ● Notes ● Input Data Parameters	ve Fit (Ga	68.7204 0.41596 20.96362 0.20798 0.48976 40.21164 uss) (10/2/	0.01111 0.0309 1.9033 0.0154 0.0364 2.1467 2021 13:52:13)
el r	intensity (a.u.) GO 20m nlinear Curve lotes put Data harameters	xc w A sigma FWHM Height h-TIO: Fit (Ga	62.62122 0.39834 44.09487 0.19917 0.46901 88.32375 2 uss) (10/2 Value 100.8603 25.1340	0.00735 0.01774 2.17232 0.00887 0.02088 3.0389 2/2021 13:50:3 52/2021 13:50:50:50:50:50:50:50:50:50:50:50:50:50:		Nonlinear Curv ■ Notes Parameters	xxx www sigma FWHM Heigh ve Fit (Ga v v v v v v v v v v v v	 68.7204 0.41596 20.96362 0.20798 0.48976 40.21164 uss) (10/2/ Value 40.35177	0.01111 0.03094 1.9033 0.01544 0.03644 2.14676 2021 13:52:13) Standard Error 8.11694
el r Non ♥ N ♥ In	intensity (a.u.) rGO 20m linear Curve lotes <u></u> nput Data larameters	xc w A sigma FWHM Height n-TIO Fit (Ga	62.62122 0.39834 44.09487 0.19917 0.46901 88.32375 2 uss) (10/2 Value 100.8601 25.1311	0.00735 0.01774 2.17232 0.00887 0.02088 3.03389 2/2021 13:50:3 2/2021 13:50:3 50:50:50:50:50:50:50:50:50:50:50:50:50:5		Nonlinear Curv ■ Notes ■ Input Data Parameters	xxx www sigma FWHM Heigh re Fit (Ga ▼ ↓ ↓ y0 xxx	68.7204 0.41596 20.96362 0.20798 0.48976 40.21164 uss) (10/2/ Value 40.35177 37.62992	0.01111 0.0309 1.9033 0.0154 0.0364 2.1467 2021 13:52:13) Standard Error 8.11694 0.00434
el r Non ♥ N ♥ In ♥ P	intensity (a.u.) rGO 20m nlinear Curve lotes <u></u> nput Data harameters	xc w A sigma FWHM Height h-TiO e Fit (Ga e Fit (Ga y0 xc w	62.62122 0.39834 44.09487 0.19917 0.46901 88.32375 2 uss) (10/2 100.8602 25.1314 0.277	0.00735 0.01774 2.17232 0.00887 0.02088 3.03389 2/2021 13:50:3 5tandard Errr 34 6.588 39 0.0021 19 0.0055		Nonlinear Curv ■ Notes ■ Input Data ■ Parameters	ve Fit (Ga	 68.7204 0.41596 20.96362 0.20798 0.48976 40.21164 uss) (10/2/ Value 40.35177 37.62992 0.29926	0.01111 0.0309 1.9033 0.01543 0.03644 2.14670 2021 13:52:13) Standard Error 8.11694 0.00434 0.0199
Del r Non ♥ N ♥ In ♥ P	intensity (a.u.) CGO 20m Inlinear Curve lotes Input Data Parameters	xc w A sigma FWHM Height h-TiO Fit (Ga S S V V V V V V V V V V V V	62.62122 0.39834 44.09487 0.19917 0.46901 88.32375 2 uss) (10/2 value 100.8603 25.1314 0.277 203.3405	0.00735 0.01774 2.17232 0.00887 0.02088 3.03389 2/2021 13:50:33 Standard Erm 34 6.588 39 0.0021 19 0.0055 91		Nonlinear Curv ■ Notes ■ Input Data ■ Parameters	ve Fit (Ga	 68.7204 0.41596 20.96362 0.20798 0.48976 40.21164 40.21164 uss) (10/2/ Value 40.35177 37.62992 0.29926 58.29907 	0.01111 0.0309 1.9033 0.01545 2.1467(2021 13:52:13) Standard Error 8.11694 0.00434 0.0199 6.15059
Non Pel r Non P. In P. In In In In In In In In In In	intensity (a.u.) Intensity (a.u.) Intensity (a.u.)	xc w A sigma FWHM Height h-TIO: Fit (Ga Fit (Ga y0 xc w y0 xc w A sigma	62.62122 0.39834 44.09487 0.19917 0.46901 88.32375 2 uss) (10/2 100.8603 25.1318 0.277 203.3409 0.138	0.00735 0.01774 2.17232 0.00887 0.02088 3.03389 2/2021 13:50:3 2/2021 13:50:3 54andard Errr 34 6.588 39 0.002 19 0.005 91 5.471 36 0.002		Nonlinear Curv ■ Notes ■ Input Data Parameters intensity (a.u	xxx www sigma FWHM Heigh re Fit (Ga v v v v v v v v v v v v v	 68.7204 0.41596 20.96362 0.20798 0.48976 40.21164 40.21164 40.21164 40.35177 37.62992 0.29926 58.29907 0.44952 	0.01115 0.03098 1.90336 0.01545 0.03648 2.14676 2021 13:52:13) Standard Error 8.11694 0.00434 0.01959 0.00055
Del r Non ♥ N ♥ In	intensity (a.u.) rGO 20m nlinear Curve lotes aput Data arameters intensity (a.u.)	xc w sigma FWHM Height a-TIO Fit (Ga Fit (Ga y y0 xc w y0 xc xc w a Sigma	62.62122 0.39834 44.09487 0.19917 0.46901 88.32375 2 uss) (10/2 value 100.8603 25.1316 0.277 203.3403 0.133 0.326	0.00735 0.01774 2.17232 0.00887 0.02088 3.03389 2/2021 13:50:3 2/2021 13:50:3 2/2021 13:50:3 30 0.002 19 0.005 19 0.005 19 0.005 37 0.00		Nonlinear Curv Notes Notes Parameters intensity (a.u.	ve Fit (Ga ve Fi	 68.7204 0.41596 20.96362 0.20798 0.48976 40.21164 40.21164 40.35177 37.62992 0.29926 58.29907 0.14963 25222 	0.01115 0.03096 0.01545 0.03646 2.14676 2021 13:52:13) Standard Error 8.11694 0.00434 0.0199 6.15059 0.00995
Non Non P. In P. In In In In In In In In In In	intensity (a.u.) IGO 20m Intensity (a.u.) Intensity (a.u.)	xc w A sigma FWHM Height D-TIO Fit (Ga Fit (Ga y0 xc w y0 xc w a Sigma FWHM Height	62.62122 0.39834 44.09487 0.19917 0.46901 88.32375 2 uss) (10// 100.8600 25.1314 0.277 203.3409 0.136 0.3265 555.201	0.00735 0.01774 2.17232 0.00887 0.02088 3.03389 2/2021 13:50:3 52/2021 13:50:5		Nonlinear Curv Notes Parameters intensity (a.u	re Fit (Ga v v v v v v v v v v v v v	 68.7204 0.41596 20.96362 0.20798 0.48976 40.21164 uss) (10/2/ Value 40.35177 37.62992 0.29926 58.29907 0.14963 0.35235	0.0111: 0.0309 1.9033 0.0154: 0.0364 2.14670 2021 13:52:13) Standard Error 8.11694 0.00434 0.0199 6.15059 0.00995 0.02343
el r Non * N * In P	intensity (a.u.) IGO 20m Ininear Curve Notes Input Data Parameters	xc w A sigma FWHM Height D-TiO Fit (Ga Fit (Ga V V V V V V V V V V V	62.62122 0.39834 44.09487 0.19917 0.46901 88.32375 2 uss) (10// 100.8602 25.1311 0.277 203.3402 0.136 0.3262 5.52.201	0.00735 0.01774 2.17232 0.00887 0.02088 3.03389 2/2021 13:50:3 52/2021 13:50:5		Nonlinear Curv ■ Notes ■ Input Data ■ Parameters intensity (a.u	// XXX WW// Sigma FWH/// Heigh // // // // // // // // // /	 68.7204 0.41596 20.96362 0.20798 0.48976 40.21164 uss) (10/2/ Value 40.35177 37.62992 0.29926 58.29907 0.14963 0.35235	0.011 0.030 1.903 0.015 0.036 2.146 2021 13:52:13 2021 13:52:13 Standard Erro 8.1169 0.0043 0.019 6.1505 0.0099 0.0234
Pel r Non ■ N ■ In = Pi i Nonlii Nonlii Nonlii Nonlii Nonlii	intensity (a.u.) rGO 20m linear Curve lotes <u></u> nput Data larameters intensity (a.u.) linear Curve I botes <u></u>	xc w A sigma FWHM Height -TIO Fit (Gause FWHM Height Fit (Gause	62.62122 0.39834 44.09487 0.19917 0.46901 88.32375 2 uss) (10/2 25.1314 0.277 203.3409 0.134 0.3265 585.3041 ss) (10/2/2	0.00735 0.01774 2.17232 0.00887 0.2088 3.03389 2/2021 13:50:3 Standard Err 34 6.588 39 0.0021 36 0.0021 37 0.002 37 0.002 37 0.002 37 0.002 37 0.002 37 0.002 37 0.002 37 0.0176 2021 13:55:32)		Nonlinear Curv Notes Parameters intensity (a.u.	ve Fit (Gau	 68.7204 0.41596 20.96362 0.20798 0.48976 40.21164 Uss) (10/2/ Value 40.35177 37.62992 0.29926 58.29907 0.14963 0.35235 155.43697 ss) (10/5/20	0.0111 0.0309 1.9033 0.0154 0.0364 2.1467 2021 13:52:13) Standard Error 8.11694 0.00434 0.0199 6.15059 0.02343 7.74075 021 20:01:20)
Pel r Non ♥ N ♥ N ♥ N ♥ Non III ♥ Non III	intensity (a.u.) IGO 20m Intensity (a.u.) Intensity (a.u.) Intensity (a.u.) Intensity (a.u.) Intensity (a.u.)	xc w A sigma FWHM Height T-TiO Fit (Gause FWHM Height Fit (Gause	62.62122 0.39834 44.09487 0.19917 0.46901 88.32375 2 <i>uss) (10//</i> 203.3405 0.134 0.3265 585.3041 ss) (10/2/2	0.00735 0.01774 2.17232 0.00887 0.02088 3.03389 2/2021 13:50:33 54 6.588 39 0.0021 19 0.005 31 5.4711 36 0.0021 37 0.00 76 8.818		Intensity (a.u. Nonlinear Curve Notes Parameters Parameters Input Data Parameters Intensity (a.u. onlinear Curve Notes	<pre>xxx www sigma FWHW Height</pre>	 68.7204 0.41596 20.96362 0.20798 0.48976 40.21164 40.21164 40.21164 40.35177 37.62992 0.29926 58.29907 0.14963 0.35235 155.43697 ss) (10/5/20 	0.0111 0.0309 1.9033 0.0154 0.0364 2.1467 2021 13:52:13) 2021 13:52:13)
Del r Non Non Non Non Non Non Non Non Non Non	intensity (a.u.) Intensity (a.u.) Intensity (a.u.) Intensity (a.u.) Intensity (a.u.) Intensity (a.u.) Intensity (a.u.) Intensity (a.u.)	xc w A sigma FWHM Height T-TiO Fit (Gause FWHM Height Fit (Gause FWHM Height	62.62122 0.39834 44.09487 0.19917 0.46901 88.32375 2 uss) (10/2 2 100.8603 25.1314 0.277 203.3403 0.134 0.3263 585.3041 ss) (10/2/2	0.00735 0.01774 2.17232 0.00887 0.02088 3.03389 2/2021 13:50:33 2/2021 13:50:33 Standard Erm 34 6.588 39 0.0021 36 0.0021 37 0.0076 8.818 2021 13:55:32)		Intensity (a.u. Nonlinear Curve Notes Parameters Input Data Parameters intensity (a.u onlinear Curve Notes ▼ Input Data Parameters	<pre>xxx www sigma FWHW Heigh v v v v v v v v v v v v v v v v v v</pre>	 68.7204 0.41596 20.96362 0.20798 0.48976 40.21164 40.21164 40.21164 40.35177 37.62992 5.29926 5.29927 0.14963 0.35235 155.43697 ss) (10/5/26 	0.0111: 0.0309 1.9033 0.0154 0.0364 2.1467 2021 13:52:13) 2021 13:52:13) Standard Error 8.11694 0.00434 0.0199 6.15059 0.002343 7.74075 021 20:01:20)
Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli Nonli N	intensity (a.u.) IGO 20m allinear Curve lotes put Data parameters intensity (a.u.) linear Curve H otes Jout Data arameters	xc w A sigma FWHM Height 1-TIO 2 Fit (Gau Sigma Y0 xc w y0 xc w y0 xc Fit (Gau FWHM Height Fit (Gaus	62.62122 0.39834 44.09487 0.19917 0.46901 88.32375 2 <i>uss) (10/2</i> 2 <i>value</i> 100.8603 25.1316 0.277 203.3406 0.133 0.3265 585.3041 ss) (10/2/2	0.00735 0.01774 2.17232 0.00887 0.02088 3.03389 2/2021 13:50:3 Standard Err 34 6.588 39 0.0021 36 0.0021 37 0.00 76 8.818		Intensity (a.u. Nonlinear Curv Notes Input Data Parameters intensity (a.u onlinear Curve Notes Input Data Parameters	xxx www sigma FWHW Height re Fit (Gaa y0 xcc y0 xcc y0 xcc xcc y0 xcc xcc xcc xcc xcc xcc xcc xc	 68.7204 0.41596 20.96362 0.20798 0.48976 40.21164 40.21164 uss) (10/2/ Value 40.35177 37.62992 0.29926 58.29907 58.5 (10/5/20 	0.01111 0.0309 1.9033 0.0154 0.0364 2.14670 2021 13:52:13) Standard Error 8.11694 0.00434 0.0199 6.15059 0.002343 7.74075 0221 20:01:20)
Deel r Non ♥ N ♥ In ♥ Pa Nonlii Nonlii Nonlii Nonlii ♥ No ♥ No	intensity (a.u.) rGO 20m alinear Curve lotes _ aput Data arameters intensity (a.u.) inear Curve I botes _ botes _ bot Data arameters	xc w sigma FWHM Height D-TIO Fit (Gaus y0 xc w y0 xc w w A sigma FWHM Height Fit (Gaus	62.62122 0.39834 44.09487 0.19917 0.46901 88.32375 2 uss) (10/2 2 value 100.8600 25.1318 0.277 203.3403 0.134 0.3260 585.3047 ss) (10/2/2 Value	0.00735 0.01774 2.17232 0.00887 0.2088 3.03389 2/2021 13:50:3 Standard Erro 34 6.588 39 0.0021 36 0.002 37 0.0076 8.818 2021 13:55:32)		Nonlinear Curve Nonlinear Curve Parameters Parameters intensity (a.u onlinear Curve Notes ▼ Input Data Parameters	ve Fit (Gau	68.7204 0.41596 20.96362 0.20798 0.48976 40.21164 40.21164 40.35177 37.62992 0.29926 58.29907 0.14963 0.35235 155.43697 ss) (10/5/20	0.01111 0.0309 1.9033 0.0154 0.0364 2.1467 2021 13:52:13) Standard Error 8.11694 0.00434 0.0199 6.15059 0.002343 7.74075 021 20:01:20) Standard Error
Nonlill Nonlill Nonlill Nonlill Nonlill Nonlill Nonlill	intensity (a.u.) IGO 20m Ilinear Curve Iotes <u></u> Input Data larameters intensity (a.u.) Inear Curve F Dotes <u></u> put Data arameters	xc w A sigma FWHM Height C-TiO C Fit (Gause FWHM Height Fit (Gause V y0	62.62122 0.39834 44.09487 0.19917 0.46901 88.32375 2 uss) (10/2 25.1311 0.277 203.3409 0.131 0.3263 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041	0.00735 0.01774 2.17232 0.00887 0.02088 3.03389 2/2021 13:50:3 5404 Error 36 0.002 37 0.00 76 8.818 2021 13:55:32) Standard Error 3.62054		Intensity (a.u. Nonlinear Curve Input Data Parameters Input Quert intensity (a.u. onlinear Curve Notes Input Data Parameters	// Xxx // Xxx // Xxx // Xxxx // Xxxxx // Xxxxxxxxxxxxxxxxxxxxxxxxxxxxxxxxxxxx	 68.7204 0.41596 20.96362 0.20798 0.48976 40.21164 40.21164 40.21164 40.21164 40.35177 37.62992 0.29926 58.29907 0.14963 0.35235 155.43697 ss) (10/5/20 Value 32.47786 	0.01111 0.0309 1.9033 0.01543 0.03644 2.14670 2021 13:52:13) 2021 20:01:20) 2120:01:20) 2120:01:20) 2120:01:20)
Nonlin Nonlin Nonlin Nonlin Pa	intensity (a.u.) Intensity (a.u.) Intensity (a.u.) Intensity (a.u.) Intensity (a.u.) Intensity (a.u.) Intensity (a.u.)	xc w A sigma FWHM Height C-TiO C C C V V V V V V V V V V V V V V V V	62.62122 0.39834 44.09487 0.19917 0.46901 88.32375 2 <i>uss) (10//</i> 203.340 0.133 0.3263 585.3043 585.3043 ss) (10/2/2 Value 37.76465 47.90861	0.00735 0.01774 2.17232 0.00887 0.02088 3.03389 2/2021 13:50:33 2/2021 13:50:33 2/2021 13:50:33 34 6.588 39 0.0021 36 0.0021 37 0.0076 8.818 2021 13:55:32) Standard Error 3.62054 0.00269		Nonlinear Curv ■ Notes ■ Input Data ■ Parameters intensity (a.u onlinear Curve Notes Input Data Parameters	<pre>xxx www sigma FWHW Heigh v v v v v v v v v v v v v v v v v v</pre>	 68.7204 0.41596 20.96362 0.20798 0.48976 40.21164 40.21164 40.21164 40.21164 40.35177 37.62992 58.29907 0.14963 0.35235 155.43697 ss) (10/5/20 Value 32.47786 53.74765 	0.01111 0.0309 1.9033 0.01541 0.03641 2.14670 2021 13:52:13) Standard Error 6.15059 0.00434 0.00499 0.02343 7.74075 021 20:01:20) Standard Error 5.81926 0.00499
Pel I Non I Non P Non Non Non Non P Pa Pa	intensity (a.u.) IGO 20m allinear Curve lotes apput Data barameters intensity (a.u.) inear Curve I otes out Data arameters	xc w A sigma FWHM Height a-TiO ¢ fit (Gau sigma FWHM Height Fit (Gaus	62.62122 0.39834 44.09487 0.19917 0.46901 88.32375 2 <i>uss) (10/// 203.3400 0.133 0.3265 585.3041 ss) (10/2/2 Value 37.76465 47.90861 0.32217</i>	0.00735 0.01774 2.17232 0.00887 0.02088 3.03389 2/2021 13:50:33 2/2021 13:50:33 34 6.588 39 0.0025 31 32 33 34 6.588 39 0.0021 33 34 35 36 0.0021 37 0.0076 8.818 2021 13:55:32) Standard Error 3.62054 0.00269 0.00898		Intensity (a.u. Nonlinear Curv Notes Input Data Parameters intensity (a.u onlinear Curve Notes Input Data Parameters	<pre>xxx ww sigma FWHW Heigh v v v v v v v v v v v v v v v v v v</pre>	 68.7204 0.41596 20.96362 0.20798 0.48976 40.21164 40.21164 40.21164 40.35177 37.62992 0.29926 58.29907 0.14963 0.35235 155.43697 ss) (10/5/20 Value 32.47786 53.74765 0.3384 	0.01111 0.03096 1.90336 0.01545 0.03648 2.14676 2021 13:52:13) Standard Error 8.11694 0.00434 0.0199 6.15059 0.00434 0.0199 6.15059 0.02343 7.74075 021 20:01:20) Standard Error 5.81926 0.00499 0.02073
Von N In P In P In P In P In P In In P In In In In In In In In In In In In In	intensity (a.u.) Intensity (a.u.) Intensity (a.u.) Intensity (a.u.) Intensity (a.u.)	xc w A sigma FWHM Height a-TiO c Fit (Gau fwHM Height Fit (Gaus	62.62122 0.39834 44.09487 0.19917 0.46901 88.32375 2 uss) (10/2 2 100.8603 25.1316 0.277 203.3403 0.133 0.277 203.3403 0.133 0.3263 585.304 3585.304 3585.304 3585.304 37.76465 47.90861 0.32217 88.11148	0.00735 0.01774 2.17232 0.00887 0.02088 3.03389 2/2021 13:50:3 2/2021 13:50:3 3 3 0.002 3 0.002 3 3 0.002 3 0.002 3 0.002 3 0.002 3 0.002 3 0.002 3 0.002 3 0.002 3 0.002 3 0.002 3 0.002 3 0.002 3 0.002 3 0.002 3 0.002 3 0.002 3 0.002 3 0.002		Intensity (a.u. Nonlinear Curve Notes Input Data Parameters intensity (a.u Notes Parameters	xx ww ww ye Fit (Gaa FWHM Height Fit (Gau Fit (Gau Fit (Gau Fit (Gau	 68.7204 0.41596 20.96362 0.20798 0.48976 40.21164 40.21164 40.21164 40.35177 37.62992 0.29926 58.29907 0.14963 0.35235 155.43697 55.9107/5/26 Value 32.47786 53.74765 0.3384 57.32168 	0.01111 0.03093 1.90336 0.01545 0.03648 2.14676 2021 13:52:13) Standard Error 6.15059 0.00343 0.0199 6.15059 0.002343 7.74075 221 20:01:20) Standard Error 5.81926 0.00499 0.02073 5.21012
el I Non No Pel I No Inp Pa	intensity (a.u.) rGO 20m alinear Curve lotes _ aput Data arameters intensity (a.u.) inear Curve R out Data arameters mut Data arameters arameters	xc w A sigma FWHM Height -TIO 2 Fit (Gaus FWHM Height Fit (Gaus FWHM Height Fit (Gaus	62.62122 0.39834 44.09487 0.19917 0.46901 88.32375 2 uss) (10/2 2 100.8600 25.1314 0.277 203.3409 0.134 0.277 203.3409 0.134 0.3265 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.3041 585.304100000000000000000000000000000000000	0.00735 0.01774 2.17232 0.00887 0.02088 3.03389 2/2021 13:50:3 2/2021 13:50:3 34 6.588 39 0.002 9 0.002 37 0.00 76 8.818 2021 13:55:32) Standard Error 3.62054 0.00269 0.00289 0.30062 0.00449		Intensity (a.u. Nonlinear Curve Parameters Parameters Input Data Parameters Notes Input Data Parameters Input Data Parameters	<pre>xxx ww sigma FWHM Heigh re Fit (Ga y0 xc ww A sigma Fit (Gau y0 xc ww A sigma</pre>	 68.7204 0.41596 20.96362 0.20798 0.48976 40.21164 Value 40.21164 Value 40.21164 Value 40.21164 Value 30.35235 155.43697 Value 32.47786 53.74765 0.3384 57.32168 0.1692 	0.01111 0.03093 1.90336 0.01545 0.03648 2.14676 2021 13:52:13) Standard Error 5.002343 7.74075 021 20:01:20) Standard Error 5.81926 0.00499 0.02073 5.21012 0.01036
Non ■ N Non ■ N N N N N N N N N N N N N N	intensity (a.u.) rGO 20m nlinear Curve lotes arameters intensity (a.u.) intensity (a.u.) intensity (a.u.)	xc w A sigma FWHM Height D-TiO 2 FWIM Height FWIM Height F/It (Gaus FWHM Height F/It (Gaus Sigma Sigma	62.62122 0.39834 44.09487 0.19917 0.46901 88.32375 2 <i>uss) (10//</i> 203.3403 0.133 0.251314 0.277 203.3403 0.134 0.3263 585.3041 35 <i>) (10/2/2</i> Value 37.76465 47.90861 0.32217 88.11148 0.32217 88.11148 0.3293	0.00735 0.01774 2.17232 0.00887 0.02088 3.03389 2/2021 13:50:33 2/2021 13:50:33 30 0.0021 31 0.0021 32 0.0021 33 0.0021 34 0.588 39 0.0021 35 0.0021 37 0.00 76 8.818 2021 13:55:32) 2021 13:55:32) 2021 13:55:32) 2021 13:55:32)		intensity (a.u. Nonlinear Curve Notes Input Data Parameters intensity (a.u. notes Input Data Parameters Input Data Parameters	<pre>xxx ww sigma FWHW Heigh</pre>	 68.7204 68.7204 0.41596 20.96362 0.20798 0.48976 40.21164 51.74765 0.384 57.32168 0.36924 	0.01115 0.03098 1.90336 0.01545 0.03648 2.14676 2021 13:52:13) Standard Error 8.11694 0.00434 0.0199 0.00995 0.02343 7.74075 021 20:01:20) Standard Error 5.81926 0.00499 0.02073 5.21012 0.01036
Del I Non ■ No ■ No Non I Non I P a I P a I I P I I I I I I I I I I I I I	intensity (a.u.) Intensity (a.u.) Intensity (a.u.) Intensity (a.u.) Intensity (a.u.) Intensity (a.u.) Intensity (a.u.) Intensity (a.u.)	xc w A sigma FWHM Height A-TIO C C W A Sigma FWHM Height Fit (Gaus FWHM Height	62.62122 0.39834 44.09487 0.19917 0.46901 88.32375 2 <i>uss) (10//</i> 2 <i>uss) (10//</i> 203.3400 0.134 0.277 203.3400 0.134 0.277 203.3401 0.3263 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047 585.3047	0.00735 0.01774 2.17232 0.00887 0.02088 3.03389 2/2021 13:50:33 2/2021 13:50:33 2/2021 13:50:33 34 6.588 39 0.0021 36 0.0021 37 0.0076 8.818 2021 13:55:32) Standard Error 3.62054 0.00269 0.00898 3.30062 0.00449 0.01449		Intensity (a.u. Nonlinear Curve Notes Input Data Parameters Intensity (a.u. Intensity (a.u.)	<pre>xxx ww xx y0 xx xx y0 xx xx y0 xx xx</pre>	 68.7204 0.41596 20.96362 0.20798 0.48976 40.21164 40.21164 40.21164 40.21164 40.35177 37.62992 5.29907 0.14963 0.35235 155.43697 ss) (10/5/20 Value 32.47786 53.74765 0.33844 57.32168 0.1692 0.39844 0.39844 155.4267 	0.01115 0.03098 1.90336 0.01549 0.03648 2.14676 2.14676 2021 13:52:13) 2021 20:01:20) 21 20:01:20) 22 20:01:20) 22 20:01:20) 23 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01:20) 20:01

6), 1 📮	N	Ionlinear Curve	Fit (Ga	uss) (10/5/	2021 19:29:22)	@, 1 📮	Ν	onlinear Curve	Fit (Ga	uss) (10/2/	2021 13:59:51)
	+	Notes -					+	Notes -			
	+	Input Data	•				+	Input Data	-		
	Ę	Parameters	•				Ę	Parameters	•		
				Value	Standard Error					Value	Standard Error
			y0	35.90284	1.87872				y0	35.0052	1.85724
			XC	54.93289	0.00412				XC	62.54747	0.00752
			w	0.34402	0.01127				w	0.36616	0.0185
		intensity (a.u.)	A	50.80401	2.01154			intensity (a.u.)	A	40.6005	2.30901
			sigma	0.17201	0.00564				sigma	0.18308	0.00925
		-	FWHM	0.40505	0.01327	1	ΙL	-	FWHM	0.43112	0.02178
			Height	117.829	2.7858				Height	88.47127	3.41533
d) , 1 (Ionlinear Curv	e Fit (G	auss) (10/	5/2021 19:53:8	55)					
	+	Notes	•								
	+	Input Data	•								
	Ę	Parameters	- -								
				Value	Standard Erro	or					
			v	0 21.339	2 1 3069	97					

0.00873

0.02423

1.52555

0.01212

0.02853

1.89254

68.62579

0.37856

19.55205

0.18928

0.44572

XC

w

A sigma

Height 41.20958

FWHM

Sampel rGO 30m-TiO₂

intensity (a.u.)

🛍 1



Sampel rGO 40m-TiO₂



LAMPIRAN 5 PERHITUNGAN UKURAN KRISTAL DENGAN METODE WILLIAMSON-HALL

Diketahui;

λ= 0,1540598 nm

K = 0,89

Sampel rGO TM-TiO₂

Didapatkan y0= 0,00446 dari hasil plotting linear $D = \frac{\lambda . K}{y0}$ $D = \frac{0,1540598.0,89}{0,00446}$ D = 30,7429148 nm

Sampel rGO 10m-TiO₂

Didapatkan y0= 0,00493 dari hasil plotting linear $D = \frac{\lambda . K}{y0}$ $D = \frac{0,1540598 .0,89}{0,00493}$ D = 28,98803383 nm

Sampel rGO 20m-TiO₂

Didapatkan y0= 0,00497 dari hasil plotting linear $D = \frac{\lambda . K}{y0}$ $D = \frac{0,1540598 .0,89}{0,00497}$ D = 27,58820926 nm

Sampel rGO 20m-TiO₂

Didapatkan y0= 0,00446 dari hasil plotting linear

$$D = \frac{\lambda . K}{y0}$$

$$D = \frac{0,1540598.0,89}{0,00466}$$

$$D = 29,42347639 nm$$

Sampel rGO 40m-TiO₂

Didapatkan y0= 0,00525 dari hasil plotting linear $D = \frac{\lambda . K}{y0}$ $D = \frac{0,1540598.0,89}{0,00525}$ D = 26,1168381 nm



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

PROGRAM STUDI FISIKA

JI Gajayana No. 50 Malang 65144 Telp. / Fax. (0341) 558933 Website : http://fisika.uin-malang.ac.id, e-mail : Fis@uin-malang.ac.id

BUKTI KONSULTASI SKRIPSI

Nama	: David Lee Giant Axala
NIM	: 17640027
Fakultas/Program Studi	: Sains dan Teknologi / Fisika
Judul Skripsi	: Analisis Parameter Struktur Kristal Nanokomposit rGO-
	TiO ₂ Menggunakan Metode Numerik (Bragg's Law Dan
	Williamson-Hall) Dan Metode Rietveld (MAUD)
Pembimbing 1	: Utiya Hikmah, M.Si
Pembimbing 2	: Drs. Abdul Basid, M.Si

Konsultasi Fisika

No	Tanggal	Hal	Tanda Tangan
1	3 Mei 2021	Konsultasi BAB I, II, dan III	
2	14 September 2021	Konsultasi BAB III, IV	th
3	12 Februari 2022	Konsultasi BAB IV	Ala
4	9 Maret 2022	Konsultasi BAB IV	AL
5	28 Mei 2022	Konsultasi BAB IV	H
6	8 Juni 2022	Konsultasi BAB IV dan V	H

Konsultasi Integrasi

No	Tanggal	Hal	Tanda Tangan
1	5 Mei 2021	Konsultasi Intergrasi BAB I dan II	b
2	22 April 2022	Konsultasi Integrasi BAB IV	1
3	9 Juni 2022	Konsultasi Integrasi BAB IV	P

Malang, 16 Juni 2022 Mengetahui, Ketua Program Studi, m Tazi, M.Si FI IK NIP-19740730 200312 1 002