

**ANALISIS PARAMETER STRUKTUR KRISTAL MATERIAL
KOMPOSIT EG-TiO₂ DENGAN MENGGUNAKAN METODE *RIETVELD*
DAN *WILLIAMSON-HALL***

SKRIPSI

Oleh:
ISLAM ILHAMMINATA
NIM. 18640035



**PROGRAM STUDI FISIKA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2025**

**ANALISIS PARAMETER STRUKTUR KRISTAL MATERIAL
KOMPOSIT EG-TiO₂ DENGAN MENGGUNAKAN METODE *RIETVELD*
DAN *WILLIAMSON-HALL***

SKRIPSI

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

**Oleh:
ISLAM ILHAMMINATA
NIM. 18640035**

**PROGRAM STUDI FISIKA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2025**

HALAMAN PERSETUJUAN

ANALISIS PARAMETER STRUKTUR KRISTAL MATERIAL KOMPOSIT EG-TiO₂ DENGAN MENGGUNAKAN METODE *RIETVELD* DAN *WILLIAMSON-HALL*

SKRIPSI

Oleh:
Islam Ilhamminata
NIM. 18640035

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Pada tanggal, 24 Juni 2025

Pembimbing I

Utiva Hikmah, M.Si.
NIP. 19880605 202321 2 054

Pembimbing II

Naqiibatin Nadliriyah, S.Si. M.Si.
NIP. 19811119 200801 2 009

Mengetahui,
Ketua Program Studi



Imam Tazi, M.Si.
19740730 200312 1 002

HALAMAN PENGESAHAN

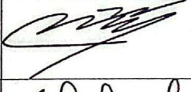
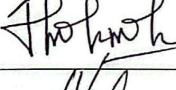
ANALISIS PARAMETER STRUKTUR KRISTAL MATERIAL KOMPOSIT EG-TiO₂ DENGAN MENGGUNAKAN METODE RIETVELD DAN WILLIAMSON-HALL

SKRIPSI

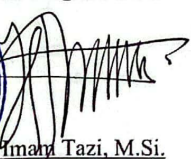
Oleh:

Islam Ilhamminata
NIM. 18640035

Telah Dipertahankan Di Depan Dewan Penguji
Dan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Pada Tanggal, 24 Juni 2025

Penguji Utama :	<u>Dr. Erna Hastuti, M.Si.</u> NIP. 19811119 200801 2 009	
Ketua Penguji :	<u>Rusli, M.Si.</u> NIP. 19880715 202012 1 003	
Sekretaris Penguji :	<u>Utiya Hikmah, M.Si.</u> NIP. 19880605 202321 2 054	
Anggota Penguji :	<u>Naqiibatin Nadliriyah, S.Si. M.Si.</u> NIP. 19920221 201903 2 020	

Mengesahkan,
Ketua Program Studi



Imam Tazi, M.Si.
NIP. 19740730 200312 1 002

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : ISLAM ILHAMMINATA
NIM : 18640035
Jurusan : FISIKA
Fakultas : SAINS DAN TEKNOLOGI
Judul Penelitian : Analisis Parameter Struktur Kristal Material Komposit EG-
TiO₂ Dengan Menggunakan Metode *Rietveld* dan
Williamson-Hall

Menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa hasil penelitian saya ini tidak terdapat unsur-unsur penjiplakan karya penelitian atau karya ilmiah yang pernah dilakukan atau dibuat oleh orang lain, kecuali yang tertulis dikutip dalam naskah ini dan disebutkan dalam sumber kutipan dan daftar pustaka. Apabila ternyata hasil penelitian ini terbukti terdapat unsur-unsur jiplakan maka saya bersedia untuk menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 26 Juni 2025
Yang Membuat Pernyataan



Islam Ilhamminata
NIM. 18640035

MOTTO

Mulai saja dulu, nanti bisa diperbaiki dan disempurnakan sambil jalan

HALAMAN PERSEMBAHAN

Segala puji dan syukur kepada Allah SWT
Sholawat serta salam tertuju kepada Nabi Muhammad SAW

Skripsi ini kupersembahkan untuk:

Kedua orang tuaku,

Saudari perempuanku,

Keponakanku,

Dosen pembimbing, para penguji, seluruh dosen, dan

Diriku sendiri yang telah memilih untuk melanjutkan dan menyelesaikan skripsi
ini.

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadiran Allah SWT yang senantiasa memberikan rahmat, taufiq dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Analisis Parameter Struktur Kristal Material Komposit EG-TiO₂ Dengan Menggunakan Metode *Rietveld* dan *Williamson-Hall*”. Sholawat serta salam senantiasa tercurahkan kepada Nabi Muhammad SAW yang telah menuntun manusia menuju zaman zakiyyah, yakni Addinul Islam Wal Iman.

Penulis menyadari bahwa banyak pihak yang telah berpartisipasi dan membantu dalam menyelesaikan penulisan skripsi ini. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu dalam menyelesaikan skripsi. Ucapan terima kasih penulis sampaikan kepada:

1. Kedua orang tua, saudara serta keluarga besar saya yang selalu mendukung saya untuk menyelesaikan skripsi ini.
2. Prof. Dr. H. M. Zainuddin, M.A selaku Rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Prof. Dr. Hj. Sri Harini, M.Si selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Dr. Imam Tazi, M.Si selaku Ketua Jurusan Fisika Jurusan Fisika UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
5. Utiya Hikmah, M.Si selaku Dosen Pembimbing skripsi yang telah memberikan bimbingan dalam proses penyusunan skripsi ini.
6. Naqibatun Nadliriyah, S.Si. M.Si selaku Dosen Pembimbing agama, yang telah memberikan bimbingan dalam bidang integrasi sains dan Al-Quran.

7. Dr. Erna Hastuti, M.Si selaku Dosen Penguji I Tugas Akhir yang telah memberikan saran dan masukan dalam perbaikan skripsi ini.
8. Rusli, M.Si selaku Dosen Penguji II Tugas Akhir yang telah memberikan saran dan masukan dalam perbaikan skripsi ini.
9. Segenap dosen, Laboran dan Admin Jurusan Fisika UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang senantiasa memberikan pengarahan dan ilmu pengetahuan.
10. Dedi, teman Fisika 18 yang sudah banyak membantu dan menjadi teman diskusi selama penyusunan skripsi ini.
11. Teman-teman Fisika serta banyak pihak lain yang sudah membantu dan memberikan dukungan, baik secara langsung maupun tidak langsung dalam penyusunan skripsi ini.

Dalam penyusunan skripsi ini, penulis menyadari bahwa masih terdapat banyak kekurangan dan kekeliruan. Untuk itu, penulis mengharapkan segala kritik dan saran yang bersifat membangun. Demikian yang dapat penulis sampaikan, semoga skripsi ini dapat bermanfaat dan menambah pengetahuan bagi orang lain.

Malang, 24 Juni 2025

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN	iv
MOTTO	v
HALAMAN PERSEMBAHAN	vii
KATA PENGANTAR.....	viii
DAFTAR ISI.....	x
DAFTAR GAMBAR.....	xii
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
ABSTRAK	xv
ABSTRACT	xvi
الملخص	xvii
 BAB I PENDAHULUAN.....	 1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	5
1.3 Tujuan	5
1.4 Batasan Masalah	6
1.5 Manfaat Penelitian	6
 BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	 7
2.1 <i>Graphene</i>	7
2.2 <i>Exfoliated Graphite (EG)</i>	8
2.3 Titanium Dioksida (TiO ₂).....	9
2.4 Difraksi Sinar-X.....	11
2.5 Metode <i>Search-Match</i>	13
2.6 Metode <i>Rietveld</i>	15
2.7 Metode <i>Williamson-Hall</i>	18
2.8 Kajian Integrasi dalam Islam	20
 BAB III METODE PENELITIAN	 23
3.1 Jenis Penelitian	23
3.2 Waktu dan Tempat Penelitian.....	23
3.3 Alat dan Bahan	24
3.4 Prosedur Penelitian	24
3.5 Diagram Alir Penelitian.....	25
3.6 Analisis Data XRD	26
3.6.1 Pemrosesan Data XRD Menggunakan Metode Search-Match pada Software QualX.....	26
3.6.2 <i>Refinement</i> Data XRD Menggunakan Metode <i>Rietveld</i> pada Software MAUD	27
3.6.3 Melakukan Perhitungan Ukuran Kristal Menggunakan Persamaan <i>Williamson-Hall</i>	30

3.7 Rencana Analisis Data.....	30
3.7.1 Melakukan Identifikasi Fasa Menggunakan <i>Software</i> QualX.....	30
3.7.2 Mengestimasi Parameter Kisi, Ukuran Kristal, dan Regangan Kisi Menggunakan <i>Software</i> MAUD	31
3.7.3 Mengestimasi Ukuran Kristal Menggunakan Metode Perhitungan <i>Williamson-Hall</i>	31
3.7.4 Menentukan Pengaruh Penambahan <i>Exfoliated Graphite</i> (EG) Terhadap Ukuran Kristal dan Regangan Kisi	32
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	33
4.1 Data Hasil Penelitian	33
4.1.1 Pembuatan Material Komposit EG-TiO ₂	33
4.1.2 Difraktogram Material Komposit EG-TiO ₂	34
4.1.3 Hasil Analisis Fasa Berdasarkan Metode Search-Match Menggunakan <i>Software</i> QualX	36
4.1.4 Hasil Analisis Rietveld Refinemenet Menggunakan <i>Software</i> MAUD (Materials Analysis Using Diffraction).....	37
4.1.5 Hasil Analisis Ukuran Kristal dan Regangan Kisi Berdasarkan Metode <i>Williamson-Hall</i> Menggunakan <i>Software</i> OriginPro <i>Learning Edition</i>	41
4.1.6 Hasil Ukuran Kristal dan Regangan Kisi dari Metode Rietveld dan Metode Williamson-Hall.....	46
4.2 Pembahasan	46
4.2.1 Analisis Pengaruh Penambahan <i>Exfoliated Graphite</i> (EG) Terhadap Ukuran Kristal dan Regangan Kisi	51
4.3 Integrasi Dalam Al-Qur'an.....	54
BAB V PENUTUP.....	56
5.1 Kesimpulan	56
5.2 Saran	57
DAFTAR PUSTAKA.....	58
LAMPIRAN.....	63

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 (a) Kisi Sarang Lebah, (b) Kisi Resiprokal (Reciprocal Lattice) dari Kisi Heksagonal	7
Gambar 2.2 Ilustrasi Pembuatan Exfoliated Graphite (EG) Menggunakan Metode Elektrokimia	9
Gambar 2.3 Struktur Kristal TiO ₂ (a) anatase, (b) rutile, dan (c) brookite	10
Gambar 2.4 Difraksi Sinar-X yang terjadi pada jarak antar atom d dengan sudut sinar datang sebesar θ	13
Gambar 2.5 Ilustrasi Qualitative phase results by QUALX2.0 querying the POW_COD database in an example of a five-phase mixture.....	14
Gambar 2.6 Ilustrasi Rietveld Refinement.....	16
Gambar 2.7 Ilustrasi Williamson-Hall Plot.....	20
Gambar 3.1 Diagram Alir Analisis Data XRD Material Komposit EG-TiO ₂	25
Gambar 3.2 (a) Import Data Difraksi pada QualX, (b) Pengaturan Radiasi Cu	26
Gambar 3.3 Menu Search-Match di QualX	27
Gambar 3.4 Menu Load object from CIF di MAUD	28
Gambar 3.5 Menu Wizard di MAUD	28
Gambar 3.6 Refinement Wizard di MAUD	29
Gambar 4.1 Pola Difraktogram XRD	35
Gambar 4.2 Hasil refinement MAUD untuk sampel EG Murni. Nilai sig/GoF = 0,06593884 dan Rwp = 16,715053%	37
Gambar 4.3 Hasil refinement MAUD untuk sampel 4 mg EG-TiO ₂ . Nilai sig/GoF = 0,09453787 dan Rwp = 11,757294%	38
Gambar 4.4 Hasil refinement MAUD untuk sampel 8 mg EG-TiO ₂ . Nilai sig/GoF = 0,09493328 dan Rwp = 11,783477%	38
Gambar 4.5 Hasil refinement MAUD untuk sampel 16 mg EG-TiO ₂ . Nilai sig/GoF = 0,100171275 dan Rwp = 12,385331%	39
Gambar 4.6 Hasil refinement MAUD untuk sampel 20 mg EG-TiO ₂ . Nilai sig/GoF = 0,097925596 dan Rwp = 12,203287%	39
Gambar 4.7 Plot Williamson-Hall Sampel EG Murni	41
Gambar 4.8 Plot Williamson-Hall Sampel 4 mg EG-TiO ₂	42
Gambar 4.9 Plot Williamson-Hall Sampel 8 mg EG-TiO ₂	43
Gambar 4.10 Plot Williamson-Hall Sampel 16 mg EG-TiO ₂	44
Gambar 4.11 Plot Williamson-Hall Sampel 20 mg EG-TiO ₂	45
Gambar 4.12 Grafik Hubungan Penambahan Exfoliated Graphite (EG) Terhadap Ukuran Kristal	52
Gambar 4.13 Grafik Hubungan Penambahan Exfoliated Graphite (EG) Terhadap Regangan Kisi	53

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Hubungan Karakter Puncak Difraksi dan Parameter-Parameter dalam Model Intensitas Difraksi pada Analisis Rietveld.....	18
Tabel 3.1 Data Hasil Analisis Metode Search-Match	31
Tabel 3.2 Data Hasil Analisis Menggunakan Software MAUD	31
Tabel 3.3 Data Hasil Estimasi Ukuran Kristal dan Regangan Kisi Dengan Metode Perhitungan Williamson-Hall	32
Tabel 3.4 Data Hasil Perhitungan Ukuran Kristal dan Regangan Kisi	32
Tabel 4.1 Data Hasil Analisis Fasa Menggunakan Metode Search-Match.....	36
Tabel 4.2 Nilai Ukuran Kristal (D) dan Regangan Kisi (ϵ) dari Hasil Refinement Menggunakan Software MAUD.....	40
Tabel 4.3 Nilai Panjang Kisi a=b dan c Hasil Refinement Menggunakan Software MAUD	40
Tabel 4.4 Nilai Ukuran Kristal (D) dan Regangan Kisi (ϵ) pada EG Murni.....	41
Tabel 4.5 Nilai Ukuran Kristal (D) dan Regangan Kisi (ϵ) pada 4 mg EG-TiO ₂	42
Tabel 4.6 Nilai Ukuran Kristal (D) dan Regangan Kisi (ϵ) pada 8 mg EG-TiO ₂	43
Tabel 4.7 Nilai Ukuran Kristal (D) dan Regangan Kisi (ϵ) pada 16 mg EG-TiO ₂	44
Tabel 4.8 Nilai Ukuran Kristal (D) dan Regangan Kisi (ϵ) pada 20 mg EG-TiO ₂	45
Tabel 4.9 Nilai Ukuran Kristal (D) dan Regangan Kisi (ϵ) pada EG-TiO ₂	46
Tabel 4.10 Data Hasil Analisis Ukuran Kristal dan Regangan Kisi Metode Rietveld dan Metode Williamson-Hall	46

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Output Analisis Search-Match QualX	64
Lampiran 2 Output Analisis Rietveld MAUD	67
Lampiran 3 Output OriginPro Learning Edition	70
Lampiran 4 Perhitungan Metode Williamson-Hall	75

ABSTRAK

Ilhamminata, Islam. 2025. **Analisis Parameter Struktur Kristal Material Komposit EG-TiO₂ Dengan Menggunakan Metode *Rietveld* dan *Williamson-Hall***. Skripsi. Jurusan Fisika, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing: (I) Utiya Hikmah, M.Si (II) Naqiibatin Nadliriyah, S.Si. M.Si

Kata Kunci: Struktur Kristal, EG-TiO₂, *Search-Match*, *Rietveld*, *Williamson-Hall*

Parameter struktur kristal suatu material dapat ditentukan melalui analisis difraksi sinar-X (XRD). Dalam penelitian ini, digunakan beberapa metode analisis, antara lain metode *Search-Match* untuk identifikasi fasa, metode *Rietveld* untuk menentukan parameter struktur kristal, ukuran kristal dan regangan kisi, serta metode *Williamson-Hall* untuk mengestimasi ukuran kristal dan regangan kisi. Analisis ini memiliki peranan penting karena struktur kristal berkaitan erat dengan sifat fisis material. Material yang dianalisis dalam penelitian ini adalah material komposit EG-TiO₂ dengan variasi massa EG dalam proses sintesisnya. Hasil analisis *Search-Match* untuk sampel EG Murni memiliki fasa Carbon [Graphite 2H], sementara untuk sampel EG-TiO₂ semua variasi memiliki fasa Anatase. Selanjutnya, hasil analisis menggunakan metode *Rietveld* pada sampel EG Murni menunjukkan struktur kristal yang terbentuk merupakan sistem hexagonal dengan parameter kisi $a = b \neq c$ dan sudut $\alpha = \beta = 90^\circ$, $\gamma = 120^\circ$, sementara untuk sampel EG-TiO₂ semua variasi memiliki sistem tetragonal dengan parameter kisi $a = b \neq c$ dan sudut $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$. Ukuran kristal yang diperoleh dari analisis *Rietveld* berada dalam rentang 50,89 – 123,83 nm, sedangkan nilai ukuran kristal dari metode *Williamson-Hall* berada pada kisaran 2,07 – 4,8 nm. Perbedaan nilai ukuran kristal tersebut disebabkan oleh perbedaan karakteristik antara metode *Rietveld* dan *Williamson-Hall* dalam pendekatannya terhadap fenomena difraksi dan parameter mikrostruktur.

ABSTRACT

Khusna, Siti Nailul. 2017. **Analysis of Crystal Structure Parameters of EG-TiO₂ Composite Material Using the Rietveld and Williamson-Hall Methods.** Undergraduate Thesis. Department of Physics, Faculty of Science and Technology, Maulana Malik Ibrahim State Islamic University of Malang. Advisors: (I) Utiya Hikmah, M.Si (II) Naqiibatin Nadliriyah, S.Si., M.Si.

Keywords: Crystal Structure, EG-TiO₂, Search-Match, Rietveld, Williamson-Hall

The crystal structure parameters of a material can be determined through X-ray diffraction (XRD) analysis. In this study, several analytical methods were employed, including the Search-Match method for phase identification, the Rietveld method for determining crystal structure parameters, crystallite size, and lattice strain, as well as the Williamson-Hall method for estimating crystallite size and lattice strain. These analyses play a crucial role because crystal structure is closely related to the physical properties of materials. The material analyzed in this study is the EG-TiO₂ composite with varying EG mass in the synthesis process. The Search-Match analysis results for the pure EG sample indicated the presence of the Carbon [Graphite 2H] phase, while all EG-TiO₂ variations showed the Anatase phase. Furthermore, Rietveld analysis of the pure EG sample revealed a hexagonal crystal system with lattice parameters $a = b \neq c$ and angles $\alpha = \beta = 90^\circ$, $\gamma = 120^\circ$, while all EG-TiO₂ variations exhibited a tetragonal system with lattice parameters $a = b \neq c$ and angles $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$. The crystallite size obtained from the Rietveld analysis ranged from 50.89 to 123.83 nm, while the crystallite size values from the Williamson-Hall method ranged from 2.07 to 4.8 nm. The difference in crystallite size values is attributed to the distinct characteristics of the Rietveld and Williamson-Hall methods in their approaches to diffraction phenomena and microstructural parameters.

الملخص

باستخدام طريقة ريتفيلد EG-TiO₂ إلهام منانة، إسلام . 2025 . تحليل معلمات البنية البلورية لمادة المركب وويليامسون-هول . رسالة جامعية . قسم الفيزياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية .مالانج .المشرفان) :1 (أتيّة حكمة، ماجستير في العلوم) 2 (نقيبة نصيرية، بكالوريوس في العلوم، ماجستير في العلوم

المطابقة والبحث، طريقة ريتفيلد، طريقة وويليامسون-هول ،EG-TiO₂،الكلمات المفتاحية :البنية البلورية

في هذا البحث، استُخدمت (XRD) يمكن تحديد معلمات البنية البلورية لمادة ما من خلال تحليل حيود الأشعة السينية لتحديد الأطوار، وطريقة ريتفيلد (Search-Match) عدة طرق تحليل، من بينها طريقة البحث والمطابقة لتحديد معلمات البنية البلورية، وحجم البلورات، والتشوه الشبكي، وكذلك طريقة وويليامسون-هال (Rietveld) لتقدير حجم البلورات والتشوه الشبكي. تلعب هذه التحليلات دورًا مهمًا لأن البنية البلورية (Williamson-Hall) EG-TiO₂ ترتبط ارتباطًا وثيقًا بالخصائص الفيزيائية للمادة. المادة التي تم تحليلها في هذا البحث هي مادة مركبة من النقي وجود طور EG أثناء عملية التخليق. أظهرت نتائج تحليل البحث والمطابقة لعينة EG مع اختلافات في كتلة طور الأناز. بعد ذلك، أظهرت نتائج التحليل EG-TiO₂ بينما أظهرت جميع عينات [H₂] الجرافيت 2 \ الكربون وزوايا $a = b \neq c$ أن البنية البلورية المتشكلة تتبع نظامًا سداسيًا بمعلمات شبكة EG باستخدام طريقة ريتفيلد لعينة وزوايا $a = b \neq c$ تتبع نظامًا رباعيًا بمعلمات شبكة EG-TiO₂ بينما جميع عينات $\alpha = \beta = 90^\circ$ ، $\gamma = 120^\circ$ ، وكان حجم البلورات المحسوب من تحليل ريتفيلد ضمن النطاق 50.89 – 123.83 نانومتر. $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ في حين أن حجم البلورات المحسوب بطريقة وويليامسون-هال كان في النطاق 2.07 – 4.8 نانومتر. ويُعزى الاختلاف في القيم إلى اختلاف الخصائص بين طريقتي ريتفيلد وويليامسون-هال في نهجهما لتحليل ظاهرة الحيود ومعلمات البنية الدقيقة.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Aktivitas industri dalam negeri yang terus berkembang mempunyai dampak besar bagi kehidupan kita baik dari sisi positif maupun negatifnya. Perkembangan industri yang terjadi memberikan dampak negatif seperti pencemaran air dari limbah zat warna. Salah satu limbah zat warnanya adalah *Direct Blue 19* yang digunakan dalam industri tekstil. Selain limbah zat warna, masih banyak limbah lain yang berpotensi menjadi racun bagi makhluk hidup seperti limbah logam berat Pb^{2+} dan Cd^{2+} (Agustin et al., 2013). Sebagaimana telah diperingatkan oleh Allah SWT dalam Surah Ar-Rum ayat 41 yang berbunyi:

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذِيقَهُمْ بَعْضَ الَّذِي عَمِلُوا لَعَلَّهُمْ

يَرْجِعُونَ

Artinya: “Telah tampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan perbuatan tangan manusia. (Melalui hal itu) Allah membuat mereka merasakan sebagian dari (akibat) perbuatan mereka agar mereka kembali (ke jalan yang benar).” (QS. Ar-Rum (30): 41).

Sebagai pemimpin di muka bumi, manusia mempunyai tanggung jawab untuk menjaga kelestarian lingkungan hidup. Fotokatalis menjadi alternatif potensial untuk mengatasi logam berat dan limbah zat warna yang mana akan mendegradasi zat warna oleh *hole* positif (h^+) di pita valensi dan logam berat yang tereduksi oleh elektron di pita konduksi. Semikonduktor oksida yang sering digunakan pada fotokatalis adalah Titanium Dioksida (TiO_2). Titanium Dioksida

(TiO₂) mempunyai kelebihan karena kestabilan termal dan kimia yang tinggi, kemampuan menyerap cahaya, bersifat *inert* baik secara biologi maupun kimia, non toksik, tahan terhadap reaksi korosif dari bahan kimia serta memiliki biaya yang cukup terjangkau. Titanium Dioksida (TiO₂) memiliki 3 struktur kristal polimorfik, yaitu *anatase*, *rutile* dan *brookite*. *Anatase* menjadi struktur kristal Titanium Dioksida (TiO₂) yang banyak digunakan secara komersial karena *band gap*-nya berada pada kisaran 3,2 sampai 3,3 eV. Energi *band gap* yang besar menyebabkan fotokatalis hanya aktif menyerap energi sinar ultraviolet (UV). Oleh karena itu, *anatase* dalam Titanium Dioksida (TiO₂) perlu diperkecil pada energi *band gap* atau menggeser daerah serapan sinarnya yang dari sinar ultraviolet (UV) ke daerah sinar tampak yang memiliki rentang panjang gelombang sebesar 400 - 700 nm (Fauriani et al., 2019).

Banyak penelitian yang sudah dilakukan oleh para peneliti untuk meningkatkan aktivitas fotokatalis pada sinar tampak dengan melakukan modifikasi sampel semikonduktor Titanium Dioksida (TiO₂). Modifikasi tersebut bisa berupa logam ataupun non logam. Inovasi terbaru menunjukkan modifikasi Titanium Dioksida (TiO₂) yang bukan menggunakan ion logam tapi melainkan dari alam seperti *Graphene*.

Graphene atau grafena mengacu pada satu lapisan grafit yang menjadi dasar pembentuk alotrop lainnya. *Graphene* mempunyai sifat yang unik dan potensi besar dalam berbagai bidang, termasuk bidang nanoelektrik. *Graphene* dapat diaplikasikan ke dalam sensor dengan efisiensi yang tinggi, elektroda transparan, superkapasitor, pengolahan limbah, dan banyak lagi. Sintesis grafena memiliki 2 metode, yaitu metode *top-down* dimana lembaran-lembaran grafena pada grafit

dipisah untuk membentuk lembaran individual grafena dan metode *bottom-up* dimana ditumbuhkan grafena secara langsung dari atom karbon (Amri, 2023).

Material di alam kebanyakan adalah material polikristal. Material polikristal biasanya sulit dianalisis secara manual karena struktur kristalnya yang tidak sederhana dan menghasilkan pola difraksi yang puncak-puncaknya saling tumpang tindih (*over lapping*). Untuk menganalisis pola difraksi tersebut yang saling tumpang tindih puncak-puncaknya bisa dilakukan dengan menggunakan metode *Rietveld* (Kisi, 1994).

Ukuran kristal umumnya lebih sering dihitung menggunakan metode *Scherrer*. Tetapi, jika ingin hasil perhitungan yang presisi maka akan membutuhkan nilai FWHM (*Full Width at Half Maximum*) oleh efek instrumen. Untuk itu, Metode *Rietveld* adalah metode lain yang bisa digunakan untuk menghitung ukuran kristal dengan menggunakan *Software* MAUD (*Material Analysis Using Diffraction*). MAUD adalah *Software* analisis data XRD untuk menghitung ukuran kristal yang mana diyakini kalau hasil analisisnya lebih akurat dibandingkan dengan *Software* Rietica (Indra et al., 2015; Nurhayati et al., 2008; Pratapa et al, 2010).

Software MAUD lebih dipilih dibanding Rietica karena MAUD menyediakan analisis yang komprehensif meliputi ukuran kristal, distribusi ukuran, dan mikrostain (Purwaningsih et al., 2019). MAUD juga dapat melakukan analisis dari berbagai sumber, seperti sinar-X, neutron, dan electron. Selain itu, MAUD merupakan *Software* berbasis Java yang mana mendukung operasional lintas platform, seperti Windows, Linux, dan macOS (Lutterotti et al., 1999).

Algoritma yang digunakan MAUD merupakan algoritma yang lebih akurat dalam merepresentasikan tekstur kristalografi yaitu algoritma E-WIMV (*Extended-Williams, Imhof, Matthies, dan Vinel*) yang juga digunakan untuk menghitung fungsi distribusi orientasi (ODF) (Saville et al., 2021). Namun di sisi lain, dengan keunggulan MAUD tersebut juga menjadi tantangan bagi pengguna baru untuk mempelajari MAUD secara intensif. MAUD memiliki hasil *refinement* yang sangat sensitif terhadap pengaturan awal serta pemilihan parameter yang mana hal ini menjadi kekurangan yang perlu diwaspadai (Wenk et al., 2014).

Metode *Rietveld* merupakan cara yang digunakan untuk melakukan karakterisasi pada material dengan melakukan penghalusan data (*refinement*) dan mencocokkan antara pola difraksi teoritis dari *database* kristalografi yang dipilih dari data (*ICSD database*) dengan pola difraksi eksperimen hingga antar kedua pola difraksi sesuai. Dilakukan kesesuaian antara pola difraksi teoritis dan pola difraksi eksperimen secara berulang-ulang sampai ada kecocokan di kedua pola difraksi dan data yang diamati dengan data kalkulasi (Aini et al., 2023). Metode *Rietveld* memberikan hasil gambaran tentang fasa yang terkandung dalam material, serta parameter kisi struktur kristal material tersebut (Mukminin, 2019).

Penelitian sebelumnya telah dilakukan pencampuran material *Exfoliated Graphite* (EG) dari metode *Electrochemical Exfoliation* dengan Titanium Dioksida (TiO_2) yang dikompositkan menggunakan metode *sol-gel* secara *in-situ*. Lalu kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD sehingga mendapatkan gambaran pola difraksi dari *Exfoliated Graphite* dengan puncak tajam pada $2\theta = 26,254^\circ$ dan terdapat puncak kecil pada $2\theta = 54,380^\circ$. Kemudian, nanokomposit EG- TiO_2 diaplikasikan sebagai bahan fotokatalis (Ariska, 2023).

Melalui penelitian ini, akan dilakukan analisis struktur kristal serta parameter kisi pada sampel EG-TiO₂ menggunakan *Software* MAUD. Sampel yang digunakan untuk analisis adalah EG-TiO₂ dengan variasi 4 mg EG, 8 mg EG, 16 mg EG, 20 mg EG, dan juga EG murni yang telah dikarakterisasi menggunakan XRD. Sebagai tambahan, analisis terhadap ukuran kristal dan regangan kisi juga akan dilakukan melalui pendekatan metode *Williamson-Hall*.

1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimana karakteristik parameter struktur kristal pada material EG-TiO₂ dengan variasi EG (4 mg, 8 mg, 16 mg, 20 mg, dan EG murni) berdasarkan hasil analisis menggunakan metode *Rietveld*?
2. Berapakah nilai ukuran kristal dan regangan kisi yang terbentuk pada material EG-TiO₂ dengan variasi EG (4 mg, 8 mg, 16 mg, 20 mg, dan EG murni) berdasarkan hasil analisis metode *Rietveld* menggunakan *Software* MAUD dan perhitungan metode *Williamson-Hall*?

1.3 Tujuan

1. Untuk mengetahui bagaimana karakteristik parameter struktur kristal pada material EG-TiO₂ dengan variasi EG (4 mg, 8 mg, 16 mg, 20 mg, dan EG murni) berdasarkan hasil analisis menggunakan metode *Rietveld*.
2. Untuk mengetahui nilai ukuran kristal dan regangan kisi pada material EG-TiO₂ dengan variasi EG (4 mg, 8 mg, 16 mg, 20 mg, dan EG murni) berdasarkan hasil analisis metode *Rietveld* menggunakan *Software* MAUD dan perhitungan metode *Williamson-Hall*.

1.4 Batasan Masalah

1. Data yang digunakan adalah data sampel material EG-TiO₂ dengan variasi EG (4 mg, 8 mg, 16 mg, 20 mg, dan EG murni) yang telah dikarakterisasi menggunakan XRD.
2. Ukuran kristal dan regangan kisi didapatkan dengan pendekatan metode *Rietveld* dan *Williamson-Hall*.

1.5 Manfaat Penelitian

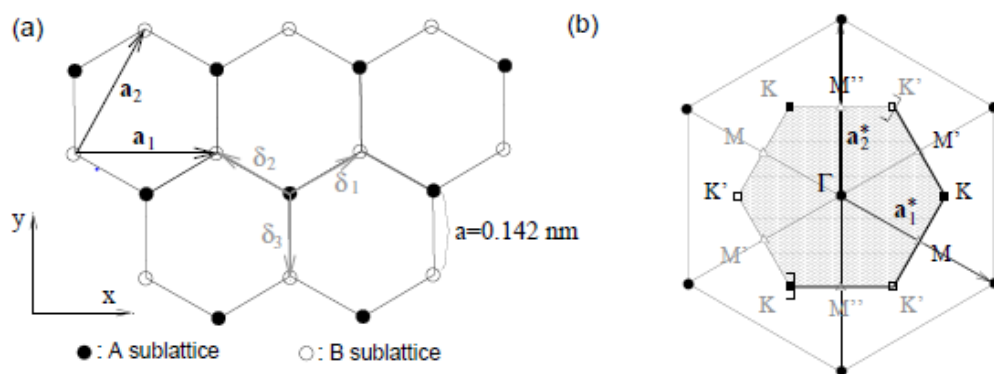
1. Memberikan kontribusi pada hasil analisis dari penelitian sebelumnya dengan beberapa pendekatan.
2. Memperkaya literatur akademik dengan interpretasi baru dalam analisis data sekunder.
3. Memberikan *insight* baru dari data yang sudah ada.
4. Meningkatkan pemahaman dan kemampuan dalam menganalisis data sekunder.
5. Dapat menjadi referensi untuk penelitian berikutnya yang sejenis.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Graphene

Graphene atau grafena adalah salah satu bentuk kristalin karbon yang memiliki struktur kisi heksagonal dan konfigurasi ikatan sp^2 yang berbentuk seperti sarang madu. Beberapa tahun terakhir grafena sedang banyak dikembangkan karena memiliki sifat istimewa dan punya banyak potensi untuk aplikasi yang meluas ke berbagai sektor, seperti sebagai material elektroda, superkapasitor, baterai lithium-ion, komponen layar sentuh, lampu pijar, hingga perangkat sel surya. Grafena dinilai sebagai solusi yang baik untuk material karena memiliki luas permukaan sebesar $0,052 \text{ mm}^2$, massa jenis $0,77 \text{ mg/m}^2$, konduktivitas listrik sebesar $0,96 \times 10^6 \Omega^{-1} \text{ cm}^{-1}$, konduktivitas termal yang tinggi sebesar 5000 W/mK dan berikatan secara heksagonal (Lee et al., 2015).



Gambar 2.1 (a) Kisi Sarang Lebah, (b) Kisi Resiprokal (*Reciprocal Lattice*) dari Kisi Heksagonal (Fuchs et al., 2008)

Grafena punya banyak sifat luar biasa dalam hal transparansi optik, konduktivitas listrik, kekuatan mekanik, dan konduktivitas termal. Grafena bahan yang sangat ringan dan mempunyai kerapatan planar $0,77 \text{ mg/m}^2$. Grafena memiliki

struktur unit berbentuk cincin karbon heksagonal dengan luas $0,052 \text{ nm}^2$. Panjang ikatan karbon grafena sekitar $0,142 \text{ nm}$ dan memiliki tiga ikatan di setiap kisi dengan koneksi yang kuat untuk membentuk struktur heksagonal (Zhen et al., 2018).

2.2 *Exfoliated Graphite* (EG)

Exfoliated Graphite (EG) adalah grafit yang sudah mengalami proses pengelupasan untuk peningkatan jarak antar lapisan grafitnya. Proses tersebut biasanya menggunakan proses interkalasi diikuti dengan oksidasi untuk menghasilkan grafit oksida. *Exfoliated Graphite* (EG) mempunyai sifat konduktivitas listrik yang baik dan bisa digunakan dalam berbagai aplikasi seperti penyimpanan energi, pelindung elektromagnetik, dan kemasan konduktif (Neha et al., 2012).

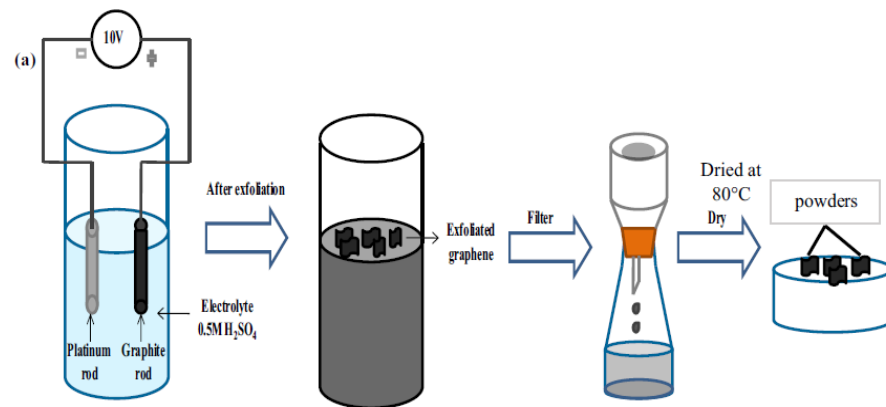
Pembuatan *Exfoliated Graphite* (EG) bisa dilakukan melalui proses pemanasan dari senyawa interkalasi grafit. Bahan interkalasi terjebak diantara lapisan-lapisan grafit yang diuapkan dengan cepat sehingga menyebabkan ekspansi volume yang sangat besar. Hal ini sangat merusak ikatan lemah *Van Der Waals* pada lapisan grafit dan menghasilkan pelebaran grafit yang signifikan yang disebut sebagai eksfoliasi (Saikam et al., 2023).

Exfoliated Graphite (EG) adalah bahan dengan kepadatan rendah dan berstruktur dendritik. Memiliki aktivitas kimia dan konduktivitas termal yang tinggi. *Exfoliated Graphite* (EG) menjadi bahan dengan karakteristik pendukung yang lebih baik karena memiliki struktur yang unik (Destiarti et al., 2020).

Sintesis *Exfoliated Graphite* (EG) memiliki 3 tahapan, yaitu sintesis senyawa interkalasi, penguraian menjadi lapisan tipis, pemurnian kimia dan

pengurangan konsentrasi cacat struktural. *Exfoliated Graphite* (EG) bisa digunakan sebagai pengisi komposit bahan dasar polimer, keramik, logam, dan masih banyak lagi. *Exfoliated Graphite* (EG) bisa disintesis dengan bentuk bubuk yang terdiri beberapa lapisan *graphene* setebal atom (Bayat et al., 2008).

Exfoliated Graphite (EG) pada bisa dibuat menggunakan metode elektrokimia. *Exfoliated Graphite* (EG) yang dihasilkan dari metode elektrokimia adalah metoda yang cepat, mudah, dan murah. Konsentrasi larutan elektrolit, beda potensial, dan waktu mempengaruhi dalam hasil eksfoliasi elektrokimia. *Exfoliated Graphite* (EG) mempunyai luas permukaan yang lebih tinggi yang memiliki keuntungan untuk diaplikasikan pada banyak aplikasi seperti *device* elektronika, optoelektronika, komposit, dan penyimpanan energi (Abidin et al., 2023).



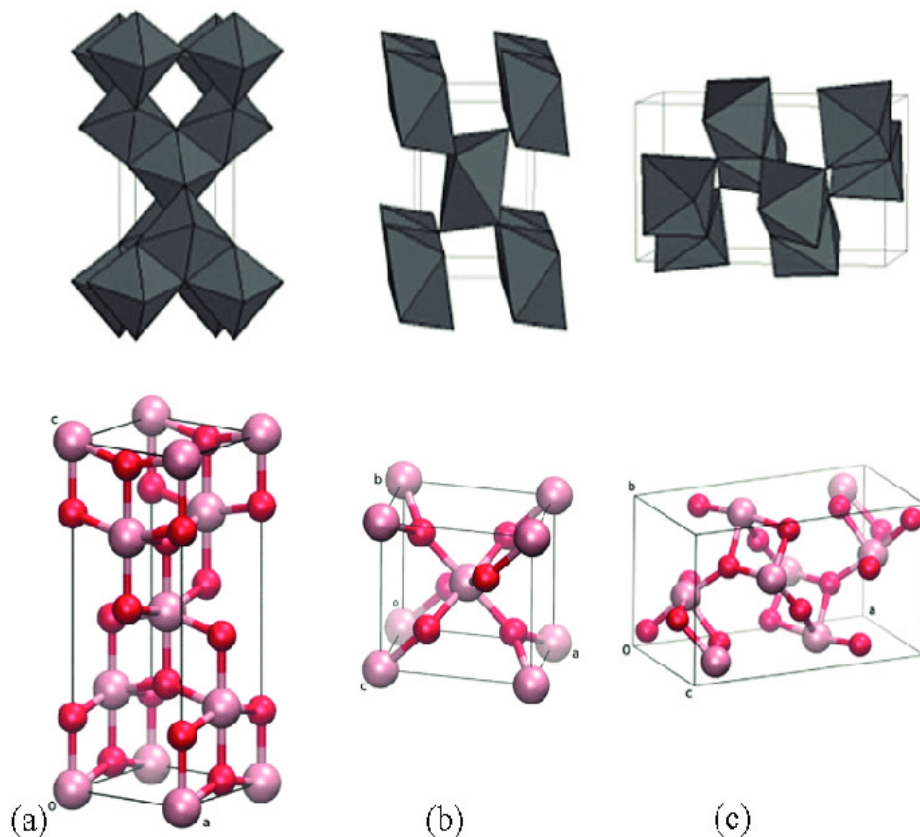
Gambar 2.2 Ilustrasi Pembuatan *Exfoliated Graphite* (EG) Menggunakan Metode Elektrokimia (Htwe et al., 2020)

2.3 Titanium Dioksida (TiO_2)

Salah satu zat anorganik yang memiliki banyak kegunaan adalah Titanium Dioksida (TiO_2). Titanium Dioksida (TiO_2) dapat digunakan dalam fotokatalis,

perlindungan UV, dan sebagai pigmen dalam cat dan kosmetik. Titanium Dioksida (TiO_2) memiliki kualitas yang luar biasa karena stabilitas kimia yang tinggi, tidak beracun, dan kapasitas untuk memecah bahan berbahaya saat terkena sinar UV. Berdasarkan penelitian, Titanium Dioksida (TiO_2) dapat memecah polutan secara efektif di bawah sinar UV termasuk antibiotik *Ceftriaxone* (Usman et al., 2020).

Titanium Dioksida (TiO_2) memiliki 3 bentuk kristal, yaitu *anatase*, *rutile*, dan *brookite*. Dua bentuk kristal yang paling sering digunakan adalah *anatase* dan *rutile*. *Anatase* memiliki kualitas fotokatalitik yang lebih unggul dan struktur tetragonal dibandingkan dengan *rutile*. *Rutile* lebih umum digunakan sebagai pigmen karena memiliki struktur tetragonal yang lebih stabil. Untuk *brookite* masih jarang digunakan karena aplikasinya yang terbatas.



Gambar 2.3 Struktur Kristal TiO_2 (a) *anatase*, (b) *rutile*, dan (c) *brookite* (Moellmann et al., 2012)

Titanium Dioksida (TiO_2) dapat disintesis menggunakan berbagai macam metode, seperti metode *sol-gel* yang melibatkan pengendapan larutan prekursor untuk membuat *gel* yang kemudian dikalsinasi (Budirohmi et al., 2023). Metode hidrotermal yang menggunakan suhu dan tekanan tinggi untuk membantu prekursor bereaksi (Purnomo et al., 2021). Metode pengendapan menggunakan reagen kimia untuk mengendapkan TiO_2 dari larutan (Usman et al., 2020). Setiap metode memiliki kelebihan dan kekurangannya masing-masing. Untuk menentukan metode yang akan digunakan bisa berdasarkan tujuan penggunaan. Pada penelitian ini menggunakan data sampel dari eksperimen yang menggunakan metode *sol-gel*.

2.4 Difraksi Sinar-X

Salah satu dari berbagai metode untuk meneliti struktur kristal suatu material adalah Difraksi Sinar-X. Atom-atom dalam kristal dipisahkan menggunakan Sinar-X dengan radiasi elektromagnetik yang panjang gelombangnya antara 0,5 dan 2,5 Å. Saat Sinar-X berinteraksi dengan kisi atom suatu material maka akan terbentuk pola difraksi yang dapat diteliti untuk menentukan struktur material tersebut (Jamaluddin, 2010).

Keberadaan fasa kristal suatu material padat dan serbuk dapat ditentukan menggunakan Difraksi Sinar-X. Difraksi Sinar-X juga dapat digunakan untuk menentukan karakteristik struktural setiap fasa, termasuk tegangan, ukuran butir, komposisi fasa, dan cacat kristal dari tiap fasa. Metode ini memanfaatkan sinar-X terdifraksi yang merupakan sinar yang dipantulkan dari setiap bidang yang tersusun dari atom-atom kristal material. Pola difraksi yang dihasilkan menunjukkan sifat-

sifat sampel pada sudut datang yang berbeda. Untuk mengidentifikasi susunan ini dibandingkan dengan *database* Internasional (Zakaria, 2003).

Prinsip dasar dalam teknik difraksi sinar-X adalah hukum *Bragg* yang menjelaskan bahwa gelombang sinar-X akan didifraksi pada sudut tertentu tergantung panjang gelombang sinar-X dan jarak antar bidang kristal. Persamaan *Bragg* ditulis sebagai berikut (Jamaluddin, 2010):

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

dimana:

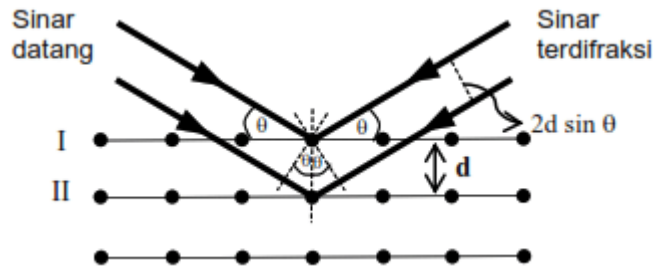
n : orde difraksi (1,2,3,...)

λ : Panjang sinar-X

d : Jarak kisi

θ : Sudut difraksi

Dalam prakteknya, teknik difraksi sinar-X memerlukan sejumlah elemen penting. Pertama, sinar-X berenergi tinggi yang dibuat menggunakan sumber sinar-X yang seringkali berupa generator atau tabung sinar-X. Lalu sampel dipaparkan pada sinar-X yang dilepaskan dari sumbernya. Untuk meningkatkan keakuratan analisis, monokromator sering digunakan untuk menjamin bahwa hanya panjang gelombang sinar-X tertentu yang ditransmisikan ke sampel. Detektor merekam pola difraksi yang dihasilkan setelah sinar-X mengenai sampel. *Charge-Coupled Devices* (CCD) adalah jenis detektor modern yang dapat merekam sudut dan intensitas difraksi dengan resolusi tinggi. Hasil yang diperoleh kemudian dianalisis untuk mendapatkan informasi struktur kristal (Muttaqin, 2023).



Gambar 2.4 Difraksi Sinar-X yang terjadi pada jarak antar atom d dengan sudut sinar datang sebesar θ (Alfarisa et al., 2018)

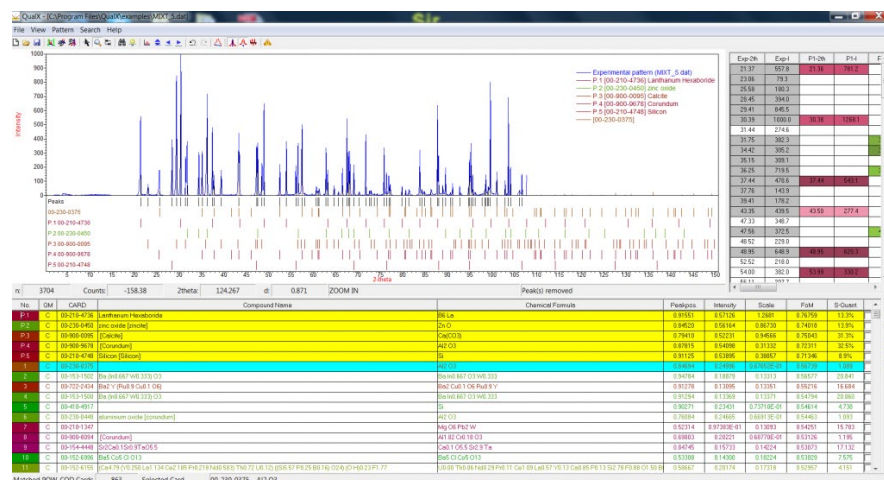
Output difraktometer dari Difraksi Sinar-X dapat berupa data analog atau data digital. Urutan puncak difraksi dengan intensitas relatif yang berbeda sepanjang nilai 2θ tertentu membentuk pola difraktogram yang dihasilkan. Jumlah atom atau ion yang ada dan bagaimana mereka didistribusikan dalam sel satuan material menentukan intensitas relatif dari rangkaian puncak. Setiap padatan kristal memiliki pola difraksi yang unik ditentukan oleh kisi kristal, parameter satuan, dan panjang gelombang sinar-X. Oleh karena itu, tidak mungkin bahwa padatan kristalin yang berbeda akan menghasilkan pola difraksi yang sama (Warren, 1969).

2.5 Metode *Search-Match*

Metode *Search-Match* adalah metode yang membandingkan data difraksi sinar-X (XRD) dari sampel dengan *database* standar untuk menentukan struktur kristal suatu material. Metode ini digunakan untuk mengidentifikasi fasa material berdasarkan pola difraksi yang dihasilkan. Hasil analisis memberikan informasi tentang struktur kristal, yang terhubung dengan sifat fisik material. Tidak hanya informasi mengenai fasa tetapi metode ini juga memberikan informasi potensi pengaplikasian material tersebut (Ukhtiyani et al., 2017).

Pada metode *Search-Match* ini akan menggunakan *Software* QualX. QualX dipilih karena memiliki fitur analisis data yang canggih dan antarmuka yang mudah

digunakan. QualX merupakan program komputer yang dirancang khusus untuk analisis kualitatif menggunakan data difraksi serbuk (Altomare et al., 2008). Program ini menggunakan *database Powder Diffraction File* (PDF) untuk mengidentifikasi fasa yang paling sesuai dengan data eksperimen. Langkah pertama dalam proses *Search-Match* di QualX adalah mengumpulkan data XRD dari sampel material. Dengan memilih opsi “*Search*” dan kemudian “*Search-Match*”, kita dapat mengakses fungsi pencarian. Nilai *Figure of Merit* (FoM) yang ditentukan oleh jumlah puncak yang cocok, perbedaan rata-rata posisi puncak, dan perbedaan rata-rata intensitas antara data eksperimen dan *database*, akan digunakan untuk menghasilkan daftar fasa potensial. Kualitas kecocokan antara data eksperimen dengan *database* ditunjukkan oleh nilai *Figure of Merit* (FoM).



Gambar 2.5 Ilustrasi *Qualitative phase results by QUALX2.0 querying the POW_COD database in an example of a five-phase mixture* (Altomare et al., 2008)

Nilai *Figure of Merit* (FoM) adalah parameter yang digunakan untuk menilai kinerja material berdasarkan beberapa kriteria. Nilai *Figure of Merit* (FoM) sering digunakan dalam bidang teknik dan sains untuk membandingkan efisiensi dari material atau dari metode yang berbeda. Secara umum, nilai *Figure of Merit* (FoM) dihitung menggunakan rumus:

$$Figure\ of\ Merit\ (FoM) = \frac{Performance\ Index}{Cost} \quad (2.4)$$

dimana *Performance Index* bisa meliputi berbagai sifat, seperti kekuatan, kekakuan, konduktivitas, dan lain-lain.

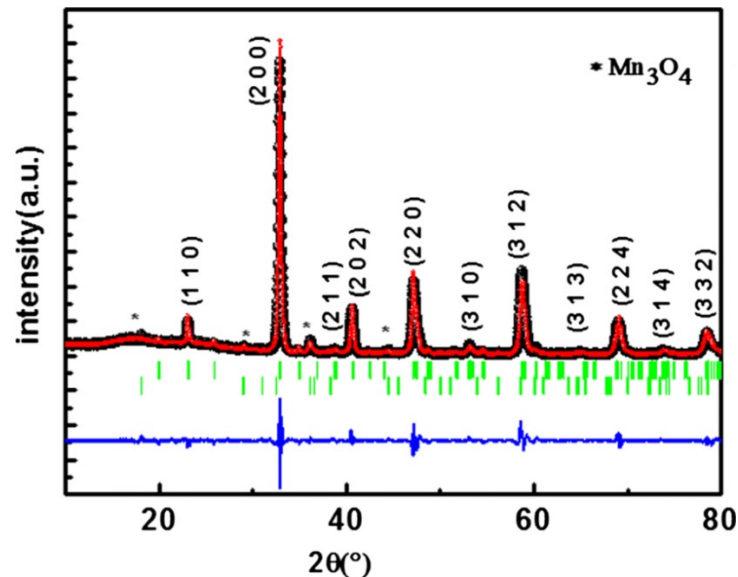
Contoh nilai *Figure of Merit* (FoM) dalam beberapa penelitian sebelumnya:

- Studi Material: (Pratama & Irfa'i, 2024) dalam penelitiannya mengenai hidroksiapatit, nilai *Figure of Merit* (FoM) yang diperoleh adalah 86.04% untuk spesimen yang diuji dengan XRD menunjukkan kualitas kemurnian material tersebut.
- Simulasi Terapi Proton: (Prastika & Suharyana, 2024) menganalisis distribusi dosis proton dan menghasilkan nilai *Figure of Merit* (FoM) yang diambil dari grafik simulasi dan digunakan untuk mengkarakterisasi kinerja perangkat dalam penyinaran sel kanker. Nilai *Figure of Merit* (FoM) ini membantu dalam optimasi jumlah partikel yang disimulasikan.
- Nanokomposit rGO-TiO₂: (Axala, 2022) menggunakan nilai *Figure of Merit* (FoM) untuk menilai kualitas kecocokan struktur kristal dalam nanokomposit dan memberikan informasi penting tentang sifat mekanik dan elektrik dari material tersebut.

2.6 Metode *Rietveld*

Metode *Rietveld* merupakan teknik analisis untuk menentukan ukuran kristal material berbasis serbuk dengan data dari difraksi sinar-X atau data XRD. Hugo Rietveld pertama kali memperkenalkan teknik ini pada tahun 1966, dan sejak saat itu telah berkembang menjadi teknik penting untuk mengkarakterisasi material. Ide dasar dari metode ini adalah optimalisasi fungsi non-linier yang membedakan antara pola difraksi yang dihitung dan diukur. Prosedur ini memungkinkan evaluasi

yang tepat dari parameter struktur kristal seperti posisi atom, faktor struktur, dan ukuran kristal. Memahami karakteristik fisik dan kimia dari material yang diteliti menjadi jauh lebih mudah melalui temuan analisis (Runcevski & Brown, 2021).



Gambar 2.6 Ilustrasi *Rietveld Refinement* (Noumi et al., 2019)

Banyak penelitian di bidang material, seperti logam, keramik, dan nanokomposit telah menggunakan metode *Rietveld* secara ekstensif. Misalnya, analisis metode *Rietveld* pada nanokomposit rGO-TiO₂ yang memberikan informasi rinci tentang struktur kristal dan parameter ukuran partikel. Temuan tersebut menunjukkan bahwa dengan parameter kisi tertentu, struktur kristal nanokomposit bersifat tetragonal. Lebih jauh lagi, pendekatan ini membantu dalam memahami bagaimana proses sintesis mempengaruhi karakteristik struktur material. Metode *Rietveld* menjadi metode yang sangat penting bahkan untuk menciptakan material baru dengan kualitas sesuai yang diinginkan (Axala, 2022).

Metode *Rietveld* pada penelitian ini akan menggunakan *Software* MAUD (*Materials Analysis Using Diffraction*). MAUD digunakan untuk menyederhanakan pemrosesan data difraksi sinar-X dan neutron, sehingga bisa

digunakan bersama dengan metode *Rietveld* dalam analisis struktur kristal. MAUD menyediakan cara yang metodis dan mudah digunakan untuk melakukan *refinement Rietveld* yang memungkinkan peneliti untuk mengoptimalkan parameter struktural secara lebih efektif. Pengumpulan data difraksi merupakan langkah pertama, setelah itu data diproses untuk membuat berkas masukan yang sesuai dengan format MAUD. Peneliti dapat melakukan *refinement* data dengan mengubah parameter seperti *background*, posisi puncak, dan faktor getaran atom setelah data siap. Selain itu, MAUD memiliki algoritma canggih yang memungkinkan pemeriksaan tekstur kristal dan distribusi orientasi sehingga menghasilkan data yang lebih terperinci (Christianto & Purwaningsih, 2013).

MAUD mempunyai keunggulan yang mana mampu untuk memproses beberapa jenis data difraksi secara bersamaan, seperti data eksperimen sinar-X dan neutron. Hal ini memungkinkan para peneliti untuk mendapatkan pemahaman yang komprehensif tentang struktur kristal suatu material. Bahkan, peneliti juga bisa memanfaatkan fitur “*Wizard*” dari MAUD untuk membantu mereka menavigasi proses analisis dari pengaturan awal hingga penyelesaian *Refinement*. Setiap siklus *Refinement* dalam proses iteratif MAUD berfokus pada pengoptimalan parameter tertentu, yang mana akan meningkatkan keakuratan hasil akhir. Keterampilan dalam menggunakan *Software* ini sangat diperlukan bagi para peneliti untuk mengatasi kendala yang sering terjadi selama proses *Refinement*, seperti nilai minimum lokal dalam proses pengoptimalan dan korelasi yang tinggi antara parameter (Saville et al., 2021).

Dalam pencocokan untuk memperoleh kurva kecocokan yang tepat antara data terukur dan data model, maka ada 3 karakteristik utama yang berfungsi sebagai

indikator utama, yaitu posisi puncak, tinggi puncak, serta lebar dan bentuk puncak. Hubungan ketiga karakteristik tersebut bisa menjadi parameter struktur yang dapat diubah atau diperhalus. Hubungan antara ketiga karakteristik tersebut bisa dilihat pada Tabel 2.1.

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

No.	Karakter	Parameter Kristal	Parameter dari Instrumen
1.	Posisi Puncak	• Parameter Kisi • Asimetri • Faktor Skala • Asimetri	• Kesalahan $2\theta_0$ • Pergeseran Spesimen
2.	Tinggi Puncak	• Parameter Termal • <i>Preferred-orientation</i> • <i>Extinction</i>	
3.	Lebar dan Bentuk Puncak	• Parameter Bentuk Puncak (U, V, W, HL) • Asimetri	

2.7 Metode *Williamson-Hall*

Metode *Williamson-Hall* (W-H) adalah metode yang dapat digunakan untuk mengetahui ukuran kristal dan regangan kisi pada material kristal, khususnya pada material XRD. Pendekatan dengan metode *Williamson-Hall* (W-H) membuat asumsi bahwa regangan kisi dan ukuran kristal adalah dua penyebab utama pelebaran puncak difraksi. Menurut penelitian, metode *Williamson-Hall* (W-H) dapat menghasilkan hasil yang lebih akurat daripada metode lain, seperti metode *Scherrer*, khususnya ketika material mengalami banyak regangan (Khorsand et al., 2011).

Metode *Williamson-Hall* (W-H) melibatkan analisis grafik yang menghubungkan sudut difraksi (θ) dan lebar puncak difraksi (β). Lebar puncak dalam analisis dinyatakan sebagai fungsi $\sin(\theta)$ dan diukur pada setengah

maksimum (FWHM). Jika tidak ada pelebaran instrumen dan pelebaran profil disebabkan oleh ukuran kristal dan regangan kisi, maka $\beta^2 = \beta_c^2 + \beta_s^2$ atau $\beta = \beta_c + \beta_s$ dimana β_c adalah lebar kurva yang disebabkan oleh *strain* kisi. Maka, kita memperoleh persamaan (Sumadiyasa dan Manuaba, 2018):

$$\beta \cos(\theta) = \frac{K\lambda}{D} + 4\varepsilon \sin(\theta) \quad (2.2)$$

dimana:

β : Ini adalah lebar puncak (*peak broadening*) dari difraksi

θ : Sudut *Bragg* 0.9.

λ : Panjang gelombang sinar-X

D : Parameter yang berhubungan jarak antar kristal di struktur material

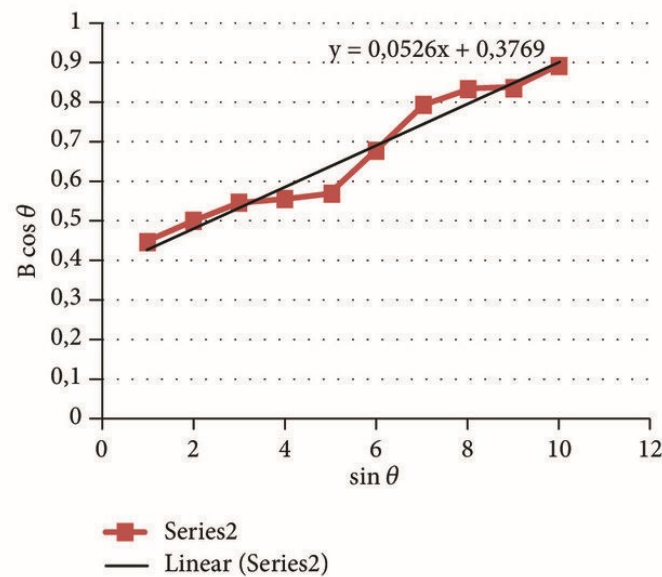
ε : Parameter yang berkaitan dengan regangan dalam material

Ketika β diambil sebagai FWHM, persamaan (2.2) menunjukkan adanya hubungan linier antara $\text{FWHM} \cdot \cos(\theta)$ dan $\sin(\theta)$. Hal ini memungkinkan penerapan metode *Least Squares Fit to Straight Line*. Dari pendekatan ini, diperoleh persamaan garis dengan kemiringan $m = 4\varepsilon$ dan titik potong pada sumbu y pada $y_0 = (K\lambda)/D$, atau (Sumadiyasa dan Manuaba, 2018):

$$D = \frac{K\lambda}{y_0} \quad (2.3)$$

Dengan demikian, maka nilai ukuran kristal D dan *strain* dapat dihitung.

Persamaan diatas, pada dasarnya digunakan untuk mengetahui ukuran kristal dan regangan pada hasil pengukuran difraksi. Dengan persamaan tersebut, peneliti bisa menentukan sifat mekanis material serta ukuran kristal dan tingkat ketidakaturannya. Hal ini sangat penting pada aplikasi material karena untuk analisis kegagalan material dan juga untuk pengembangan material baru (Kinasih dan Nurhasanah, 2020).



Gambar 2.7 Ilustrasi *Williamson-Hall Plot* (Aminatun et al., 2019)

2.8 Kajian Integrasi dalam Islam

Dalam Al-Qur'an, Allah SWT telah memberi tahu bahwa segala penciptaan alam semesta ini diciptakan dengan struktur yang teratur dan sempurna. Sebagaimana dalam QS. Al-Mulk ayat 3 yang berbunyi:

الَّذِي خَلَقَ سَبْعَ سَمَاوَاتٍ طِبَاقًا مَا تَرَىٰ فِي خَلْقِ الرَّحْمَنِ مِن تَفَوتٍ فَارْجِعِ الْبَصَرَ هَلْ

تَرَىٰ مِن فُتُورٍ

Artinya: “(Dia juga) yang menciptakan tujuh langit berlapis-lapis. Kamu tidak akan melihat pada ciptaan Tuhan Yang Maha Pengasih ketidakseimbangan sedikit pun. Maka, lihatlah sekali lagi! Adakah kamu melihat suatu cela?” (QS. Al-Mulk [67]: 3).

Ayat ini menjadi dasar fundamental bahwa segala sesuatu ciptaan Allah SWT memiliki keteraturan dan keseimbangan yang sempurna, termasuk pada tingkat struktur terkecil dalam suatu material.

Penelitian tentang analisis parameter struktur kristal pada material komposit EG-TiO₂ adalah upaya dalam memahami keteraturan yang Allah SWT ciptakan dalam struktur material. Sebagaimana dalam QS. Al-Qamar ayat 49 yang berbunyi:

إِنَّا كُلَّ شَيْءٍ خَلَقْنَاهُ بِقَدَرٍ

Artinya: “Sesungguhnya Kami menciptakan segala sesuatu sesuai dengan ukuran.” (QS. Al-Qamar [54]: 49).

Dalam analisis parameter struktur kristal yang menggunakan metode *Rietveld* dan metode perhitungan *Williamson-Hall* menunjukkan hal tersebut sebagai upaya manusia secara sistematis untuk memahami ukuran dan keteraturan struktur kristal suatu material yang telah Allah SWT tetapkan. Setiap material ataupun material komposit memiliki atom yang tersusun dengan pola tertentu dan juga struktur kristal yang teratur, yang mana hal tersebut menunjukkan kesempurnaan ciptaan Allah SWT dan tidak ada satupun yang tercipta dengan sia-sia.

Penggunaan metode analisis secara sistematis dan terukur juga mencerminkan anjuran dalam Islam untuk selalu bekerja dengan teliti dan teratur. Metode *Rietveld* dan metode perhitungan *Williamson-Hall* yang bisa digunakan untuk menganalisis struktur kristal secara detail menunjukkan bahwa Islam mendorong umatnya untuk melakukan penelitian secara mendalam dan komprehensif. Sebagaimana dalam hadits Rasulullah SAW yang diriwayatkan oleh Imam Thabrani:

عَنْ عَائِشَةَ رَضِيَ اللَّهُ عَنْهَا قَالَتْ: قَالَ رَسُولُ اللَّهِ صَلَّى اللَّهُ عَلَيْهِ وَسَلَّمَ: إِنَّ اللَّهَ تَعَالَى يُحِبُّ إِذَا عَمِلَ أَحَدُكُمْ عَمَلًا أَنْ يُتَّقِنَهُ (رواه الطبرني والبيهقي)

Artinya: “Dari Aisyah r.a., sesungguhnya Rasulullah s.a.w. bersabda: “Sesungguhnya Allah mencintai seseorang yang apabila bekerja, mengerjakannya secara itqan (tepat, terarah, tuntas, dan professional)”. (HR. Thabrani, No: 891, Baihaqi, No: 334).”

Pengembangan material komposit EG-TiO₂ memiliki manfaat untuk umat manusia dan sesuai dengan konsep “Rahmatan lil ‘alamin” karena bertujuan untuk menghasilkan material baru yang dapat bermanfaat untuk kesejahteraan umat manusia, khususnya dalam bidang teknologi ramah lingkungan dan efisiensi energi. Hal ini menjadi peran manusia sebagai khalifah di muka bumi untuk bertanggung jawab dalam mengelola dan memanfaatkan sumber daya alam dengan baik, serta menjaga kelestarian sumber daya alam tersebut. Penelitian ini menunjukkan bahwa pengembangan ilmu pengetahuan dan teknologi dapat berjalan beriringan dengan nilai-nilai keIslaman, yang mana keduanya bertujuan untuk mengungkapkan kebesaran Allah SWT serta memberikan manfaat bagi kehidupan manusia. Melalui penelitian ini, diharapkan dapat lebih meningkatkan pengembangan bidang material *sains* lebih lanjut yang berlandaskan pada nilai-nilai Islam dan berorientasi pada kebermanfaatan umat manusia.

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Jenis Penelitian

Jenis penelitian yang dilakukan dalam penelitian ini adalah analisis kuantitatif menggunakan data sekunder dari penelitian sebelumnya pada material EG-TiO₂. Sampel EG-TiO₂ sudah dibuat oleh (Ariska, 2023) pada penelitian sebelumnya. Data yang dihasilkan adalah data difraksi sinar-x yaitu EG dengan variasi 4 mg, 8 mg, 16 mg, 20 mg, dan EG Murni. Lalu EG dikompositkan dengan TiO₂ sehingga setiap sampel bernama (4 mg EG-TiO₂), (8 mg EG-TiO₂), (16 mg EG-TiO₂), (20 mg EG-TiO₂), dan (EG Murni). Setelah itu dilakukan karakterisasi pada sampel menggunakan uji XRD lalu dilanjutkan analisis menggunakan beberapa metode/perhitungan seperti metode *Search-Match* menggunakan *Software* QualX, metode *Rietveld* menggunakan *Software* MAUD, dan metode perhitungan *Williamson-Hall* menggunakan *Software* OriginPro *Learning Edition*.

3.2 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian “*Analisis Parameter Struktur Kristal Material Komposit EG-TiO₂ Menggunakan Metode Rietveld dan Williamson-Hall*” dimulai pada bulan November 2024. Tempat penelitian ini dilakukan di Laboratorium Material Program Studi Fisika Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.

3.3 Alat dan Bahan

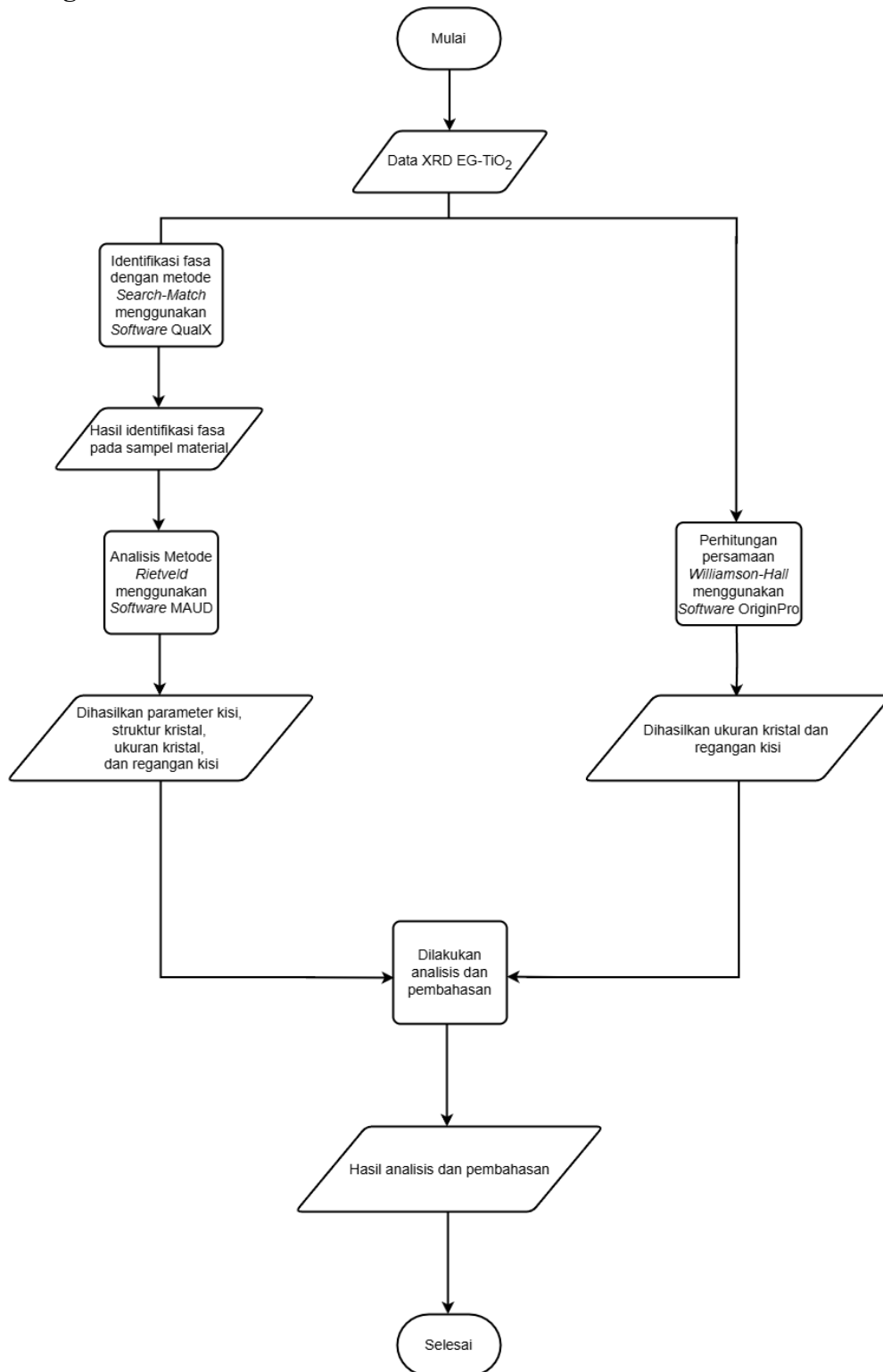
Alat dan bahan yang dibutuhkan sebagai pendukung penelitian ini adalah sebagai berikut.

1. Data mentah XRD dari sampel material komposit EG-TiO₂ dengan variasi EG (4 mg, 8 mg, 16 mg, 20 mg, dan EG murni)
2. Laptop *HP Windows 11 AMD Ryzen 5*
3. *Software QualX*
4. *Software MAUD (Materials Analysis Using Diffraction)*
5. *Software OriginPro Learning Edition*
6. Microsoft Excel

3.4 Prosedur Penelitian

Pada penelitian ini dilakukan analisis komposisi fasa dan struktur kristal pada sampel material komposit EG-TiO₂ setelah penambahan *Exfoliated Graphite* (EG) dengan beberapa variasi EG (4 mg, 8 mg, 16 mg, 20 mg, dan EG murni). Dilakukan identifikasi fasa-fasa dari hasil XRD menggunakan *Software QualX*. Dari fasa-fasa yang sudah teridentifikasi, dilakukan analisis parameter kisi, struktur kristal, ukuran kristal, dan regangan kisi dengan menggunakan *Software MAUD*. Dilakukan analisis ukuran kristal serta regangan kisi menggunakan persamaan *Williamson-Hall*. Untuk lebih jelasnya terkait prosedur penelitian bisa dilihat pada diagram alir dibawah ini.

3.5 Diagram Alir Penelitian



Gambar 3.1 Diagram Alir Analisis Data XRD Material Komposit EG-TiO₂

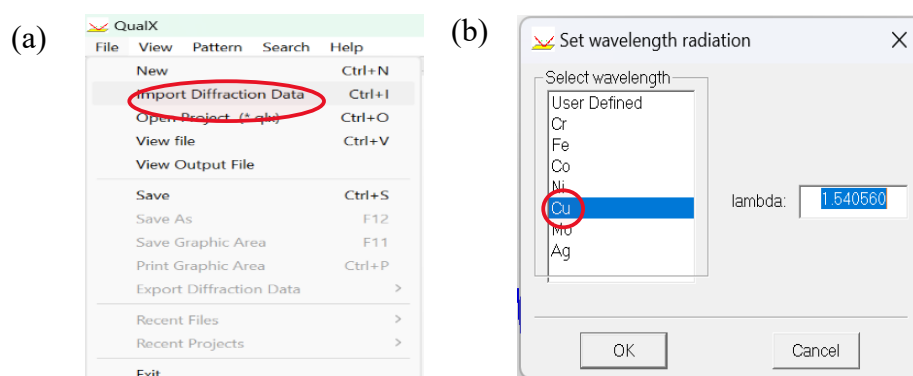
3.6 Analisis Data XRD

Sampel material EG-TiO₂ yang terbuat dari *graphite sheet* menghasilkan data XRD setelah dilakukan karakterisasi XRD di Laboratorium Teknik Material Metalurgi ITS. Data difraksi sinar-X dari material komposit EG-TiO₂ memiliki perbedaan variasi EG yang meliputi (4 mg EG-TiO₂), (8 mg EG-TiO₂), (16 mg EG-TiO₂), (20 mg EG-TiO₂), dan (EG Murni). Data XRD dianalisis menggunakan metode *Search-Match* dengan *Software QualX*, metode *Rietveld* dengan *Software MAUD*, dan metode perhitungan *Williamson-Hall* menggunakan *Software OriginPro Learning Edition*.

3.6.1 Pemrosesan Data XRD Menggunakan Metode Search-Match pada Software QualX

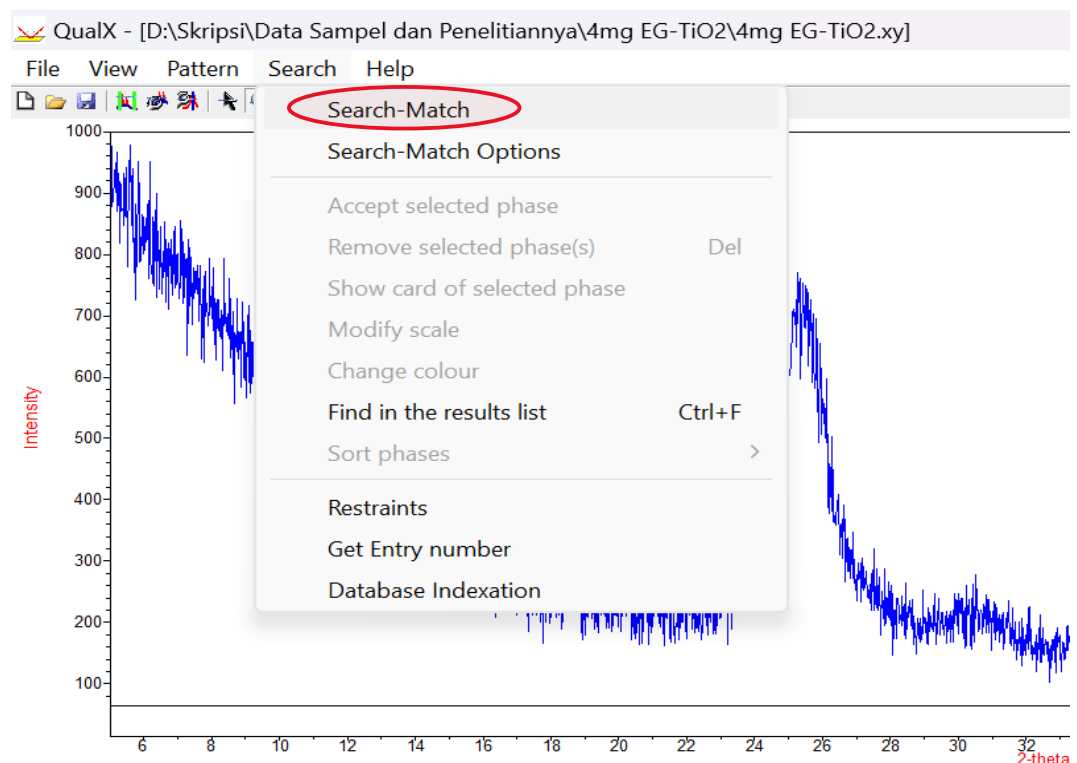
Analisis data XRD dengan metode *Search-Match* menggunakan *software QualX* dapat dilakukan melalui tahapan-tahapan berikut.

1. Dimasukkan data XRD material komposit EG-TiO₂ ke dalam *Software QualX* sebagai *background* menggunakan fitur *Import Diffraction Data*. Setelah itu, *Set wavelength radiation* atau tentukan panjang gelombang yang digunakan pada pengujian XRD (umumnya menggunakan Cu).



Gambar 3.2 (a) *Import Data Difraksi* pada QualX, (b) *Pengaturan Radiasi Cu* (Penulis, 2024)

2. Proses “*Search-Match*” dilakukan secara otomatis oleh *software* QualX, dimana sistem akan mencocokkan data eksperimen dengan data referensi yang sesuai.



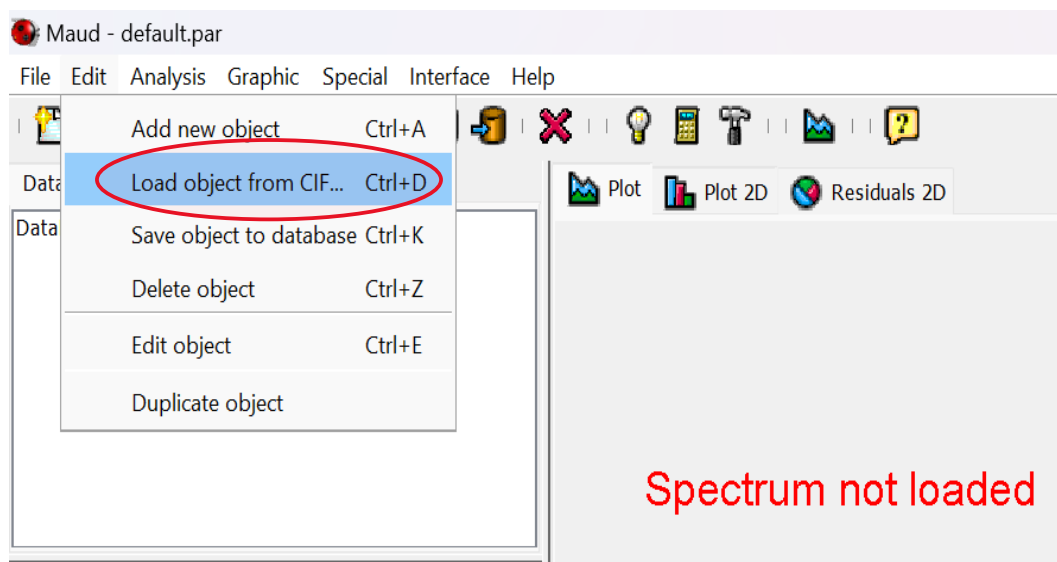
Gambar 3.3 Menu *Search-Match* di QualX (Penulis, 2024)

3. Hasil yang diperoleh berupa data standar yang memiliki pola difraksi serupa dengan data eksperimen, ditandai dengan kesamaan posisi puncak serta parameter tingkat kecocokan berupa nilai FoM (*Figure of Merit*).

3.6.2 Refinement Data XRD Menggunakan Metode *Rietveld* pada *Software* MAUD

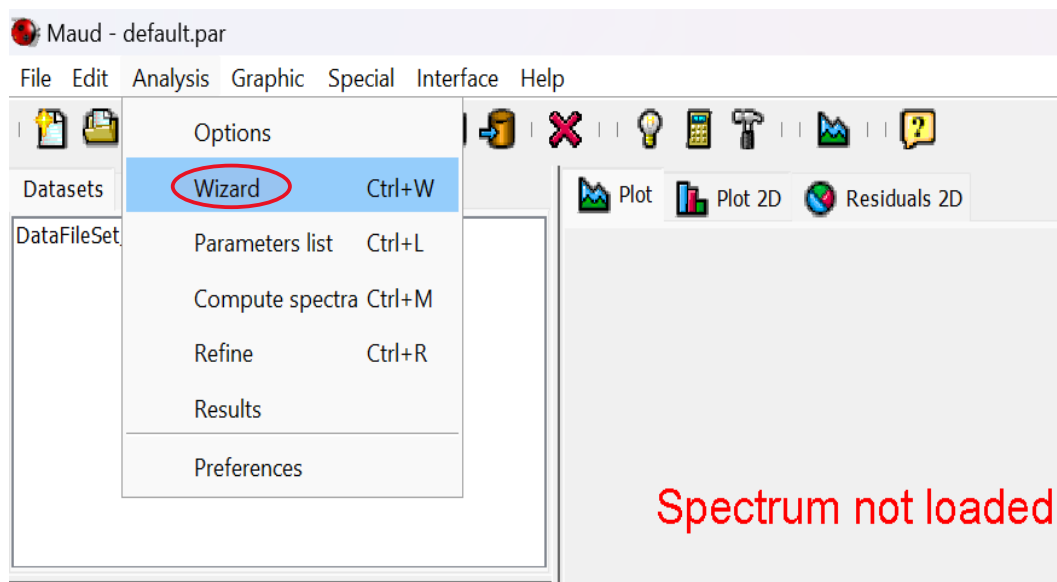
Refinement data XRD menggunakan metode *Rietveld* pada *Software* MAUD bisa melalui langkah-langkah berikut.

1. Dimasukkan data eksperimen dan data standar ke dalam *Software* MAUD.
 Dalam proses penghalusan, untuk *background* menggunakan data eksperimen dan juga data standar atau *datafile* dengan format CIF dengan COD ID*1530152 (TiO_2 -anatase).



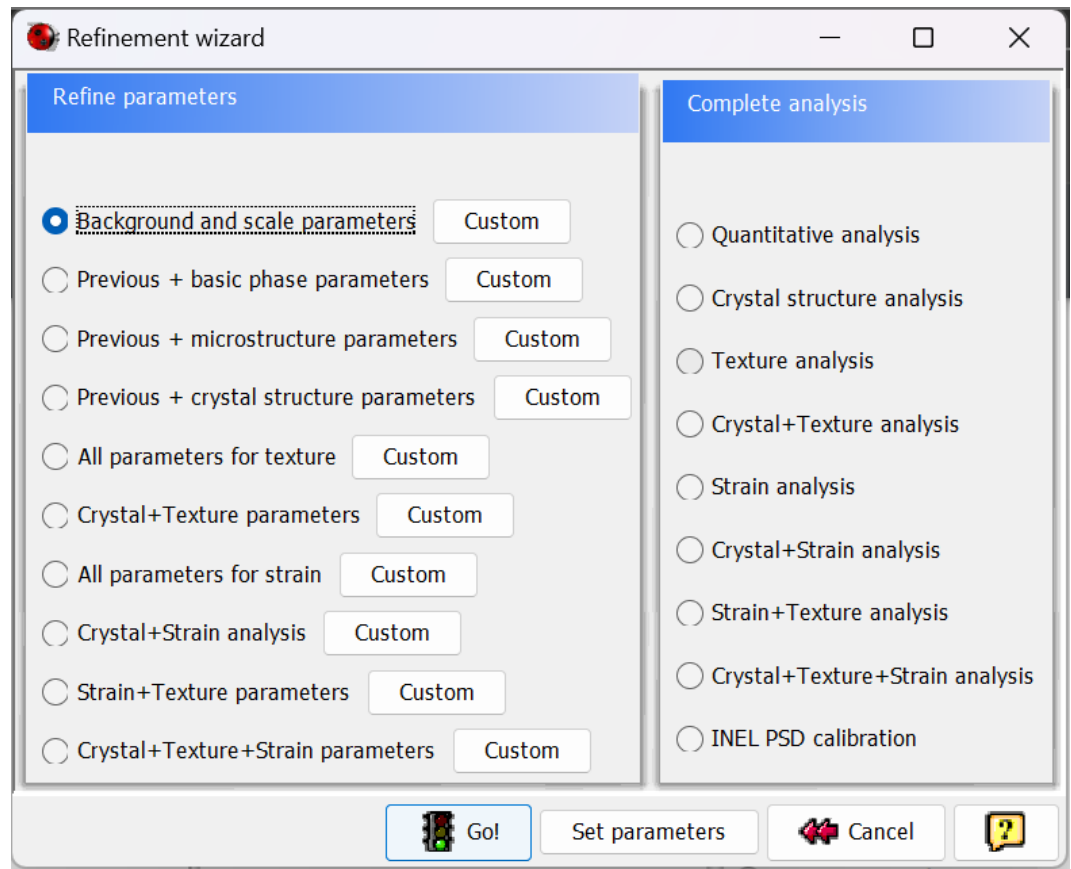
Gambar 3.4 Menu *Load object from CIF* di MAUD (Penulis, 2024)

2. Analisis *Rietveld* dimulai dengan memilih menu “*Wizard*”.



Gambar 3.5 Menu *Wizard* di MAUD (Penulis, 2024)

3. Dilakukan proses *refinement* pada *background* dengan parameter seperti regangan, tekstur, struktur kristal, dan fasa secara berurutan.



Gambar 3.6 *Refinement Wizard* di MAUD (Penulis, 2024)

4. Apabila nilai parameter $R_{wp} < 20$ dan $\sigma < 3$, maka analisis *refinement Rietveld* dianggap selesai.
5. Dari proses *refinement* menggunakan *Software* MAUD yang sudah dilakukan, maka akan mendapatkan nilai ukuran kristal dan nilai regangan kisi yang bisa dilihat langsung dari hasil keluaran MAUD (*output, analysis, result*).

3.6.3 Melakukan Perhitungan Ukuran Kristal Menggunakan Persamaan *Williamson-Hall*

Untuk mengetahui ukuran kristal dari material komposit EG-TiO₂, maka dilakukan pengujian XRD. Selain dengan pengujian XRD, ukuran kristal juga dapat dihitung menggunakan persamaan *Williamson-Hall*, seperti berikut:

$$\beta \cos \theta = \frac{K\lambda}{D} + 4\epsilon \sin \theta \quad (3.1)$$

Cara untuk menentukan ukuran kristal dengan persamaan *Williamson-Hall* adalah sebagai berikut:

1. Melakukan plotting grafik data XRD untuk masing-masing variasi material komposit EG-TiO₂ dengan menggunakan *Software OriginPro Learning Edition*.
2. Masing-masing sampel ditentukan puncaknya pada posisi 2θ , lalu dengan pendekatan persamaan Gauss dilakukan analisis untuk menentukan nilai FWHM (*Full Width at Half Maximum*).
3. Digunakan persamaan Williamson-Hall seperti pada persamaan (3.1) untuk menghitung nilai ukuran kristal.
4. Ukuran kristal dapat diperoleh dari nilai perpotongan terhadap sumbu vertikal dengan membuat plot $\beta \cos \theta$ terhadap $4\epsilon \tan \theta$. Nilai regangan maksimum (ϵ) adalah gradien dari garis.

3.7 Rencana Analisis Data

3.7.1 Melakukan Identifikasi Fasa Menggunakan *Software QualX*

Untuk mengetahui fasa dominan dari sampel material komposit EG-TiO₂, maka dilakukan metode *Search-Match* menggunakan *Software QualX*. Prinsip dari

metode *Search-Match* adalah melakukan pencocokan posisi puncak difraksi antara data hasil eksperimen dengan data standar yang tersedia pada *database* dari *software*. Untuk menentukan kualitas kecocokannya, maka digunakan parameter nilai FoM (*Figure of Merit*).

Tabel 3.1 Data Hasil Analisis Metode *Search-Match*

Sampel	ICDD Number	Fasa	Figure of Merit (FoM)
EG Murni			
4 mg EG-TiO ₂			
8 mg EG-TiO ₂			
16 mg EG-TiO ₂			
20 mg EG-TiO ₂			

3.7.2 Mengestimasi Parameter Kisi, Ukuran Kristal, dan Regangan Kisi Menggunakan *Software* MAUD

Untuk mengetahui nilai ukuran kristal dan regangan kisi pada sampel material komposit EG-TiO₂ maka dilakukan analisis data hasil pengujian XRD menggunakan *Software* MAUD. Indikasi keberhasilan dari *refinement* adalah nilai Rwp yang dibawah 20%.

Tabel 3.2 Data Hasil Analisis Menggunakan *Software* MAUD

Sampel	Rwp	Sig/GoF	Kisi			Ukuran Kristal (D)	Regangan Kisi (ε)
			a	b	c		
EG Murni							
4 mg EG-TiO ₂							
8 mg EG-TiO ₂							
16 mg EG-TiO ₂							
20 mg EG-TiO ₂							

3.7.3 Mengestimasi Ukuran Kristal Menggunakan Metode Perhitungan *Williamson-Hall*

Untuk mengetahui nilai puncak dan FWHM, maka perlu dilakukan analisis data hasil pengujian XRD menggunakan *Software* OriginPro *Learning Edition*.

Selanjutnya, dilakukan persamaan *Williamson-Hall* untuk mengetahui ukuran kristal menggunakan data dari hasil analisis *Software OriginPro Learning Edition*.

Tabel 3.3 Data Hasil Estimasi Ukuran Kristal dan Regangan Kisi Dengan Metode Perhitungan *Williamson-Hall*

Sampel	$\beta \cos \theta$ (rad)	$4 \sin \theta$ (rad)	Ukuran Kristal (D)	Regangan Kisi (ϵ)
EG Murni				
4 mg EG-TiO ₂				
8 mg EG-TiO ₂				
16 mg EG-TiO ₂				
20 mg EG-TiO ₂				

3.7.4 Menentukan Pengaruh Penambahan *Exfoliated Graphite* (EG) Terhadap Ukuran Kristal dan Regangan Kisi

Analisis korelasi akan dilakukan berdasarkan hasil analisis dari metode *Rietveld* dan persamaan *Williamson-Hall* untuk setiap variasi penambahan *Exfoliated Graphite* (EG). Maka dari hal tersebut, pengaruh setiap penambahan *Exfoliated Graphite* (EG) terhadap ukuran kristal dan regangan kisi pada setiap sampel dapat diketahui dalam bentuk grafik linear.

Tabel 3.4 Data Hasil Perhitungan Ukuran Kristal dan Regangan Kisi

Sampel	Ukuran Kristal (D)		Regangan Kisi (ϵ)	
	MAUD	<i>Williamson-Hall</i>	MAUD	<i>Williamson-Hall</i>
EG Murni				
4 mg EG-TiO ₂				
8 mg EG-TiO ₂				
16 mg EG-TiO ₂				
20 mg EG-TiO ₂				

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Data Hasil Penelitian

Penelitian ini merupakan analisis kuantitatif data XRD yang didapatkan dari hasil eksperimen yang telah dilakukan oleh Ariska pada tahun 2023. Sampel dibuat melalui sintesis *Exfoliated Graphite* (EG) menggunakan metode *Electrochemical Exfoliation*. Selanjutnya, dilakukan sintesis komposit EG-TiO₂ menggunakan metode sol-gel secara *in-situ*. Dilakukan variasi massa *Exfoliated Graphite* (EG) yang ditambahkan ke dalam larutan sol-gel untuk memperoleh material komposit EG-TiO₂ dengan komposisi variasi *Exfoliated Graphite* (EG) yang berbeda-beda. Kemudian, sampel tersebut dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) sehingga menghasilkan data XRD EG-TiO₂ dengan variasi 4 mg EG-TiO₂, 8 mg EG-TiO₂, 16 mg EG-TiO₂, 20 mg EG-TiO₂, dan EG Murni. Data XRD EG-TiO₂ kemudian dianalisis menggunakan 3 metode, yaitu metode *Search-Match* menggunakan *Software QualX*, metode *Rietveld* menggunakan *Software MAUD* (*Material Analysis Using Diffraction*), dan metode *Williamson-Hall* menggunakan *Software OriginPro Learning Edition*. Analisis ini dilakukan untuk mengidentifikasi fasa kristal, menghitung ukuran kristal, dan menentukan nilai regangan kisi pada sampel.

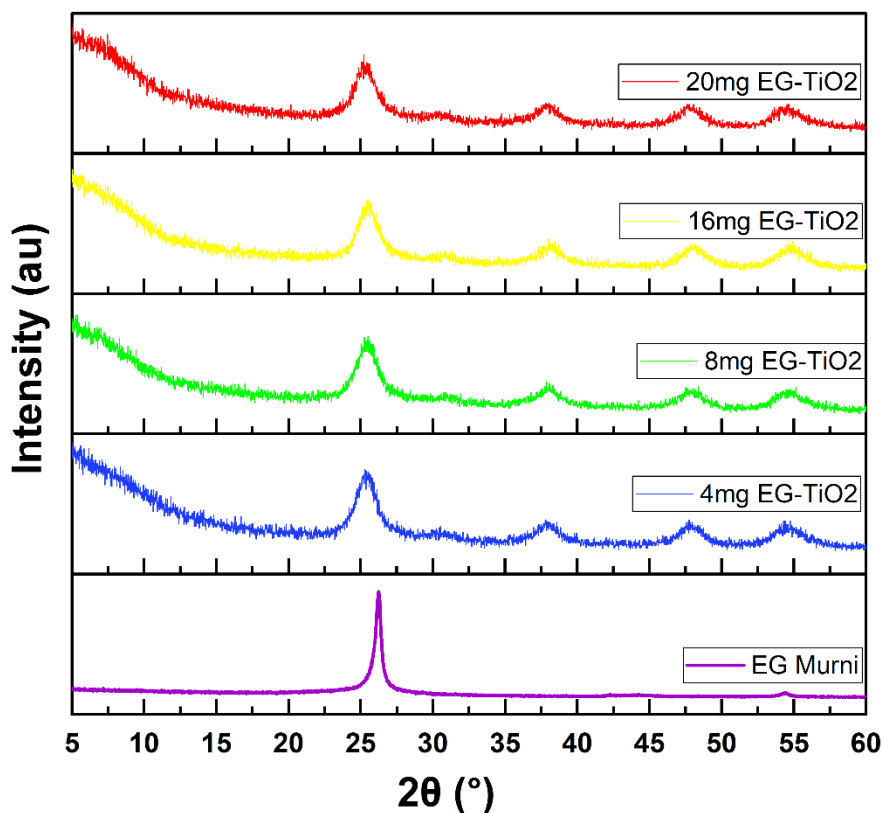
4.1.1 Pembuatan Material Komposit EG-TiO₂

Pembuatan material komposit EG-TiO₂ dilakukan melalui 3 tahap, yaitu *pre-treatment graphite sheet*, sintesis EG dengan metode *electrochemical exfoliation*, dan sintesis komposit EG-TiO₂ dengan metode sol-gel. Pada tahap *pre-*

treatment graphite sheet dilakukan sebagai ekspansi awal O_2 untuk mengubah grafit menjadi bahan higroskopis. Dilakukan perendaman *graphite sheet* ke dalam larutan asam sulfat (H_2SO_4) dan hidrogen peroksida (H_2O_2) selama 6 menit. Pada tahap selanjutnya, dilakukan metode *electrochemical exfoliation* dengan menghubungkan prekursor grafit ke kutub positif dan elektroda ke kutub negatif. Ion SO_4^{2-} berinteraksi ke dalam grafit, menghasilkan gas SO_2 dan O_2 yang membantu proses pengelupasan lapisan grafit. Terakhir, dilakukan tahap sintesis komposit EG-TiO₂ menggunakan metode sol-gel secara *in-situ*. *Titanium tetra isopropoxide* (TTIP) dicampurkan dengan isopropanol dan *exfoliated graphite* (EG) sehingga terjadi hidrolisis dan membentuk sistem sol. Selanjutnya, tambahkan aquades supaya terjadi polimerisasi dan kondensasi sehingga terbentuk gel. Gel kemudian direduksi oleh gelombang mikro (mode *low* selama 20 menit) untuk mempercepat reaksi dan menghasilkan material komposit EG-TiO₂ (Ariska, 2023).

4.1.2 Difraktogram Material Komposit EG-TiO₂

Analisis data XRD dilakukan untuk mengetahui struktur kristal dan fasa yang terbentuk pada sampel. Pengujian XRD disajikan dalam bentuk difraktogram yang menampilkan hubungan antara sudut difraksi 2θ dan intensitas sinar-X yang terdeteksi. Grafik difraktogram menjadi dasar dalam menentukan struktur kristal, ukuran kristal, dan fasa material yang terkandung di dalamnya. Pola difraktogram XRD EG-TiO₂ yang dibuat dapat dilihat pada Gambar 4.1 berikut.



Gambar 4.1 Pola Difraktogram XRD

Berdasarkan Gambar 4.1 menunjukkan pola difraktogram XRD yang memiliki perbedaan intensitas puncak pada masing-masing variasi sampel EG-TiO₂ dengan variasi EG (4 mg, 8 mg, 16 mg, 20 mg, dan EG murni). Secara umum, puncak utama dari semua variasi sampel EG-TiO₂ berada di sekitar sudut $2\theta \approx 25^\circ$. Namun, intensitas puncak ini cenderung terus mengalami penurunan karena disebabkan oleh bertambahnya massa EG yang menunjukkan adanya pengaruh EG terhadap struktur kristal TiO₂. Hal ini mengindikasikan bahwa EG berperan membuat perubahan dalam orientasi kristal. Meski begitu, puncak difraksi anatase tetap terlihat jelas pada TiO₂ sedangkan EG lebih bersifat amorf.

4.1.3 Hasil Analisis Fasa Berdasarkan Metode Search-Match Menggunakan Software QualX

Untuk mengetahui fasa dominan yang terbentuk pada sampel perlu dilakukan analisis *Search-Match* yaitu metode pencocokan pola menggunakan Software QualX. Metode ini dilakukan dengan melakukan pencocokan pola difraksi dari sampel dengan *database* referensi *Powder Diffraction File* (PDF). Dari proses ini, dapat diketahui fasa dominan yang terbentuk pada sampel. Hasil identifikasi fasa disajikan dalam Tabel 4.1 berikut.

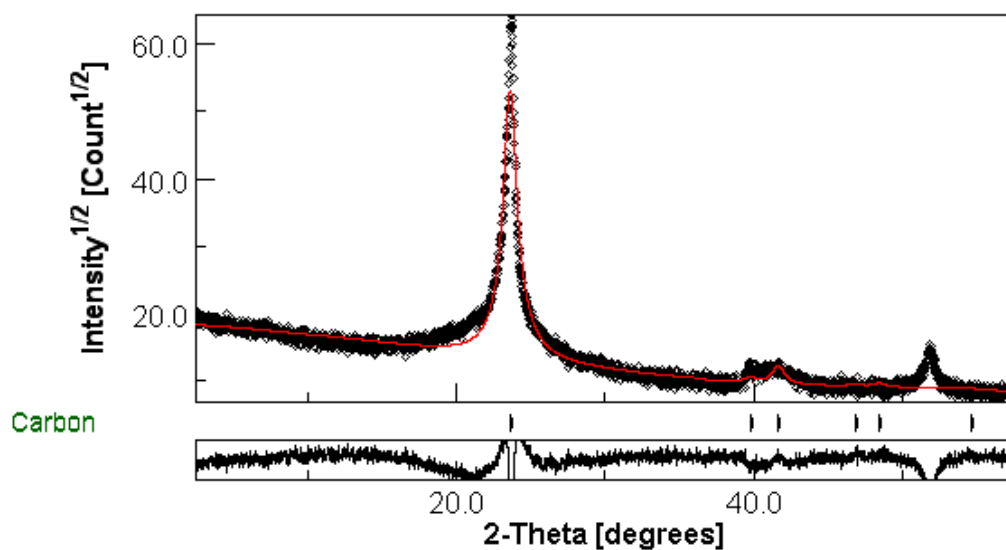
Tabel 4.1 Data Hasil Analisis Fasa Menggunakan Metode *Search-Match*

Sampel	ICDD Number	Fasa	<i>Figure of Merit</i> (FoM)
EG Murni	00-101-1060	Carbon [<i>Graphite</i> 2H]	0,79106
4 mg EG-TiO ₂	00-901-5929	Anatase, TiO ₂	0,84390
8 mg EG-TiO ₂	00-901-5929	Anatase, TiO ₂	0,81729
16 mg EG-TiO ₂	00-901-5929	Anatase, TiO ₂	0,80945
20 mg EG-TiO ₂	00-901-5929	Anatase, TiO ₂	0,80054

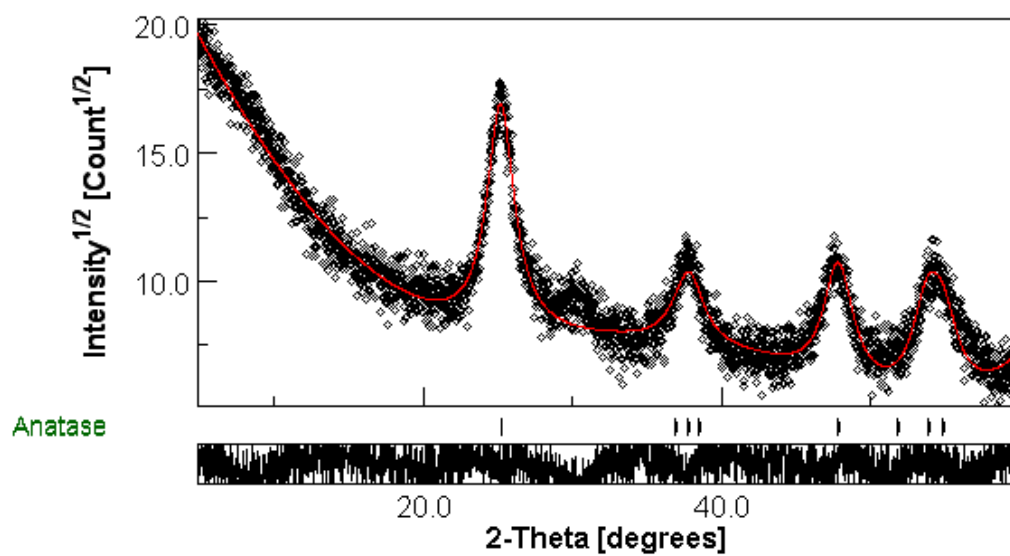
Pada seluruh variasi sampel EG-TiO₂ teridentifikasi fasa tersebut adalah fasa anatase yang menunjukkan bahwa fasa yang terbentuk pada material komposit EG-TiO₂ adalah fasa anatase. Konsistensi fasa anatase menunjukkan penambahan EG tidak mengubah fasa utama dari TiO₂. Nilai FoM yang berada di atas 0,79 menunjukkan kualitas pencocokan yang baik terhadap *database* referensi. Fasa anatase memiliki sifat fotokatalitik yang baik sehingga hasil ini relevan dengan potensi material komposit EG-TiO₂ sebagai material fotokatalis.

4.1.4 Hasil Analisis Rietveld Refinement Menggunakan Software MAUD (Materials Analysis Using Diffraction)

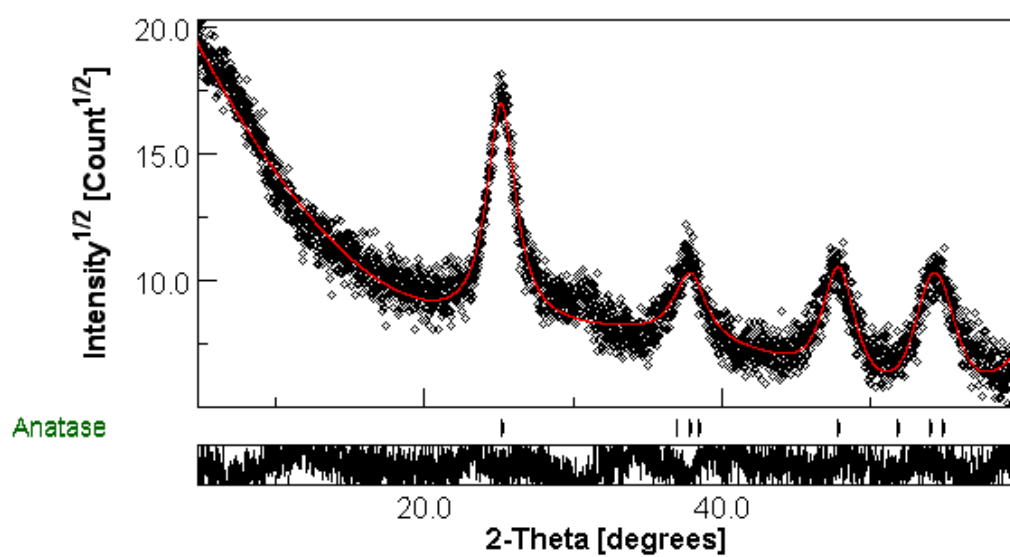
Setelah identifikasi fasa dengan metode *Search-Match*, selanjutnya dilakukan analisis lanjutan menggunakan metode *Rietveld Refinement*. Metode *Rietveld Refinement* digunakan untuk mendapatkan parameter struktur kristal yang lebih detail, yaitu parameter kisi (a, b, c), ukuran kristal, dan regangan kisi. Proses ini menggunakan *Software MAUD* yang mana memanfaatkan metode *least-squares* untuk meminimalkan perbedaan antara data eksperimen dan pola teoritis. Hasil analisis *Rietveld Refinement* menggunakan *Software MAUD* ditunjukkan pada gambar dan tabel di bawah ini.



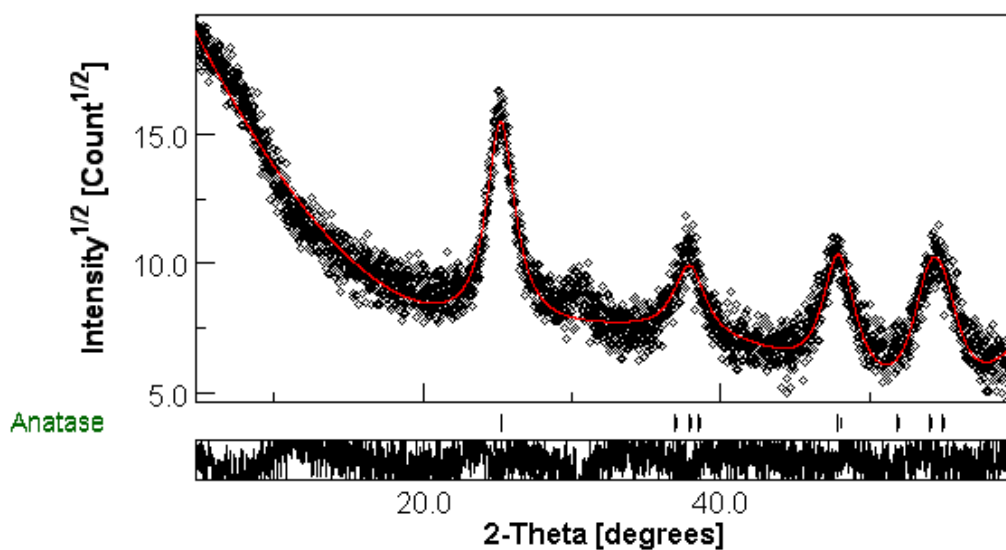
Gambar 4.2 Hasil *refinement* MAUD untuk sampel EG Murni. Nilai $\text{sig}/\text{GoF} = 0,06593884$ dan $\text{Rwp} = 16,715053\%$



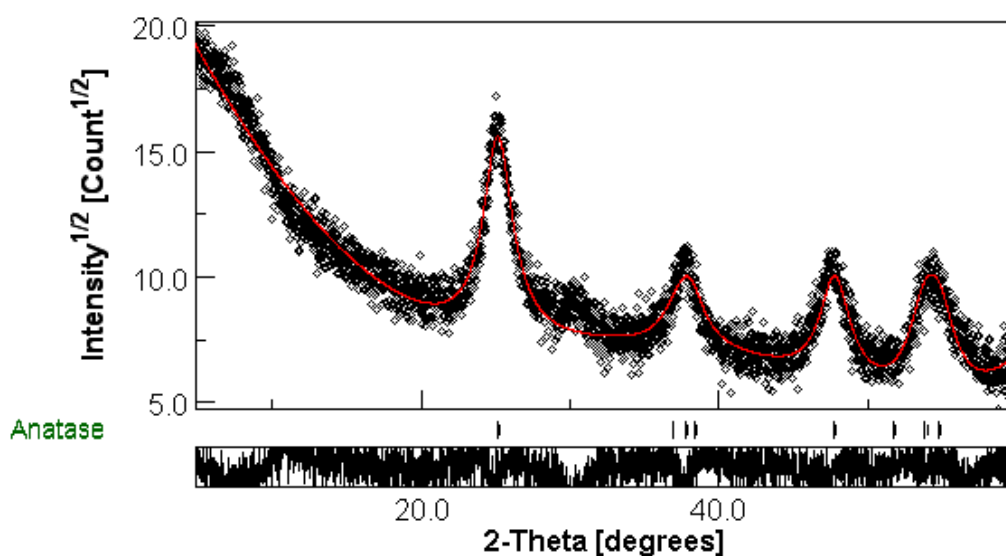
Gambar 4.3 Hasil refinement MAUD untuk sampel 4 mg EG-TiO₂. Nilai sig/GoF = 0,09453787 dan Rwp = 11,757294%



Gambar 4.4 Hasil *refinement* MAUD untuk sampel 8 mg EG-TiO₂. Nilai sig/GoF = 0,09493328 dan Rwp = 11,783477%



Gambar 4.5 Hasil *refinement* MAUD untuk sampel 16 mg EG-TiO₂. Nilai sig/GoF = 0,100171275 dan Rwp = 12,385331%



Gambar 4.6 Hasil *refinement* MAUD untuk sampel 20 mg EG-TiO₂. Nilai sig/GoF = 0,097925596 dan Rwp = 12,203287%

Pada gambar hasil *refinement* diatas menunjukkan bahwa pada sampel EG Murni memiliki fasa carbon sementara fasa dari sampel EG-TiO₂ untuk semua variasi adalah anatase. Gambar hasil analisis *Rietveld* itu menampilkan hasil pencocokan kurva antara pola difraksi data eksperimen dengan pola difraksi teori dari data referensi. Analisis *Rietveld* yang telah dilakukan dikatakan berhasil karena

telah memenuhi kriteria untuk nilai sig/GoF dan Rwp nya yaitu nilai sig/GoF < 4 dan Rwp < 20% (Kisi, 1994; Pratapa, 2007). Dari analisis rietveld yang telah dilakukan memberikan informasi penting seperti ukuran kristal, regangan kisi, dan parameter kisi a b c sebagai berikut.

Tabel 4.2 Nilai Ukuran Kristal (D) dan Regangan Kisi (ϵ) dari Hasil *Refinement* Menggunakan *Software* MAUD

Sampel	D (nm)	ϵ (10^{-3})
EG Murni	$123,8291 \pm 1,2299873$	0,0027283277
4 mg EG-TiO ₂	$55,486935 \pm 0,5794955$	2,9803044
8 mg EG-TiO ₂	$53,837093 \pm 0,9055133$	6,212994
16 mg EG-TiO ₂	$54,045425 \pm 1,1831908$	5,8044423
20 mg EG-TiO ₂	$50,895306 \pm 0,54260623$	0,00020529751

Tabel 4.3 Nilai Panjang Kisi a=b dan c Hasil *Refinement* Menggunakan *Software* MAUD

Sampel	Kisi a=b (Å)	Kisi c (Å)
EG Murni	2,6145558	7,5168858
4 mg EG-TiO ₂	3,7996323	9,509233
8 mg EG-TiO ₂	3,8024478	9,49948
16 mg EG-TiO ₂	3,7954185	9,48176
20 mg EG-TiO ₂	3,8050654	9,51271

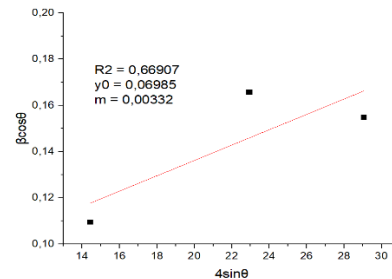
Hasil di atas menunjukkan bahwa EG mempunyai struktur grafit berlapis yang besar dan teratur. Setelah dikompositkan dengan TiO₂, ukuran kristalnya mengalami penurunan yang signifikan. Ukuran kristal yang menurun itu menunjukkan kalau EG membatasi pertumbuhan kristal TiO₂ yang kemungkinan diakibatkan oleh efek interkalasi dan hambatan difusi selama proses sintesis. Secara keseluruhan, penambahan EG terhadap sampel mempengaruhi nilai ukuran kristal, regangan kisi, serta parameter kisi a b c dari sampel tersebut.

4.1.5 Hasil Analisis Ukuran Kristal dan Regangan Kisi Berdasarkan Metode *Williamson-Hall* Menggunakan *Software OriginPro Learning Edition*

Metode *Williamson-Hall* adalah metode yang memungkinkan pemisahan pelebaran puncak akibat ukuran dan regangan kisi dari data XRD. Metode ini menggunakan *software OriginPro Learning Edition* karena memiliki fitur plotting dan fitting data yang akurat. Hasil analisis lengkapnya untuk tiap sampel dapat dilihat pada tabel dibawah ini.

Tabel 4.4 Nilai Ukuran Kristal (D) dan Regangan Kisi (ϵ) pada EG Murni

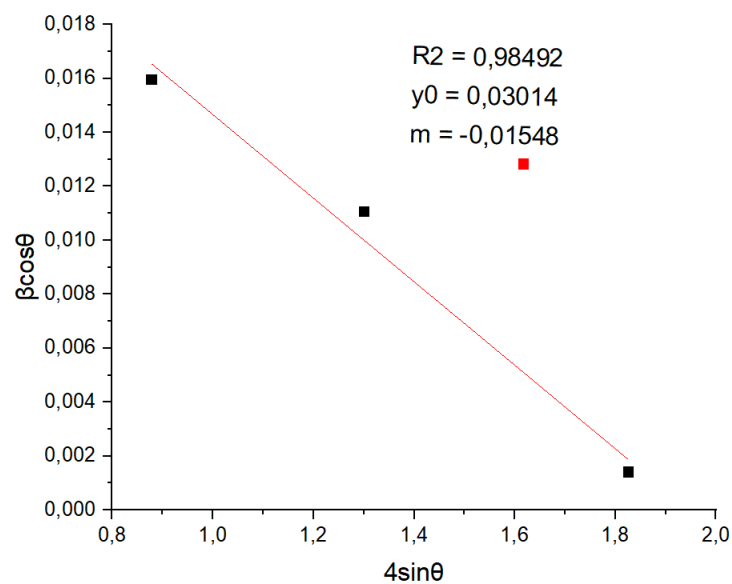
Parameter		Puncak 2 θ (°)	FWHM	4sin θ	$\beta\cos\theta$	Intercept ($c = \frac{K\lambda}{D}$)	Ukuran Kristal (D)	Slope (m)	Regangan Kisi ($\epsilon \times 10^{-3}$)
K	λ (Å)								
0,94	1,5406	26,2535	0,2844	14,4347	0,10949	0,06985	2,073248389	0,00332	3,32
		42,2787	0,6691	22,9408	0,16566				
		44,2643	1,0706	23,8841	0,56398				
		54,3804	0,4015	29,0641	0,15481				



Gambar 4.7 Plot *Williamson-Hall* Sampel EG Murni

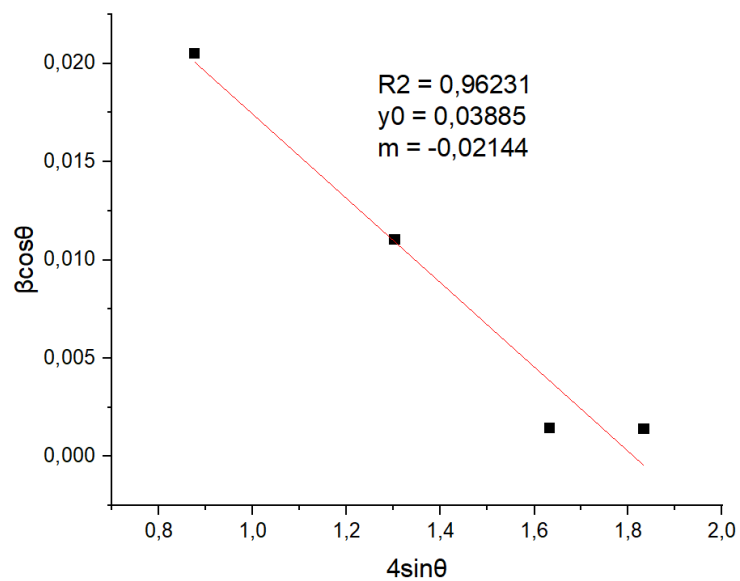
Tabel 4.5 Nilai Ukuran Kristal (D) dan Regangan Kisi (ϵ) pada 4 mg EG-TiO₂

Parameter		Puncak 2 θ (°)	FWHM	4sin θ	$\beta\cos\theta$	Intercept ($c = \frac{K\lambda}{D}$)	Ukuran Kristal (D)	Slope (m)	Regangan Kisi ($\epsilon \times 10^{-3}$)
K	λ (Å)								
0,94	1,5406	25,3823	0,9368	0,87878	0,01595	0,03014	4,804790975	-0,0155	-15,48
		37,9608	0,6691	1,30098	0,01104				
		47,7186	0,8029	1,61797	0,01282				
		54,3276	0,0900	1,82614	0,0014				

Gambar 4.8 Plot *Williamson-Hall* Sampel 4 mg EG-TiO₂

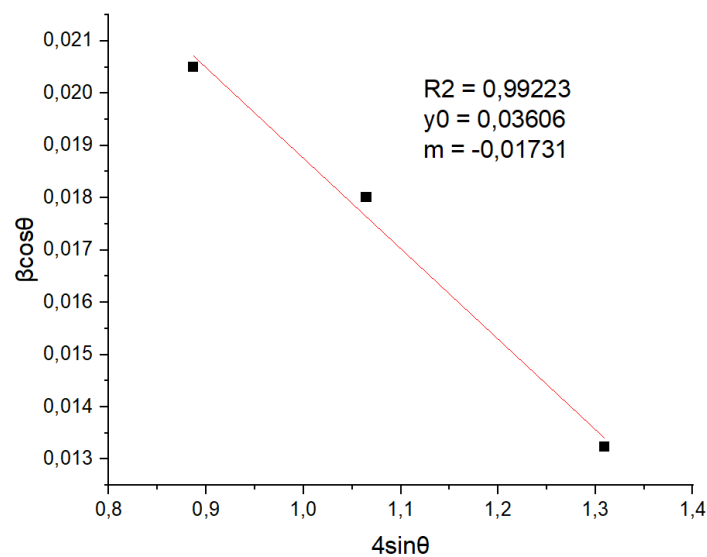
Tabel 4.6 Nilai Ukuran Kristal (D) dan Regangan Kisi (ϵ) pada 8 mg EG-TiO₂

Parameter		Puncak 2 θ	FWHM	4sin θ	$\beta\cos\theta$	Intercept ($c = \frac{K\lambda}{D}$)	Ukuran Kristal (D)	Slope (m)	Regangan Kisi ($\epsilon \times 10^{-3}$)
K	λ (Å)	(°)							
0,94	1,5406	25,3065	1,2044	0,8762	0,02051	0,03885	3,727577864	-0,0214	-21,44
		38,0081	0,6691	1,3025	0,01104				
		48,1860	0,0900	1,6329	0,00143				
		54,5684	0,0900	1,8336	0,00140				

Gambar 4.9 Plot *Williamson-Hall* Sampel 8 mg EG-TiO₂

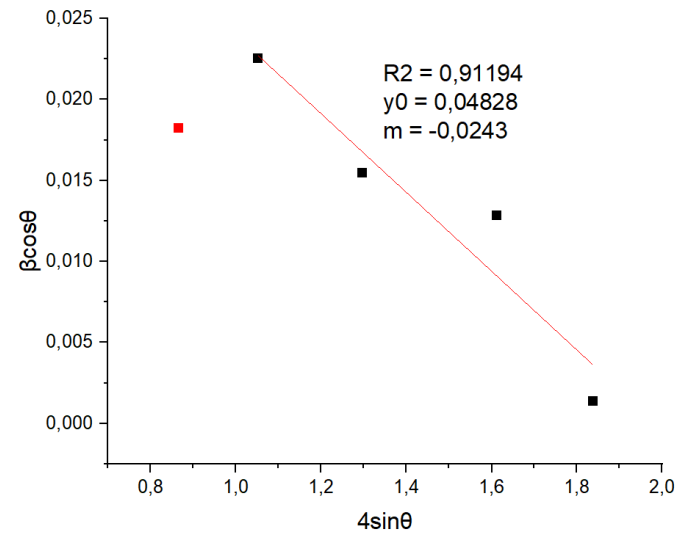
Tabel 4.7 Nilai Ukuran Kristal (D) dan Regangan Kisi (ε) pada 16 mg EG-TiO₂

Parameter		Puncak 2 θ (°)	FWHM	4sin θ	$\beta\cos\theta$	Intercept ($c = \frac{K\lambda}{D}$)	Ukuran Kristal (D)	Slope (m)	Regangan Kisi ($\varepsilon \times 10^{-3}$)
K	λ (Å)								
0,94	1,5406	25,6186	1,2044	0,8868	0,02050	0,03606	4,01598447	-0,0173	-17,31
		30,8696	1,0706	1,0646	0,01801				
		38,2194	0,8029	1,3095	0,01324				
		47,9680	0,9368	1,6259	0,01494				
		54,8216	1,2044	1,8415	0,01866				

Gambar 4.10 Plot *Williamson-Hall* Sampel 16 mg EG-TiO₂

Tabel 4.8 Nilai Ukuran Kristal (D) dan Regangan Kisi (ϵ) pada 20 mg EG-TiO₂

Parameter		Puncak 2 θ (°)	FWHM	4sin θ	$\beta\cos\theta$	Intercept ($c = \frac{K\lambda}{D}$)	Ukuran Kristal (D)	Slope (m)	Regangan Kisi ($\epsilon \times 10^{-3}$)
K	λ (Å)								
0,94	1,5406	25,0005	1,0706	0,86578	0,01824	0,04828	2,999511185	-0,0243	-24,3
		30,4958	1,3382	1,05198	0,02253				
		37,8476	0,9368	1,29724	0,01547				
		47,5102	0,8029	1,61131	0,01283				
		54,6889	0,0900	1,83736	0,00140				

Gambar 4.11 Plot Williamson-Hall Sampel 20 mg EG-TiO₂

Dari tabel di atas, dapat diketahui hasil perhitungan ukuran kristal rata-rata (D) dan regangan kisi (ϵ) untuk sampel EG-TiO₂ tiap variasinya sebagai berikut.

Tabel 4.9 Nilai Ukuran Kristal (D) dan Regangan Kisi (ϵ) pada EG-TiO₂

No.	Sampel	D (nm)	ϵ (10 ⁻³)
1.	EG Murni	2,073248389	3,32
2.	4 mg EG-TiO ₂	4,804790975	-15,48
3.	8 mg EG-TiO ₂	3,727577864	-21,44
4.	16 mg EG-TiO ₂	4,01598447	-17,31
5.	20 mg EG-TiO ₂	2,999511185	-24,3

4.1.6 Hasil Ukuran Kristal dan Regangan Kisi dari Metode Rietveld dan Metode Williamson-Hall

Dari hasil analisis metode *Rietveld* dan *Williamson-Hall* akan dilakukan analisis korelasi untuk setiap variasi penambahan *Exfoliated Graphite* (EG).

Tabel 4.10 Data Hasil Analisis Ukuran Kristal dan Regangan Kisi Metode *Rietveld* dan Metode *Williamson-Hall*

Sampel	Ukuran Kristal		Regangan Kisi	
	<i>Rietveld</i>	<i>Williamson-Hall</i>	<i>Rietveld</i>	<i>Williamson-Hall</i>
EG Murni	123,8291	2,073248389	0,0027	3,32
4 mg EG-TiO ₂	55,486935	4,804790975	2,9803	-15,48
8 mg EG-TiO ₂	53,837093	3,727577864	6,2130	-21,44
16 mg EG-TiO ₂	54,045425	4,01598447	5,8044	-17,31
20 mg EG-TiO ₂	50,895306	2,999511185	0,0002	-24,3

4.2 Pembahasan

Dari hasil analisis data XRD material komposit EG-TiO₂ dengan beberapa variasi EG (4 mg, 8 mg, 16 mg, 20 mg, dan EG Murni), didapatkan beberapa informasi penting mengenai fasa, parameter kisi, ukuran kristal, dan regangan kisi dari kelima variasi sampel tersebut menggunakan 3 metode. Pola difraktogram yang ditunjukkan pada Gambar 4.1 menunjukkan adanya puncak utama yang konsisten muncul untuk semua variasi sampel pada sudut $2\theta \approx 25^\circ$. Puncak tersebut

merupakan karakteristik puncak pada fasa anatase TiO_2 dengan bidang refleksi (101) dan menjadi puncak paling intensif untuk struktur kristal anatase.

Seiring dengan bertambahnya massa EG pada sampel menyebabkan terjadinya penurunan intensitas puncak difraksi yang menunjukkan bahwa terdapat interaksi yang signifikan antara EG dan TiO_2 selama proses sintesis. Penurunan intensitas puncak bisa disebabkan oleh beberapa hal, seperti berikut. Pertama, keberadaan EG yang bersifat amorf dapat menutupi sebagian kristal TiO_2 sehingga mengurangi volume kristal yang memberikan efek terhadap intensitas difraksi. Kedua, EG yang bisa bertindak sebagai *support* untuk menghalangi pertumbuhan kristal TiO_2 ke arah tertentu yang menjadi penyebab perubahan orientasi preferensial kristal. Ketiga, terdapat interaksi antara EG dan TiO_2 yang menyebabkan terjadinya cacat kristal atau *strain* sehingga terjadi pelebaran puncak dan penurunan intensitas.

Analisis *Search-Match* menggunakan *software* QualX digunakan untuk menentukan fasa yang terdapat pada sampel. Hasil analisisnya menunjukkan fasa Carbon [Graphite 2H] pada sampel EG Murni dengan ICDD number 00-101-1060 dan fasa anatase menjadi fasa dominan untuk semua variasi sampel EG- TiO_2 dengan ICDD number 00-901-5929. Fasa anatase yang konsisten untuk semua variasi material komposit EG- TiO_2 menunjukkan bahwa metode sintesis sol-gel *in-situ* yang dilakukan berhasil mempertahankan struktur kristal TiO_2 meski dilakukan penambahan variasi *Exfoliated Graphite* (EG). Nilai *Figure of Merit* (FoM) yang berkisar antara 0,80-0,84 menunjukkan bahwa hasil pencocokan dengan *database* referensi sangat baik karena mengindikasikan kesesuaian dengan parameter FoM yang mendekati nilai 1.

Fasa anatase yang dihasilkan sangat penting dalam aplikasi fotokatalitik. Fasa anatase memiliki aktivitas fotokatalitik yang unggul dibandingkan dengan fasa lain seperti rutil karena memiliki energi band gap yang lebih besar (3,2 eV) dan mobilitas elektron yang tinggi. Struktur kristal tetragonal yang dimiliki fasa anatase dengan grup ruang $I4_1/amd$ mempunyai stabilitas termodinamik pada ukuran partikel nano. Fasa anatase yang konsisten dihasilkan pada setiap variasi sampel material komposit EG-TiO₂ menunjukkan bahwa material tersebut memiliki potensi yang besar untuk diaplikasikan sebagai fotokatalis.

Analisis *Rietveld* menggunakan *software* MAUD (*Materials Analysis Using Diffraction*) digunakan untuk menentukan parameter kisi untuk mengetahui struktur kristal, ukuran kristal, dan regangan kisi pada sampel. Kriteria keberhasilan proses *refinement* dari analisis *rietveld* ditentukan dari nilai Rwp dan *goodness of fit* (sig/GoF). Nilai Rwp < 20% dan nilai *goodness of fit* (sig/GoF) < 4 menjadi kriteria yang sudah ditentukan oleh Kisi (1994) dan Pratapa (2007). Nilai Rwp yang rendah di bawah 20% menunjukkan bahwa pola difraksi teori dari data cif dan pola difraksi dari data eksperimen memiliki tingkat kesalahan yang kecil sedangkan untuk nilai sig/GoF yang rendah di bawah 4 menunjukkan bahwa model struktural yang dipakai dapat menjelaskan data eksperimen dengan baik.

Parameter kisi yang dihasilkan dari proses *refinement* pada sampel EG Murni yaitu parameter kisi $a = b = 2,615 \text{ \AA}$ dan $c = 7,517 \text{ \AA}$ yang sesuai dengan struktur grafit 2H. Dari parameter kisi tersebut dapat diketahui bahwa sampel EG Murni memiliki struktur kristal Hexagonal. Sedangkan untuk material komposit EG-TiO₂ semua variasi sampel menghasilkan parameter kisi $a = b = 3,80 \text{ \AA}$ dan $c = 9,50 \text{ \AA}$. Dari parameter kisi tersebut dapat diketahui bahwa sampel material

komposit EG-TiO₂ memiliki struktur kristal Tetragonal. Nilai parameter kisi yang dihasilkan dari EG-TiO₂ sedikit berbeda dari nilai standar anatase murni yaitu kisi $a = b = 3,785 \text{ \AA}$ dan $c = 9,514 \text{ \AA}$. Hal ini menunjukkan bahwa terdapat strain atau distorsi kecil dalam struktur kristal tersebut yang disebabkan oleh penambahan massa *Exfoliated Graphite* (EG).

Hasil analisis ukuran kristal dari proses *rietveld refinement* menghasilkan ukuran kristal sebesar 123,83 nm untuk sampel EG Murni dan ukuran kristal yang berkisar antara 50,90-55,49 nm untuk sampel komposit EG-TiO₂ dengan variasi EG (4 mg, 8 mg, 16 mg, dan 20 mg). Dari ukuran kristal EG Murni (123,83 nm) yang jauh lebih besar dari ukuran kristal EG-TiO₂ (berkisar 50,90-55,49 nm) menunjukkan bahwa terjadi penurunan signifikan yang disebabkan oleh efek *nucleation* dan *growth inhibition*. Keberadaan EG selama proses sintesis sol-gel bertindak sebagai *nucleation site* yang membuat lebih banyak titik untuk pembentukan kristal TiO₂. Hal tersebut menyebabkan energi yang tersedia untuk pertumbuhan kristal lebih banyak terdistribusi ke *nuclei* sehingga menghasilkan ukuran kristal yang lebih kecil namun jumlah yang lebih banyak.

Hasil analisis regangan kisi dari proses *rietveld refinement* menghasilkan regangan kisi untuk sampel EG Murni yang sangat kecil yaitu $0,0027 \times 10^{-3}$. Sebaliknya, untuk sampel komposit EG-TiO₂ menghasilkan regangan kisi yang lebih besar dengan nilai tertinggi pada sampel 4 mg EG-TiO₂ yaitu $2,98 \times 10^{-3}$. Regangan kisi yang tinggi disebabkan oleh ketidakcocokan antara *lattice* EG dan TiO₂, *stress thermal* selama proses sintesis, dan *defect* kristal yang terbentuk pada *interface* antara kedua material. Pada sampel 20 mg EG-TiO₂ menunjukkan

regangan yang sangat rendah yaitu $0,0002 \times 10^{-3}$, yang menunjukkan tercapainya kondisi kesetimbangan optimal antara EG dan TiO_2 pada komposisi tersebut.

Analisis *Williamson-Hall* menggunakan *software* OriginPro *Learning Edition* digunakan untuk menentukan ukuran kristal dan regangan kisi pada sampel. Metode *Williamson-Hall* menggunakan pendekatan yang berbeda dalam proses analisis karena memisahkan kontribusi pelebaran puncak. Hasil analisis menunjukkan tren yang konsisten dengan hasil *rietveld refinement*, namun dengan nilai yang berbeda.

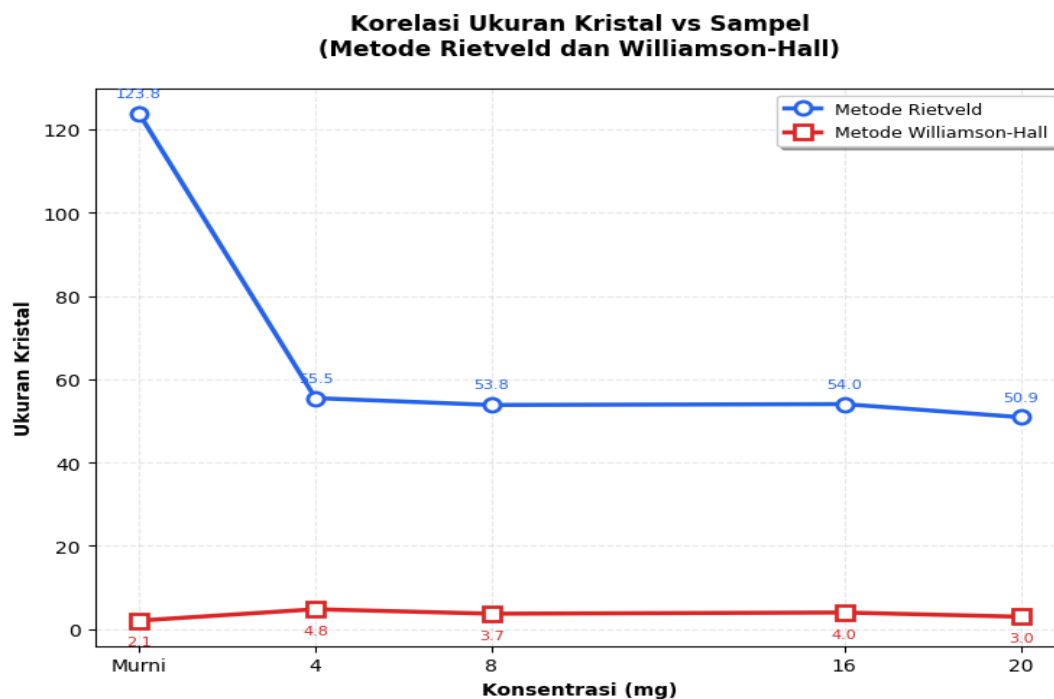
Hasil analisis ukuran kristal dari metode *Williamson-Hall* menghasilkan ukuran kristal yang sangat kecil yaitu 2,07 nm untuk sampel EG Murni. Hasil ukuran kristal tersebut jauh berbeda dengan hasil ukuran kristal metode *Rietveld*. Perbedaan hasil yang jauh tersebut bisa disebabkan oleh metode *Williamson-Hall* yang sangat sensitif terhadap domain *coherent scattering* sementara metode *Rietveld* menghasilkan ukuran kristal yang lebih menyeluruh. Untuk EG yang memiliki struktur berlapis, domain *coherent scattering* yang dimiliki lebih terbatas pada beberapa layer saja sehingga ukuran kristal yang dihasilkan lebih kecil.

Hasil analisis ukuran kristal dari metode *Williamson-Hall* menghasilkan ukuran kristal yang berkisar antara 2,99 - 4,8 nm untuk sampel EG- TiO_2 semua variasi. Ukuran kristal yang lebih kecil ini menunjukkan bahwa sampel cocok untuk aplikasi fotokatalitik karena mempunyai permukaan yang lebih besar. Selain itu, ukuran kristal yang kecil dapat meningkatkan mobilitas pembawa muatan dan mengurangi jumlah migrasi hole dan elektron ke permukaan sehingga mengurangi probabilitas rekombinasi.

Hasil analisis regangan kisi dari metode *Williamson-Hall* menghasilkan regangan kisi yang lebih tinggi dibanding dengan metode *Rietveld*. Sampel 20 mg EG-TiO₂ menunjukkan regangan paling tinggi yaitu $-24,3 \times 10^{-3}$. Regangan EG yang rendah disebabkan oleh distribusi EG yang tidak homogen, menyebabkan stress lokal yang tinggi pada interface EG-TiO₂. Pola regangan kisi menunjukkan bahwa peningkatan massa EG tidak selalu sebanding dengan peningkatan regangan kis, melainkan sangat dipengaruhi oleh interaksi antar fasa dalam komposit EG-TiO₂.

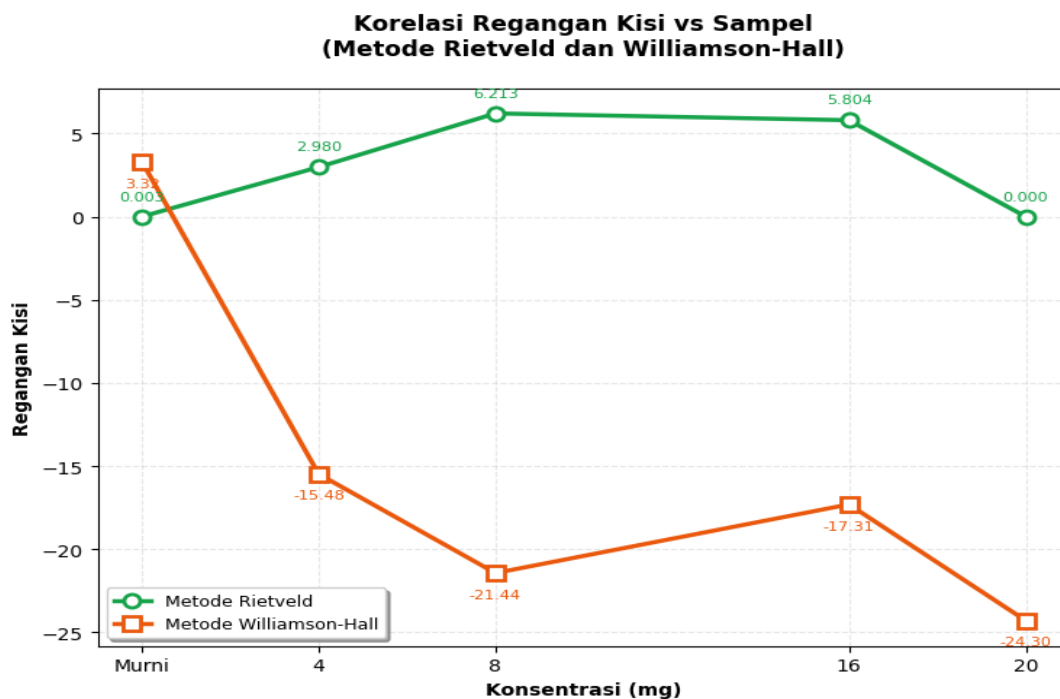
4.2.1 Analisis Pengaruh Penambahan Exfoliated Graphite (EG) Terhadap Ukuran Kristal dan Regangan Kisi

Analisis pengaruh penambahan EG terhadap ukuran kristal dan regangan kisi dilakukan dengan 2 metode, yaitu metode *Rietveld* dan metode *Williamson-Hall*. Setiap metode memiliki sensitivitas yang berbeda-beda terhadap ukuran kristal dan regangan kisi. Metode *Rietveld* menggunakan pemodelan struktur kristal secara menyeluruh dengan menggunakan seluruh pola difraksi, sedangkan metode *Williamson-Hall* menggunakan pelebaran puncak difraksi akibat tegangan mikro. Hasil kedua metode divisualisasikan dalam bentuk grafik untuk memudahkan identifikasi pola perubahan yang terjadi pada ukuran kristal dan regangan kisi.



Gambar 4.12 Grafik Hubungan Penambahan *Exfoliated Graphite* (EG) Terhadap Ukuran Kristal

Berdasarkan grafik ukuran kristal dari kedua metode, dapat dilihat bahwa penambahan *Exfoliated Graphite* (EG) memberikan pengaruh signifikan pada ukuran kristal terutama pada metode *Rietveld*. Ukuran kristal dari EG Murni menurun drastis setelah dikompositkan dengan TiO_2 . Penurunan tersebut menunjukkan bahwa adanya EG bisa menghambat pertumbuhan kristal TiO_2 . Di sisi lain, metode *Williamson-Hall* menunjukkan tren yang berbeda, dimana ukuran kristal tetap pada kisaran yang lebih kecil antara 2,1 hingga 4,8 nm. Hal ini disebabkan karena metode *Williamson-Hall* lebih sensitif terhadap domain difraksi koheren dan pengaruh regangan mikro yang menyebabkan pelebaran puncak difraksi.



Gambar 4.13 Grafik Hubungan Penambahan *Exfoliated Graphite* (EG) Terhadap Regangan Kisi

Berdasarkan grafik terlihat bagaimana pengaruh penambahan *Exfoliated Graphite* (EG) terhadap regangan kisi antara kedua metode. Pada metode Rietveld, regangan kisi pada EG Murni ($0,003 \times 10^{-3}$) menjadi $2,980 \times 10^{-3}$ pada sampel 4 mg EG-TiO₂ dan terus meningkat hingga nilai maksimum pada 8 mg EG-TiO₂. Setelah itu mengalami penurunan drastis pada sampel 20 mg EG-TiO₂. Hal ini menunjukkan penambahan EG menyebabkan ketidakaturan sehingga terjadi peningkatan regangan, sementara pada konsentrasi tinggi kemungkinan EG bertindak sebagai penstabil struktur sehingga regangan menurun. Di sisi lain, pada metode *Williamson-Hall* juga menunjukkan nilai regangan yang secara keseluruhan terus mengalami penurunan. Hal ini menunjukkan kalau penambahan EG memang menyebabkan ketidakaturan sehingga nilai regangan mengalami penurunan.

4.3 Integrasi Dalam Al-Qur'an

Dalam Islam, ilmu pengetahuan tidak hanya menjadi sarana untuk memahami dunia semata tetapi juga sebagai cara untuk mengenali tanda-tanda kebesaran Allah SWT. Setiap ciptaan Allah SWT baik yang besar maupun yang kecil merupakan tanda yang mengandung makna dan petunjuk. Oleh karena itu, aktivitas ilmiah bukan hanya kegiatan akademis semata tetapi juga bagian dari wujud tadabbur terhadap ciptaan Allah SWT.

Analisis ini mengeksplorasi struktur mikroskopik dari material tentang bagaimana atom-atom terkecil tersusun dan kisi kristal, bagaimana regangan mempengaruhi sifat material, dan bagaimana variasi dari penambahan EG memberikan perubahan terhadap struktur kristal. Semua ini menunjukkan betapa teraturnya ciptaan Allah SWT. Dalam Al-Qur'an juga menjelaskan bahwa tanda-tanda kebesaran Allah SWT bisa diamati hingga struktur terkecil di alam semesta.

سَتُرِيهِمْ آيَاتِنَا فِي الْأَفَاقِ وَفِي أَنْفُسِهِمْ حَتَّىٰ يَتَبَيَّنَ لَهُمْ أَنَّهُ الْحَقُّ ۗ أَوَلَمْ يَكُنْ

بِرَبِّكَ أَنَّهُ عَلَىٰ كُلِّ شَيْءٍ شَهِيدٌ ۝٥٣

Artinya: “Kami akan memperlihatkan kepada mereka tanda-tanda (kebesaran) Kami di segenap penjuru dan pada diri mereka sendiri sehingga jelaslah bagi mereka bahwa (Al-Qur'an) itu adalah benar. Tidak cukupkah (bagi kamu) bahwa sesungguhnya Tuhanmu menjadi saksi atas segala sesuatu?” (QS. Fusilat [41]: 53).

Ayat ini mengandung makna bahwa tanda-tanda kekuasaan Allah SWT dapat ditemukan di seluruh penjuru alam dan dalam diri manusia sendiri. Dalam penelitian ini, analisis kristalografi dengan metode Rietveld dan metode Williamson-Hall membuka tabir keteraturan pada tingkat struktur atom. Kita dapat

menghitung presisi ukuran kristal, parameter kisi, dan regangan kisi yang bukanlah hasil kebetulan tetapi berasal dari sistem yang sudah ditetapkan-Nya.

Dengan demikian, aktivitas ilmiah menjadi cara untuk menghayati ayat-ayat Allah SWT secara nyata. Meneliti struktur kristal bukan cuma sekedar memahami material tetapi juga menyaksikan kebenaran Al-Qur'an yang menyebutkan seluruh alam semesta mengandung tanda-tanda yang menjelaskan bahwa Allah SWT Yang Maha Benar. Maka, aktivitas ilmiah bukan sekedar alat duniawi tetapi menjadi jalan menuju pengakuan terhadap keesaan dan kebesaran Allah SWT.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil analisis struktur kristal material komposit EG-TiO₂ menggunakan metode *Rietveld* dan metode *Williamson-Hall*, dapat disimpulkan bahwa:

1. Material komposit EG-TiO₂ dengan variasi massa EG (4 mg, 8 mg, 16 mg, dan 20 mg) menunjukkan fasa utama yang terbentuk adalah fasa anatase. Parameter kisi ($a = b$ dan c) pada sampel EG-TiO₂ berada pada struktur tetragonal dan menunjukkan konsistensi struktur kristal yang baik. Penambahan EG menyebabkan perubahan ukuran kristal dan regangan kisi yang menunjukkan adanya pengaruh interaksi grafit terhadap struktur kristal TiO₂, terutama pada hambatan pertumbuhan kristal dan distorsi kisi.
2. Dari analisis metode *Rietveld*, ukuran kristal mengalami penurunan signifikan dari EG Murni (123,83 nm) menjadi sekitar 50-55 nm pada EG-TiO₂ tergantung pada jumlah massa EG yang ditambahkan. Regangan kisi juga meningkat seiring penambahan EG dengan nilai regangan kisi tertinggi pada sampel 8 mg EG-TiO₂. Dari analisis metode *Williamson-Hall* mendukung tren yang sama: ukuran kristal EG-TiO₂ berkisar 3,0-4,8 nm yang mana jauh lebih kecil EG Murni (2,1 nm) dan regangan kisi menunjukkan nilai maksimum pada EG Murni lalu menurun pada variasi massa EG yang lebih besar. Hal ini menandakan bahwa EG mempengaruhi *strain* kristal dan memperkecil ukuran kristal secara signifikan.

5.2 Saran

Untuk mendapatkan hasil analisis struktur kristal yang lebih akurat, disarankan menggabungkan dengan metode karakterisasi lainnya seperti TEM untuk mengamati morfologi dan ukuran partikel aktual atau FTIR untuk mendeteksi ikatan kimia dan interaksi antara EG dan TiO_2 .

DAFTAR PUSTAKA

- Abidin, A. Z., Santoso, R. A., Aji, I. B., Andiani, L., & Rosi, M. (2023). *Variasi Elektrolit dan Beda Potensial dalam Pembuatan Grafit Tereksfoliasi Menggunakan Metoda Elektrokimia*. In *PROSIDING SEMINAR NASIONAL FISIKA (E-JOURNAL)* (Vol. 11).
- Agustin, T., Prasetya, N. B. A., & Widodo, D. S. (2013). *Sintesis komposit TiO₂-Karbon aktif untuk fotokatalisis larutan zat warna direct blue 19 dan ion logam Pb²⁺ dan Cd²⁺ secara simultan*. *Jurnal kimia sains dan aplikasi*, 16(3), 102-107.
- Aini, A. N., Sugihartono, I., Isnaeni, I., & Yaqin, A. A. (2023, January). *Studi Struktur Kristal Lapisan Tipis Seng Oksida Yang Didoping Magnesium (ZNO: MG) 0.04 Mol Menggunakan Rietveld Refinement*. In *PROSIDING SEMINAR NASIONAL FISIKA (E-JOURNAL)* (Vol. 11).
- Alfarisa, S., Rifai, D. A., & Toruan, P. L. (2018). *Studi difraksi sinar-x struktur nano seng oksida (ZnO)*. *Risalah Fisika*, 2(2), 53-57.
- Altomare, A., Cuocci, C., Giacovazzo, C., Moliterni, A., & Rizzi, R. (2008). *QUALX: a computer program for qualitative analysis using powder diffraction data*. *Journal of Applied Crystallography*, 41(4), 815-817.
- Altomare, A., Corriero, N., Cuocci, C., Falcicchio, A., Moliterni, A., Rizzi, R. (2015). *QUALX2.0: a qualitative phase analysis software using the freely available database POW_COD*, *J. Appl. Cryst*, 48, 598-603.
- Aminatun, Supardi, A., Nisa, Z. I., Hikmawati, D., & Siswanto. (2019). *Synthesis of nanohydroxyapatite from Cuttlefish Bone (Sepia sp.) using milling method*. *International journal of biomaterials*, 2019(1), 1831208.
- Amri, Amun. (2019). *Mengenal Grafena dan Aplikasinya*. Pekanbaru: UR Press.
- Ariska, L. P. A. (2023). *Pengaruh Penambahan Exfoliated Graphite Pada Komposit EG-TiO₂ Sebagai Material Fotokatalis [Skripsi]*. UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Axala, D. L. G. (2022). *Analisis parameter struktur kristal nanokomposit rGO-TiO₂ menggunakan metode numerik (Bragg's Law dan Williamson-Hall) dan metode Rietveld (MAUD)* (Bachelor's thesis, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim).
- Azizah, A. T. W. (2020). *Analisis Parameter Struktur pada Reduced Graphene Oxide dari Tempurung Kelapa Menggunakan Metode Scherrer dan*

Williamson-Hall (Bachelor's thesis, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim).

- Bayat, A., Aghamiri, S. F., & Moheb, A. (2008). *Oil Sorption by Synthesized Exfoliated Graphite (EG)*. Iranian Journal of Chemical Engineering, 5(1), Winter 2008.
- Budirohmi, A., Mustari, Y., Suriani, Y., Adriana, V., & Natsir, H. (2023). *The Effect of Concentration of Titanium Dioxide Nanoparticles on Their Antibacterial Activity in the Synthesis of Polyurethane Biopolymers*. Hydrogen: Jurnal Kependidikan Kimia, 11(5), 743-750.
- Christianto, P., & Purwaningsih, H. (2013). *Analisa rietveld terhadap transformasi fasa ($\alpha \rightarrow \beta$) pada solid solution Ti-3 at.% Al pada proses mechanical alloying dengan variasi milling time*. Jurnal Teknik ITS, 2(1), F78-F83.
- Dalal, M. H., Lee, C. Y., & Wallace, G. G. (2021). *Cathodic exfoliation of graphite into graphene nanoplatelets in aqueous solution of alkali metal salts*. Journal of Materials Science, 56(4), 3612-3622.
- Darwis, D., Khaeroni, R., & Iqbal, I. (2017). *Pemurnian dan karakterisasi silika menggunakan metode purifikasi (leaching) dengan variasi waktu milling pada pasir kuarsa desa pasir putih kecamatan pamona selatan kabupaten poso*. Natural Science: Journal of Science and Technology, 6(2).
- Destiarti, L., Abdillah, O. B., Maharsi, R., Floweri, O., & Iskandar, F. *Electrochemically Exfoliated Graphite/Cu/Cu₂O Composites and Their Photocatalytic Activity*. POSITRON, 10(1), 34-41.
- Fauriani, R., & Aritonang, A. B. (2019). *Sintesis dan Karakterisasi TiO₂/Ti Terdoping Fe (III) Menggunakan Metode Anodisasi In-Situ*. Jurnal Kimia Khatulistiwa, 8(2).
- Fuchs, J.-N. and M.O. Goerbig. (2008). *Introduction to the physical properties of graphene*. Lecture notes, 10: p. 11-12.
- Htwe, Y. Z. N., Mariatti, M., & Chin, S. Y. (2020). *Fabrication of graphene by electrochemical intercalation method and performance of graphene/PVA composites as stretchable strain sensor*. Arabian Journal for Science and Engineering, 45, 7677-7689.
- 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.

- Jamaluddin, K. (2010). *X-RD (X-Ray Diffractions). Program Studi Pendidikan Fisika Fakultas Keguruan dan Ilmu Pendidikan. Universitas Haluoleo. Kendari.*
- 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.
- Kinasih, D. A. S., & Nurhasanah, I. (2020). *Estimasi Ukuran Kristal Dan Parameter Elastisitas Nanokristal Zno: Ce Menggunakan Metode Size-Strain Plot. Berkala Fisika*, 23(2), 56-62.
- Kisi, E.H. (1994). *Rietveld Analysis of Powder Diffraction Patterns*. Materials Forum, 18: 135-153
- Lee, S. M., Kang, D. S., & Roh, J. S. (2015). *Bulk graphite: materials and manufacturing process. Carbon letters*, 16(3), 135-146.
- Lutterotti, L., Matthies, S., & Wenk, H. (1999). *MAUD: a friendly Java program for material analysis using diffraction. CPD newsletter*, 21, 14-15.
- Moellmann J, Ehrlich S, Tonner R, Grimme S. *A DFT-D study of structural and energetic properties of TiO₂ modifications. Journal of Physics Condensed Matter*. 2012;24(42)- 424206). DOI: 10.1088/0953-8984/24/42/424206
- Mukminin, A. (2019). *Analisis komposisi fasa dan parameter unit sel kristal hasil kalsinasi suhu tinggi abu cangkang (Paguroidea) dengan metode rietveld. JST (Jurnal Sains Terapan)*, 5(1), 44-48.
- Muttaqin, R. (2023). *Pengembangan Buku Panduan Teknik Karakterisasi Material: X-ray Diffractometer (XRD) Panalytical Xpert3 Powder. Indonesian Journal of Laboratory*, 1(1), 9-16.
- Neha, B., Manjula, K. S., Srinivasulu, B., & Shit, C. S. (2012). *Synthesis and Characterization of Exfoliated Graphite/ABS Composites*. Open Journal of Organic Polymer Materials, 2(4), 74-78.
- Noumi, M., Issaoui, F., Dhahri, E., & Hlil, E. K. (2019). *Study of Critical Behavior and Magnetocaloric Effect in Nd 1– x Sr x MnO 3 Compounds. Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 32, 1507-1516.
- Nurhayati, A., Pratapa, S., (2008). *Development of Yttria and Corronдум for line Broadening Standard in X-Ray Diffraction Data Analysis* 43, 256-259.
- Prastika, I. S., & Suharyana, S. (2024). *Analisis Distribusi Dosis Terapi Proton dengan Kolimator Pencil Beam pada Kanker Limfoma Orbita menggunakan Software MCNP6. Jurnal Teori dan Aplikasi Fisika*, 113-120.

- Pratama, F. Y., & Irfa'i, M. A. (2024). *Studi Lama Waktu Proses Hidrotermal Terhadap Kemurnian dan Morfologi pada Sintesis Hidroksiapatit yang Berasal dari Tulang Sapi Untuk Aplikasi Biomaterial*. *Jurnal Teknik Mesin*, 12(02), 69-76.
- Pratapa, Suminar. (2011). *Bahan Kuliah Difraksi Sinar-X*. Institut Teknologi Sepuluh Nopember. Surabaya.
- Pratapa, S., Susanti, L., Insany, Y.A.S., Alfianti, 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 coprecipitation method*. *Am. Inst. Phys.* 1285, 125–128.
- Purnomo, F. O., Ningrum, S. S., & Kautsari, S. N. (2021). *Synthesis and Characterization of Ag/TiO₂ Nanoparticles using Mirabilis jalapa Plant Extract*. *Jurnal Kimia Valensi*, 7(1), 22-27.
- Purwaningsih, S. Y., Rosidah, N., Zainuri, M., Triwikantoro, T., Pratapa, S., & Darminto, D. (2019, February). *Comparison of X-ray diffraction pattern refinement using Rietica and MAUD of ZnO nanoparticles and nanorods*. In *Journal of Physics: Conference Series* (Vol. 1153, No. 1, p. 012070). IOP Publishing.
- Ramadani, A. I. W. S. (2015). *Karakterisasi Koreksi Pelebaran Puncak dan 2 θ pada Analisis Difraksi Sinar-X*. Tesis, Program Magister Bidang Keahlian Material, Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.
- Runcevski, T., & Brown, C. M. (2021). *The Rietveld refinement method: Half of a century anniversary*. *Crystal Growth & Design*, 21(9), 4821-4822.
- Saikam, L., Arthi, P., Senthil, B., & Shanmugam, M. (2023). *A review on exfoliated graphite: Synthesis and applications*. *Inorganic Chemistry Communications*, 152, 110685.
- Saukani, M., & Febrianty, R. (2017). *Analisa Komposisi Fasa Lempung Kalimantan Selatan Berdasarkan Data Difraksi Sinar X*. *Jurnal Fisika Flux: Jurnal Ilmiah Fisika FMIPA Universitas Lambung Mangkurat*, 13(2), 117-120.
- Saville, A. I., Creuziger, A., Mitchell, E. B., Vogel, S. C., Benzing, J. T., Klemm-Toole, J., ... & Clarke, A. J. (2021). *MAUD rietveld refinement software for neutron diffraction texture studies of single-and dual-phase materials*. *Integrating materials and manufacturing innovation*, 10(3), 461-487.

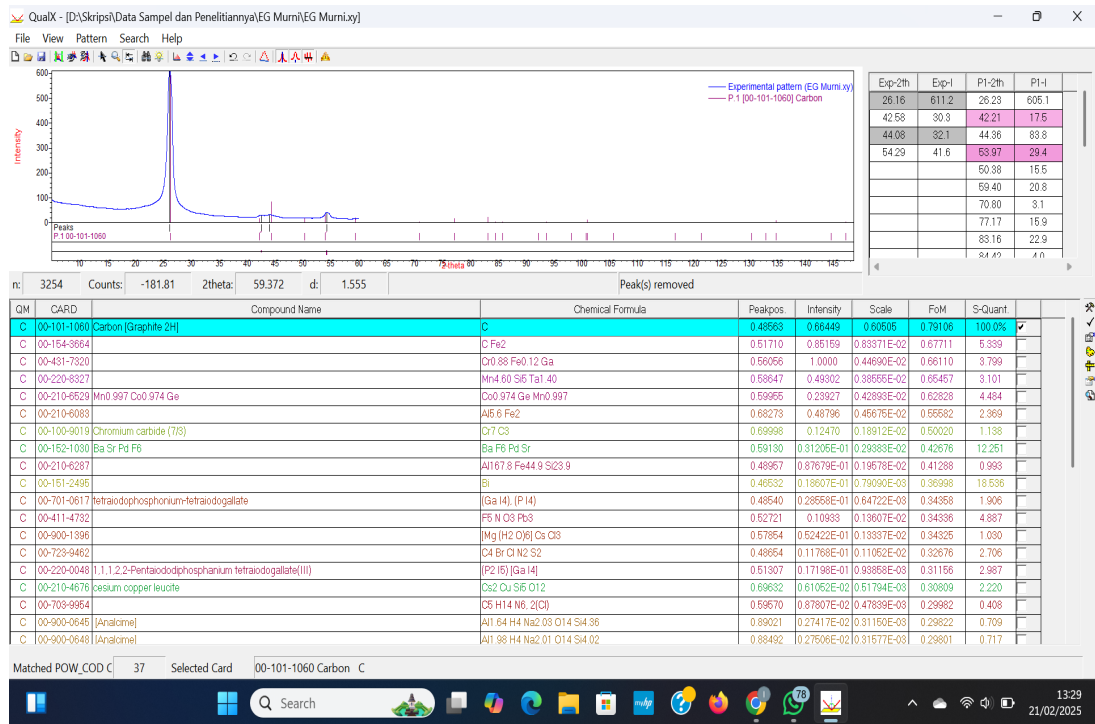
- Sumadiyasa, M., & Manuaba, I. B. S. (2018). *Determining crystallite size using scherrer formula, williamson-hull plot, and particle size with SEM. Buletin Fisika*, 19(1), 28-35.
- Ukhtiyani, I., Darwis, D., & Iqbal, I. (2017). *Purifikasi dan karakterisasi silika (SiO₂) berbasis pasir kuarsa dari desa Pasir Putih kecamatan Pamona Selatan Kabupaten Poso. Natural Science: Journal of Science and Technology*, 6(3).
- Usman, M. R., Prasasti, A., Islamiah, S., Firdaus, A. N., Marita, A. W., Fajriyah, S., & Yanti, E. F. (2020). *Ceftriaxone Degradation using Titanium Dioxide (TiO₂) Nanoparticles: Toxicity and Degradation Mechanism. Jurnal Kimia Valensi*, 6(1), 82-89.
- Warren, 8.E., 1969. *X-Ray Diffraction, Addittion-wesley pub: Messach\$setfs*.
- Wenk, H. R., Vasin, R., & Lutterotti, L. (2014). *Rietveld texture analysis from synchrotron diffraction images: I. Basic analysis. Powder Diffr.*
- Widayanti, R. (2005). *Analisis Ukuran Butir Kristal Pada Pembentukan dan Karakterisasi Material Nanokristal Berbasis Zirkonium* (Bachelor's thesis, UNIVERSITAS AIRLANGGA).
- Zakaria. (2003). *Analisis Kandungan Mineral Magnetik pada Batuan Bekudari Daerah Istimewe Yogyakarta dengan Metode X-Ray Diffiaction*, skripsi, Fakultas Keguruan dan Ilmu Pendidikan, Universitas Haluoleo : Kendari.
- Zuhdi, I. P. (2018). *Analisis struktur mikro kristal pada serbuk dan lapisan nicral dengan elemen reaktif si dan y menggunakan metode scherrer* (Bachelor's thesis, Fakultas Sains dan Teknologi UIN Syarif Hidayatullah Jakarta).
- Zhen, S. J., Wang, T. T., Liu, Y. X., Wu, Z. L., Zou, H. Y., & Huang, C. Z. (2018). *Reduced graphene oxide coated Cu₂- xSe nanoparticles for targeted chemophotothermal therapy. Journal of Photochemistry and Photobiology B: Biology*, 180, 9-16.

LAMPIRAN

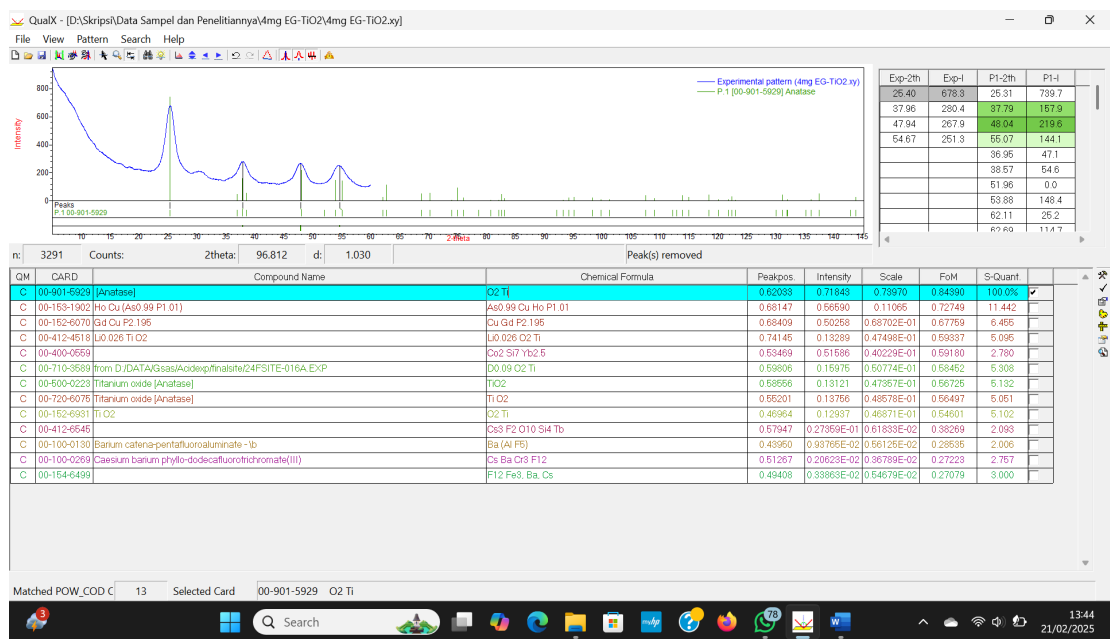
Lampiran 1

HASIL ANALISIS SEARCH-MATCH MENGGUNAKAN QUALX

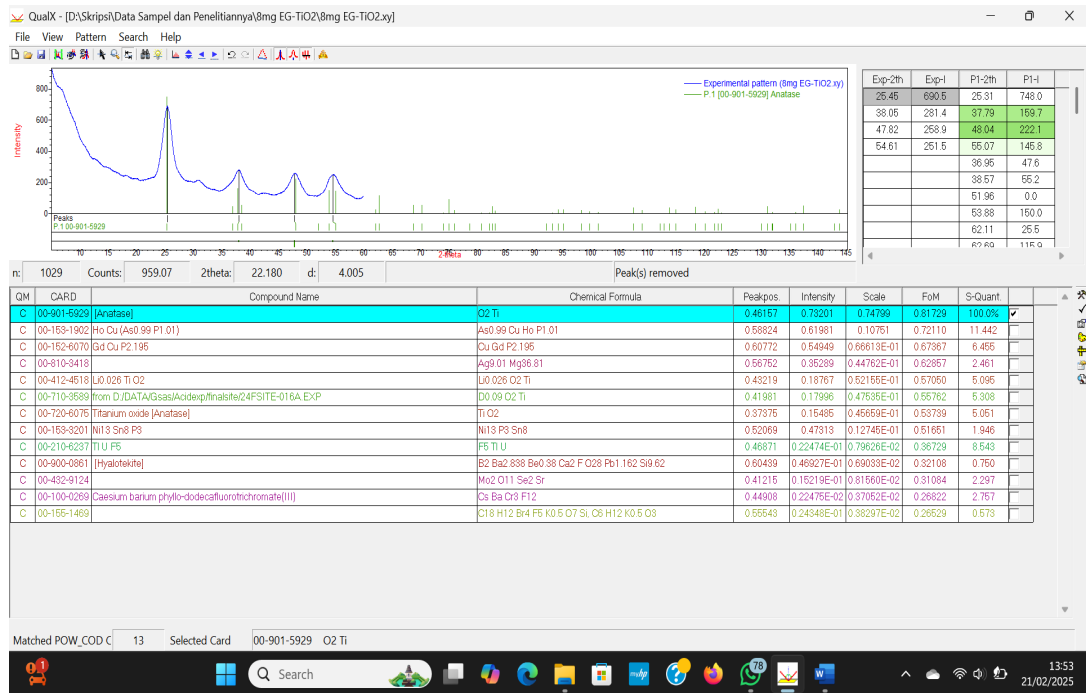
Output Analisis Sampel EG Murni



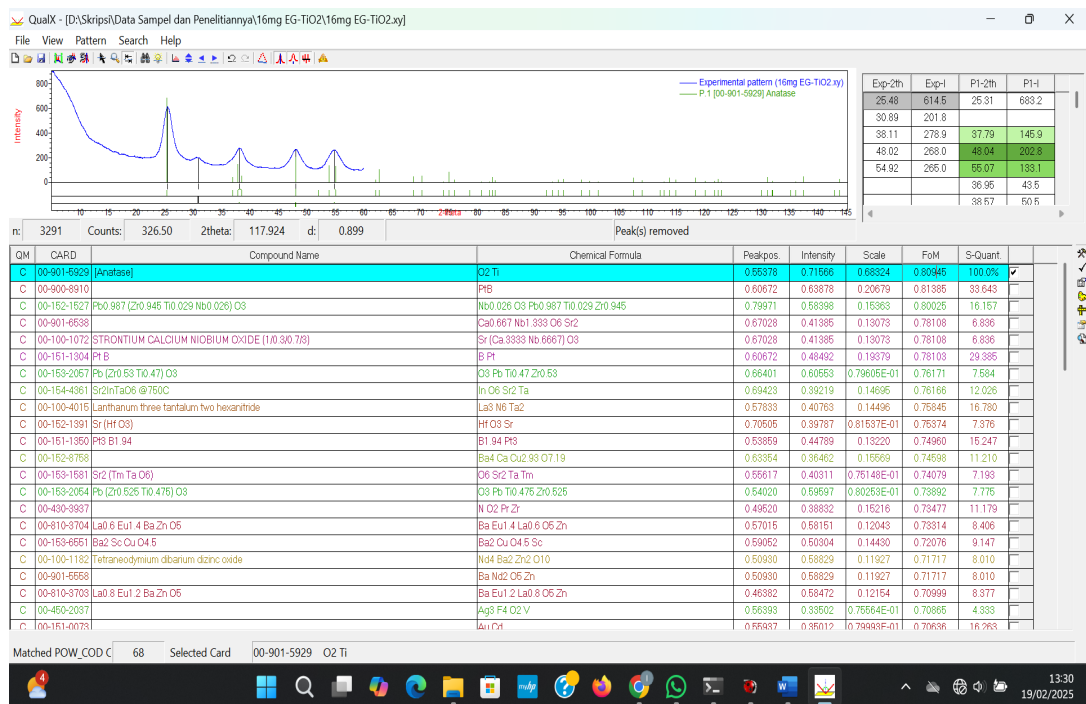
Output Analisis Sampel 4 mg EG-TiO₂



Output Analisis Sampel 8 mg EG-TiO₂



Output Analisis Sampel 16 mg EG-TiO₂



Output Analisis Sampel 20 mg EG-TiO₂

Lampiran 2**HASIL ANALISIS RIETVELD MENGGUNAKAN MAUD**

Output sampel EG Murni

Sample Rpn_{b2} (no bkg rescaled²): 0.18056132

Sample energy: 0.0

Refinement final output indices for single datasets:

DataSet EG Murni :

DataSet R_{wp}: 0.16715053

DataSet R_p: 0.12961875

DataSet R_{wpn_b} (no background): 0.3368403

DataSet R_{wpn_{b1}} (no bkg rescaled): 0.25735694

DataSet R_{wpn_{b2}} (no bkg rescaled²): 0.22161923

DataSet R_{pnb} (no background): 0.3618449

DataSet R_{pnb1} (no bkg rescaled): 0.23668028

DataSet R_{pnb2} (no bkg rescaled²): 0.18056132

Output sampel 4 mg EG-TiO₂

Refinement final output indices:

Global R_{wp}: 0.11757294

Global R_p: 0.088035055

Global R_{wpn_b} (no background): 0.32556728

Global R_{wpn_{b1}} (no bkg rescaled): 0.1849112

Global R_{wpn_{b2}} (no bkg rescaled²): 0.12520525

Global R_{pnb} (no background): 0.3384704

Global R_{pnb1} (no bkg rescaled): 0.16940488

Global R_{pnb2} (no bkg rescaled²): 0.101278715

Total energy: 0.0

Output sampel 8 mg EG-TiO₂

Refinement final output indices:

Global Rwp: 0.11783477

Global Rp: 0.090817325

Global Rwpcb (no background): 0.3151509

Global Rwpcb1 (no bkg rescaled): 0.17807835

Global Rwpcb2 (no bkg rescaled²): 0.12081489

Global Rpcb (no background): 0.33135298

Global Rpcb1 (no bkg rescaled): 0.16649346

Global Rpcb2 (no bkg rescaled²): 0.0990902

Total energy: 0.0

Output sampel 16 mg EG-TiO₂

Refinement final output indices:

Global Rwp: 0.12385331

Global Rp: 0.09529556

Global Rwpcb (no background): 0.3211604

Global Rwpcb1 (no bkg rescaled): 0.18610041

Global Rwpcb2 (no bkg rescaled²): 0.12937456

Global Rpcb (no background): 0.3383823

Global Rpcb1 (no bkg rescaled): 0.17429206

Global Rpcb2 (no bkg rescaled²): 0.10630326

Total energy: 0.0

Output sampel 20 mg EG-TiO₂

Refinement final output indices:

Global Rwp: 0.12203287

Global Rp: 0.09436392

Global Rwpnb (no background): 0.33111593

Global Rwpnb1 (no bkg rescaled): 0.18936716

Global Rwpnb2 (no bkg rescaled²): 0.12882991

Global Rpnb (no background): 0.34738094

Global Rpnb1 (no bkg rescaled): 0.17701608

Global Rpnb2 (no bkg rescaled²): 0.10618805

Total energy: 0.0

Lampiran 3

OUTPUT SOFTWARE ORIGINPRO LEARNING EDITION

Output Sampel EG Murni

1 ☐ Linear Fit (25/06/2025 13:07:46)

☐ Notes ☐

☐ Input Data ☐

☐ Masked Data - Values Excluded from Computations ☐

☐ Bad Data (missing values) -- Values that are invalid and thus not used in computations ☐

☐ Parameters ☐

		Value	Standard Error	t-Value	Prob> t
B	Intercept	0,06985	0,05353	1,30497	0,41626
	Slope	0,00332	0,00233	1,42189	0,3902

Slope is NOT significantly different from zero (See ANOVA Table).

Standard Error was scaled with square root of reduced Chi-Sqr.

Some input data points are masked.

☐ Statistics ☐

	B
Number of Points	3
Degrees of Freedom	1
Residual Sum of Squares	5,8759E-4
Pearson's r	0,81797
R-Square (COD)	0,66907
Adj. R-Square	0,33814

☐ Summary ☐

	Intercept		Slope		Statistics
	Value	Standard Error	Value	Standard Error	Adj. R-Square
B	0,06985	0,05353	0,00332	0,00233	0,33814

☐ ANOVA ☐

		DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
B	Model	1	0,00119	0,00119	2,02177	0,3902
	Error	1	5,8759E-4	5,8759E-4		
	Total	2	0,00178			

At the 0.05 level, the slope is NOT significantly different from zero.

Output Sampel 4 mg EG-TiO₂

Linear Fit (25/06/2025 13:44:45)

Notes

Input Data

Masked Data - Values Excluded from Computations

Bad Data (missing values) -- Values that are invalid and thus not used in computations

Parameters

		Value	Standard Error	t-Value	Prob> t
B	Intercept	0,03014	0,00266	11,31374	0,05612
	Slope	-0,01548	0,00192	-8,08115	0,07838

Slope is NOT significantly different from zero (See ANOVA Table).

Standard Error was scaled with square root of reduced Chi-Sqr.

Some input data points are masked.

Statistics

	B
Number of Points	3
Degrees of Freedom	1
Residual Sum of Squares	1,65356E-6
Pearson's r	-0,99243
R-Square (COD)	0,98492
Adj. R-Square	0,96984

Summary

	Intercept		Slope		Statistics
	Value	Standard Error	Value	Standard Error	Adj. R-Square
B	0,03014	0,00266	-0,01548	0,00192	0,96984

ANOVA

		DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
B	Model	1	1,07986E-4	1,07986E-4	65,30503	0,07838
	Error	1	1,65356E-6	1,65356E-6		
	Total	2	1,09639E-4			

At the 0.05 level, the slope is NOT significantly different from zero.

Output Sampel 8 mg EG-TiO₂

Linear Fit (25/06/2025 13:59:43)

+ Notes

+ Input Data

+ Masked Data - Values Excluded from Computations

+ Bad Data (missing values) -- Values that are invalid and thus not used in computations

Parameters

		Value	Standard Error	t-Value	Prob> t
B	Intercept	0,03885	0,00437	8,88748	0,01242
	Slope	-0,02144	0,003	-7,14599	0,01903

Slope is significantly different from zero (See ANOVA Table).

Standard Error was scaled with square root of reduced Chi-Sqr.

Statistics

	B
Number of Points	4
Degrees of Freedom	2
Residual Sum of Squares	9,46245E-6
Pearson's r	-0,98097
R-Square (COD)	0,96231
Adj. R-Square	0,94347

Summary

	Intercept		Slope		Statistics
	Value	Standard Error	Value	Standard Error	Adj. R-Square
B	0,03885	0,00437	-0,02144	0,003	0,94347

ANOVA

		DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
B	Model	1	2,41601E-4	2,41601E-4	51,06523	0,01903
	Error	2	9,46245E-6	4,73123E-6		
	Total	3	2,51064E-4			

At the 0.05 level, the slope is significantly different from zero.

Output Sampel 16 mg EG-TiO₂

Linear Fit (25/06/2025 14:11:05)

Notes

Input Data

Masked Data - Values Excluded from Computations

Bad Data (missing values) -- Values that are invalid and thus not used in computations

Parameters

		Value	Standard Error	t-Value	Prob> t
B	Intercept	0,03606	0,00169	21,39233	0,02974
	Slope	-0,01731	0,00153	-11,30086	0,05619

Slope is NOT significantly different from zero (See ANOVA Table).

Standard Error was scaled with square root of reduced Chi-Sqr.

Some input data points are masked.

Statistics

	B
Number of Points	3
Degrees of Freedom	1
Residual Sum of Squares	2,1132E-7
Pearson's r	-0,99611
R-Square (COD)	0,99223
Adj. R-Square	0,98446

Summary

	Intercept		Slope		Statistics
	Value	Standard Error	Value	Standard Error	Adj. R-Square
B	0,03606	0,00169	-0,01731	0,00153	0,98446

ANOVA

		DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
B	Model	1	2,69875E-5	2,69875E-5	127,70936	0,05619
	Error	1	2,1132E-7	2,1132E-7		
	Total	2	2,71988E-5			

At the 0.05 level, the slope is NOT significantly different from zero.

Output Sampel 20 mg EG-TiO₂

Linear Fit (25/06/2025 14:23:23)

Notes

Input Data

Masked Data - Values Excluded from Computations

Bad Data (missing values) -- Values that are invalid and thus not used in computations

Parameters

	Value	Standard Error	t-Value	Prob> t
B Intercept	0,04828	0,0079	6,10942	0,02576
Slope	-0,0243	0,00534	-4,55112	0,04504

Slope is significantly different from zero (See ANOVA Table).

Standard Error was scaled with square root of reduced Chi-Sqr.

Some input data points are masked.

Statistics

	B
Number of Points	4
Degrees of Freedom	2
Residual Sum of Squares	2,03995E-5
Pearson's r	-0,95496
R-Square (COD)	0,91194
Adj. R-Square	0,86792

Summary

	Intercept		Slope		Statistics
	Value	Standard Error	Value	Standard Error	Adj. R-Square
B	0,04828	0,0079	-0,0243	0,00534	0,86792

ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
B Model	1	2,11265E-4	2,11265E-4	20,71274	0,04504
Error	2	2,03995E-5	1,01998E-5		
Total	3	2,31665E-4			

At the 0.05 level, the slope is significantly different from zero.

LAMPIRAN 4

**PERHITUNGAN UKURAN KRISTAL DAN REGANGAN KISI
MENGUNAKAN METODE WILLIAMSON-HALL**

1. Perhitungan Sampel EG Murni

Diketahui: $K = 0,94$
 $\lambda = 1,5406$
 $c = 0,06985$
 $m = 0,00332$

Ditanya: a. $D = \dots?$
 b. $\varepsilon = \dots?$

Jawab: a. $D = \frac{K \lambda}{\frac{c}{m}}$

$$= \frac{0,94 \times 1,5406}{0,06985}$$

$$= 2,073248389 \text{ nm}$$

b. $\varepsilon = m \times 1000$

$$= 0,00332 \times 1000$$

$$= 3,32 \times 10^{-3}$$

2. Perhitungan Sampel 4 mg EG-TiO₂

Diketahui: $K = 0,94$
 $\lambda = 1,5406$
 $c = 0,03014$
 $m = -0,0155$

Ditanya: a. $D = \dots?$
 b. $\varepsilon = \dots?$

Jawab: a. $D = \frac{K \lambda}{\frac{c}{m}}$

$$= \frac{0,94 \times 1,5406}{0,03014}$$

$$= 4,804790975 \text{ nm}$$

b. $\varepsilon = m \times 1000$

$$= -0,0155 \times 1000$$

$$= -15,48 \times 10^{-3}$$

3. Perhitungan Sampel 8 mg EG-TiO₂

Diketahui: $K = 0,94$
 $\lambda = 1,5406$
 $c = 0,03885$
 $m = -0,0214$

Ditanya: a. $D = \dots?$
 b. $\varepsilon = \dots?$

Jawab: a. $D = \frac{K \lambda}{c}$

$$= \frac{0,94 \times 1,5406}{0,03885}$$

$$= 3,727577864 \text{ nm}$$

b. $\varepsilon = m \times 1000$

$$= -0,0214 \times 1000$$

$$= -21,44 \times 10^{-3}$$

4. Perhitungan Sampel 16 mg EG-TiO₂

Diketahui: $K = 0,94$
 $\lambda = 1,5406$
 $c = 0,03606$
 $m = -0,0173$

Ditanya: a. $D = \dots?$
 b. $\varepsilon = \dots?$

Jawab: a. $D = \frac{K \lambda}{c}$

$$= \frac{0,94 \times 1,5406}{0,03606}$$

$$= 4,01598447 \text{ nm}$$

b. $\varepsilon = m \times 1000$

$$= -0,0173 \times 1000$$

$$= -17,31 \times 10^{-3}$$

5. Perhitungan Sampel 20 mg EG-TiO₂

Diketahui: $K = 0,94$
 $\lambda = 1,5406$
 $c = 0,04828$
 $m = -0,0243$

Ditanya: a. $D = \dots?$
 b. $\varepsilon = \dots?$

Jawab: a. $D = \frac{K \lambda}{c}$
 $= \frac{0,94 \times 1,5406}{0,04828}$
 $= 2,999511185 \text{ nm}$

b. $\varepsilon = m \times 1000$
 $= -0,0243 \times 1000$
 $= -24,3 \times 10^{-3}$

Sistem Informasi Akademik Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang 2.0

KEMENTERIAN AGAMA
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
 Jalan Gajayana Nomor 50, Telepon (0341) 51354, Fax (0341) 572533
 Website: <http://www.uin-malang.ac.id> Email: info@uin-malang.ac.id

JURNAL BIMBINGAN SKRIPSI/TESIS/DISERTASI

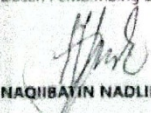
IDENTITAS MAHASISWA

NIM : 18640035
 Nama : ISLAM ILHAMMINATA
 Fakultas : SAINS DAN TEKNOLOGI
 Jurusan : FISIKA
 Dosen Pembimbing 1 : UTIYA HIKMAH.S.Si., M.Si
 Dosen Pembimbing 2 : NAQIIBATIN NADLIRIYAH.M.Si
 Judul Skripsi/Tesis/Disertasi : Analisis Parameter Struktur Kristal Material Komposit EG-TiO2 Dengan Menggunakan Metode Rietveld dan Williamson-Hall

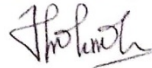
IDENTITAS BIMBINGAN

No	Tanggal Bimbingan	Nama Pembimbing	Deskripsi Proses Bimbingan	Tahun Akademik	Status
1	20 November 2024	UTIYA HIKMAH.S.Si., M.Si	Konsultasi BAB I	Genap 2024/2025	Sudah Dikonfirmasi
2	15 Desember 2024	UTIYA HIKMAH.S.Si., M.Si	Konsultasi BAB II	Genap 2024/2025	Sudah Dikonfirmasi
3	17 Februari 2025	UTIYA HIKMAH.S.Si., M.Si	Konsultasi BAB III	Genap 2024/2025	Sudah Dikonfirmasi
4	22 April 2025	UTIYA HIKMAH.S.Si., M.Si	Konsultasi BAB IV	Genap 2024/2025	Sudah Dikonfirmasi
5	25 Mei 2025	UTIYA HIKMAH.S.Si., M.Si	Konsultasi BAB IV	Genap 2024/2025	Sudah Dikonfirmasi
6	12 Juni 2025	NAQIIBATIN NADLIRIYAH.M.Si	Konsultasi Integrasi BAB I dan BAB II	Genap 2024/2025	Sudah Dikonfirmasi
7	13 Juni 2025	NAQIIBATIN NADLIRIYAH.M.Si	Konsultasi Integrasi BAB I dan II	Genap 2024/2025	Sudah Dikonfirmasi
8	18 Juni 2025	UTIYA HIKMAH.S.Si., M.Si	Konsultasi BAB IV dan V	Genap 2024/2025	Sudah Dikonfirmasi
9	25 Juni 2025	NAQIIBATIN NADLIRIYAH.M.Si	Konsultasi Integrasi BAB IV	Genap 2024/2025	Sudah Dikonfirmasi

Telah disetujui
 Untuk mengajukan ujian Skripsi/Tesis/Desertasi

Dosen Pembimbing 2

 NAQIIBATIN NADLIRIYAH.M.Si



Malang, _____
 Dosen Pembimbing 1

 UTIYA HIKMAH.S.Si., M.Si