

## Pengaruh Ethanolamina (MEA) dalam Pembentukan TiO<sub>2</sub> dari Bahan Awal Ti Butoksida

Rika Rahayu<sup>(1)\*</sup>, Posman Manurung<sup>(1)</sup>, Yanti Yulianti<sup>(1)</sup>

Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung

Jl. Prof. Dr. Soemantri Brodjonegoro 1, Bandar Lampung 35144.

\*email: [rikarahayu9885@gmail.com](mailto:rikarahayu9885@gmail.com), [reip65@yahoo.com](mailto:reip65@yahoo.com), [yanti.yuliyanti@unila.ac.id](mailto:yanti.yuliyanti@unila.ac.id)

Diterima (10 April 2019), Direvisi (16 Agustus 2019)

**Abstract.** Titanium dioxide has been prepared through the sol gel method using the addition of ethanolamine. The research was conducted to study the effect of MEA on the formation of TiO<sub>2</sub>. The amount of MEA was varied to 0; 0.5; 1; 1.5; and 2 ml respectively. The samples were calcined at a temperature of 500 °C. TiO<sub>2</sub> was characterized using X-Ray Diffraction (XRD), Transmission Electron Microscopy (TEM) and photocatalyst tests using UV lamps. The XRD characterization results showed that in the A sample an anatase phase was formed whereas in the C sample an anatase phase and a brookite phase were formed. The result of TEM characterization using ImageJ software show that the particle size of TiO<sub>2</sub> is 26,1 nm, respectively. The results of the characterization of the fastest photocatalyst catalyst test occurred in sample C which the variation of MEA is 1 ml.

**Keywords:** TiO<sub>2</sub>, ethanolamine, ethanol, photocatalyst, sol gel.

**Abstrak.** Titanium dioksida telah dipreparasi melalui metode *sol-gel* menggunakan penambahan ethanolamina. Penelitian ini dilakukan untuk mempelajari pengaruh MEA dalam pembentukan TiO<sub>2</sub>. Jumlah larutan MEA yang divariasikan masing-masing 0; 0,5; 1; 1,5; dan 2 ml. Sampel dikalsinasi pada suhu 500 °C. TiO<sub>2</sub> dikarakterisasi menggunakan X-Ray Diffraction (XRD), Transmission Electron Microscopy (TEM) dan uji fotokatalis menggunakan lampu UV. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa pada sampel A terbentuk fasa anatase sedangkan pada sampel C terbentuk fasa anatase dan fasa brookite. Hasil karakterisasi TEM dengan menggunakan *software* ImageJ menunjukkan bahwa ukuran partikel TiO<sub>2</sub> adalah 26,1 nm. Hasil karakterisasi uji katalis fotokatalis tercepat terjadi pada sampel C dengan variasi MEA sebesar 1 ml.

Kata kunci: TiO<sub>2</sub>, ethanolamina, etanol, fotokatalis, *sol-gel*.

### PENDAHULUAN

Nanoteknologi merupakan pengetahuan dan kontrol material pada skala nano dalam dimensi antara 1-100 nanometer. Istilah nano berasal dari bahasa Yunani yaitu nanos yang berarti kurcaci atau ukuran mini. Ukuran partikel yang sangat kecil tersebut dimanfaatkan untuk mendesain dan menyusun atau memanipulasi material sehingga dihasilkan material dengan sifat dan fungsi baru [1].

Saat ini, nanoteknologi yang sangat berkembang pesat yaitu nanomaterial. Ada berbagai jenis nanomaterial seperti nanosilika, nanotitania, nano SnO<sub>2</sub>, nanoporak, nanoemas dan lain sebagainya. Diantara berbagai nanotitania yang ada, titanium dioksida (TiO<sub>2</sub>) merupakan suatu material yang memiliki berbagai keunggulan baik dari segi sifat fisika maupun sifat kimia. Unjuk kerja TiO<sub>2</sub> tergantung pada metode sintesis yang berpengaruh terhadap ukuran partikel, kristalinitas, kemurnian, dan komposisi fasa

(*anatase, brookite, dan rutile*). Oleh karena itu, perlu pendekatan lebih lanjut untuk mengetahui efektifitas berbagai metode yang digunakan para peneliti dalam melakukan sintesis TiO<sub>2</sub> nanopartikel [2].

Selama ini pembuatan nano TiO<sub>2</sub> berlangsung baik dalam berbagai aplikasi yang luas antara lain menentukan nilai *chemical oxygen demand* atau COD air [3], sebagai sensor gas [4], degradasi air [5], anti bakteri [6], fotovoltaik [7], dan yang paling menarik yaitu sebagai fotokatalis [4, 8]. Katalis merupakan bahan yang berfungsi membantu reaksi kimia dengan cara meningkatkan energi aktivasi tanpa ikut bereaksi. Nanokatalis adalah bahan yang berfungsi sebagai katalis yang memiliki dimensi dalam skala nano atau < 100 nm [9].

Sebagai fotokatalis, TiO<sub>2</sub> memiliki keunggulan antara lain murah, non-toksik dan kestabilannya tinggi apabila dikenai cahaya. Namun, celah pita yang lebar (~3,2 eV) menyebabkan efisiensi fotokatalis terbatas hanya sebesar ~5% [10] sehingga TiO<sub>2</sub> murni hanya mampu menggunakan sekitar 4% dari spektrum terestrial matahari [11]. Pencampuran bahan TiO<sub>2</sub> dengan doping lain sudah banyak dilakukan eksperimennya. Dengan adanya pengaruh variasi yang diberikan kepada sampel memiliki karakteristik mikrostruktur.

Berbagai metode yang dapat dilakukan untuk mensintesis nanopartikel, adalah metode *sol-gel*, kopresipitasi, mikroemulsi, hidrotermal, dan lain-lain. Namun, pada penelitian ini menggunakan metode *sol-gel*. Metode *sol-gel* merupakan cara yang relatif sederhana digunakan untuk pembuatan nanotitania yang mudah dikontrol seperti pH, temperatur, dan laju hidrolisis. Selain itu peralatan yang dibutuhkan sangat sederhana, biaya murah, dan mudah untuk mengubah sifat fisik TiO<sub>2</sub> [12].

Pada artike ini, dilakukan variasi penambahan MEA terhadap pembuatan nanotitania. Titanium butoksida digunakan sebagai prekursor dan etanol digunakan

sebagai pelarut. Etanol merupakan sejenis cairan yang mudah menguap, mudah terbakar, tak berwarna, dan merupakan alkohol yang paling sering digunakan dalam kehidupan sehari-hari. Etanol juga digunakan sebagai pelarut kimia agar dapat mempermudah reaksi suatu senyawa. Setelah semua sampel selesai tahap selanjutnya yaitu melakukan uji katalis pada larutan remazol kuning. Oleh karena itu, penelitian ini dilakukan untuk melihat pengaruh MEA dalam pembentukan TiO<sub>2</sub> dari bahan awal Ti butoksida, dengan tambahan pelarut etanol.

Pada penelitian ini menggunakan variasi MEA sebesar 0; 0,5; 1; 1,5; dan 2 ml yang disintesis dengan menggunakan metode sol gel yang selanjutnya dikalsinasi pada suhu 500 °C selama 10 jam. Dari hasil penelitian ini diharapkan dapat diketahui penambahan MEA pada mikrostruktur dan struktur titanium dioksida serta dapat diketahui penambahan MEA pada degradasi warna remazol kuning.

## METODE PENELITIAN

Penelitian ini menggunakan bahan titanium butoksida (C<sub>16</sub>H<sub>36</sub>O<sub>4</sub>Ti) dari Sigma Aldrich, etanol (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH) merek Merck, ethanolamina (MEA) merek Merck, dan HCl 37%. Metode penelitian yang dilakukan pada penelitian ini terdiri atas beberapa tahap antara lain sintesis Ti butoksida, kalsinasi, uji karakterisasi sampel menggunakan XRD, TEM, dan uji katalis.

Pada jurnal ini telah dilakukan penelitian dengan 5 sampel pada variasi MEA yang berbeda. Variasi komposisi sampel yang digunakan dapat ditunjukkan pada **Tabel 1**.

**Tabel 1.** Variasi komposisi sampel

Sampel	Perbandingan mol Ti Butoksida: Etanol: HCl: MEA (ml)
A	0,5: 11: 1: 0,0
B	0,5: 11: 1: 0,5
C	0,5: 11: 1: 1,0
D	0,5: 11: 1: 1,5
E	0,5: 11: 1: 2,0

Pembuatan bubuk titanium dioksida dilakukan dengan mensintesis hasil pencampuran antara etanol, ethanolamina, titanium butoksida, dan HCl dengan komposisi tertentu. Proses sintesis ini dilakukan dengan membuat larutan, yaitu mencampurkan etanol dengan ethanolamine kemudian diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* dan tahapan selanjutnya yaitu dengan mencampurkan titanium butoksida setetes demi tetes, kemudian mencampurkan HCl dan diaduk kembali. Pengadukan dilakukan selama 24 jam. Setelah itu dilakukan tahap pengovenan selama 24 jam dengan suhu 200 °C. Setelah sampel berubah bentuk menjadi bubuk dilakukan tahap penggerusan sampel selama 30 menit setiap sampelnya.

Kalsinasi dilakukan untuk menghilangkan zat-zat yang tidak dibutuhkan dalam bubuk TiO<sub>2</sub>. Kalsinasi dilakukan selama 500 °C selama 10 jam. Setelah dilakukan kalsinasi tahapan selanjutnya yaitu penggerusan sampel pada mortar akik. Proses penggerusan dilakukan selama 45 menit setiap sampelnya.

**HASIL DAN PEMBAHASAN**

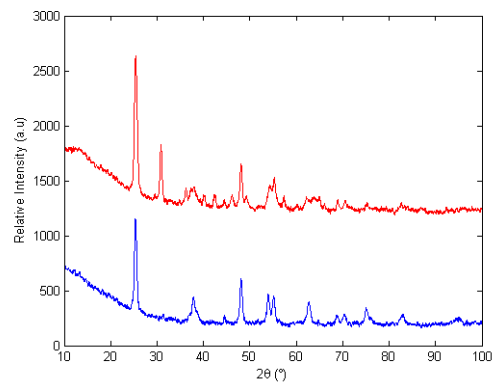
**Analisis X-Ray Diffraction (XRD)**

Karakterisasi XRD dilakukan untuk mengetahui fasa dan struktur kristal dari serbuk TiO<sub>2</sub>. XRD menggunakan sinar-X sebagai penghantar untuk menganalisis sampel. Sinar-X dengan panjang gelombang ( $\lambda$ ) diarahkan pada permukaan kristal dengan sudut  $\theta$ , kemudian sinar ini akan dihamburkan oleh bidang kristal. Adapun

data yang diperoleh berupa difraktogram hubungan antara intensitas dengan sudut ( $2\theta$ ). Pada difraktogram tersebut akan terdapat puncak-puncak tertentu yang dapat menentukan struktur dan fasa kristal. Puncak yang tajam dengan intensitas tinggi menunjukkan bahwa serbuk bersifat kristalin dan puncak yang tumpul menunjukkan bahwa serbuk bersifat amorf.

Panjang gelombang yang digunakan pada pengujian ini adalah  $K-\alpha_1$  sebesar 1,54060 Å. Sudut difraksi ( $2\theta$ ) yang digunakan mulai dari 10,0181° sampai 99,9781° dengan ukuran langkah sebesar 0,0260° dan *scan step time* selama 7,1400 detik. Alat ini dioperasikan dengan tegangan 40 kV dan kuat arus 30 mA. Adapun difraktogram sampel Adan C yang dibuat menggunakan Matlab R2014a ditunjukkan pada **Gambar 1**.

Sampel A merupakan sampel dengan variasi MEA sebesar 0 ml dan C merupakan sampel dengan variasi MEA sebesar 1 ml. Berdasarkan **Gambar 1**, dapat dilihat bahwa tidak dapat perbedaan puncak antar kedua sampel. Hanya saja pada sampel C terdapat 1 puncak tambahan yang disebabkan karena pengaruh dari penambahan ethanolamina yang diberikan sebesar 1 ml. Ada banyak faktor yang terkait dalam hal tinggi rendahnya puncak difaksi suatu bahan.



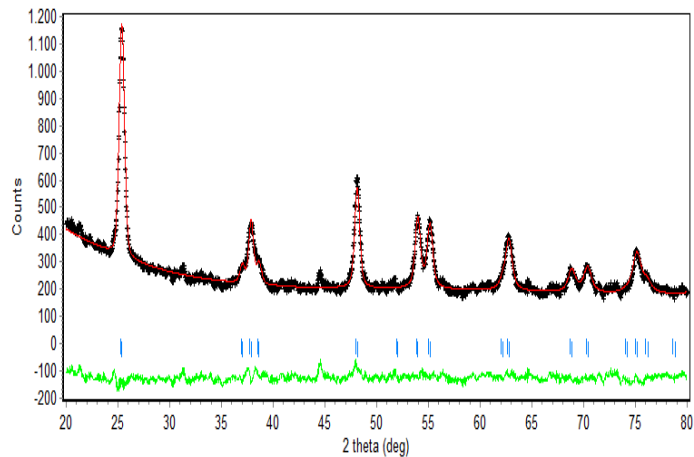
**Gambar 1.** Difraktogram hasil analisis XRD untuk sampel A dan C

Salah satunya adalah tingkat kekristalan bahan dan posisi atom dalam sel satuan. Bergesernya posisi atom dapat meningkatkan dan mengurangi intensitas XRD. Pada umumnya fasa yang terkandung dalam pembentukan TiO<sub>2</sub> adalah 3 fasa, yaitu anatase, rutile, dan brookite. Namun pada jurnal ini sampel A dengan variasi MEA sebesar 0 ml terdapat fasa anatase dan pada sampel C dengan variasi MEA sebesar 1 ml terdapat fasa anatase dan brookite.

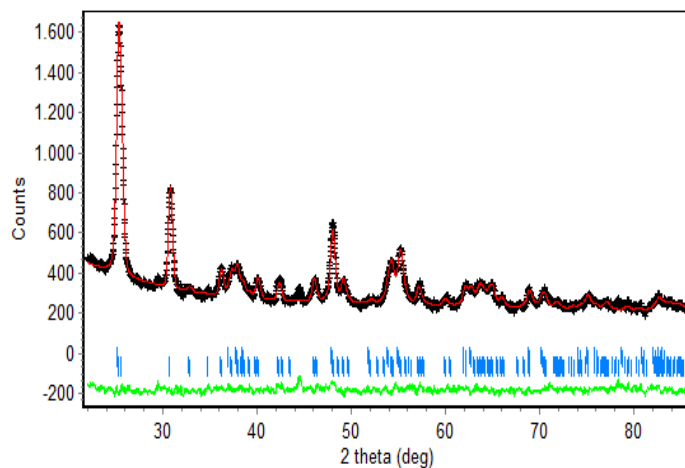
Adapun data kristal yang digunakan sebagai *input* pada proses penghalusan difraktogram XRD adalah metode Rietveld [13]. Metode Rietveld merupakan metode penghalusan (refinement) struktur kristal memanfaatkan langsung pola intensitas

yang diperoleh dari pengukuran difraksi bubuk bahan [14]. Data XRD tersebut dianalisis secara kuantitatif dengan meminimalkan selisih antara data pengamatan dan hasil perhitungan.

Data dari pola difraksi ini dicatat dalam bentuk numerik intensitas  $y_i$  yang bergantung dari sudut difraksi ( $2\theta$ ) pada ribuan langkah secara simultan [15]. Data-data tersebut meliputi berbagai parameter variable seperti parameter a, b, c, koordinat posisi atom x, y, z, *occupancy*, sudut  $2\theta$  dan konstanta kisi. Hasil penghalusan sampel A dapat ditunjukkan pada **Gambar 2** dan hasil sampel C ditunjukkan pada **Gambar 3**.



**Gambar 2.** Plot keluaran penghalusan sampel A



**Gambar 3.** Plot keluaran penghalusan sampel C.

**Gambar 2** menunjukkan bahwa penghalusan difraktogram XRD sampel A diperoleh bahwa sampel A memiliki fasa anatase dengan parameter sel ( $a = b = 3,7856 \text{ \AA}$  dan  $c = 9,4883 \text{ \AA}$ ), sudut sel ( $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ ), volume sel sebesar 136,40, jumlah formula per unit sel (Z) adalah 4 dan posisi atom [16]. Ti dan O ( $x=0, y=0$ ), (Ti)  $y = 0,25$  (O)  $y = 0,25$  dan untuk (Ti)  $z = 0,375$  dan (O)  $z = 0,1706$ .

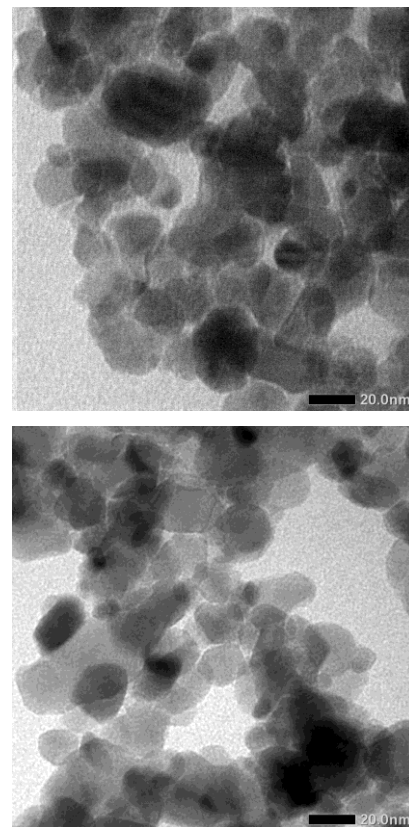
**Gambar 3** menunjukkan bahwa penghalusan difraktogram XRD sampel C sudah memadai. Hal tersebut dapat dilihat berdasarkan pola garis selisih antara data pengamatan dan hasil perhitungan yang relatif rata yang berarti bahwa selisih antara data pengamatan dengan hasil perhitungan relatif kecil. Berdasarkan proses penghalusan ini didapatkan bahwa sampel C memiliki fasa anatase dan brookite, dengan parameter sel ( $a = b = 3,7856 \text{ \AA}$  dan  $c = 9,4883 \text{ \AA}$ ), sudut sel ( $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ ), volume sel sebesar 136,40, jumlah formula per unit sel (Z) adalah 4 dan posisi atom [16]. Ti dan O ( $x=0, y=0$ ), (Ti)  $y = 0,25$  (O)  $y = 0,25$  dan untuk (Ti)  $z = 0,375$  dan (O)  $z = 0,1706$ . Kemudian untuk fasa brookite dengan parameter sel ( $a = 9,1677 \text{ \AA}$ ,  $b = 5,4420 \text{ \AA}$ , dan  $c = 5,1435 \text{ \AA}$ ), jumlah formula per unit sel (Z) adalah 8 dan posisi atom Ti dan O untuk (Ti)  $x = 0,1289$ , (O<sub>1</sub>)  $x = 0,098$ , (O<sub>2</sub>)  $x = 0,2312$  (Ti)  $y = 0,992$  (O<sub>1</sub>)  $y = 0,149$ , (O<sub>2</sub>)  $y = 0,1116$  dan (Ti)  $z = 0,8628$  (O<sub>1</sub>)  $z = 0,1838$  (O<sub>2</sub>)  $z = 0,5362$ .

Fase brookite terjadi disebabkan karena menurunnya nilai pH yang disintesis, kemudian suhu awal dan akhir untuk transformasi fasa anatase menurun sehingga dapat meningkatkan fraksi volume fase brookite. Dalam hal ini, ukuran partikel mempengaruhi terbentuknya fasa brookite. Fasa brookite paling stabil untuk ukuran partikel kristal sebesar 11-35 nm [17]. Dimana pada sampel C dengan penambahan MEA sebesar 1 ml mendapatkan ukuran kristal sebesar 19,8 nm.

### Analisis Transmission Electron Microscopy (TEM)

Analisis TEM dilakukan pada sampel A dengan variasi 0 ml dan 1 dengan variasi 1 ml. Karakterisasi ini dilakukan untuk melihat ukuran partikel pada sampel. Hasil analisis morfologi dan distribusi ukuran partikel ditunjukkan pada **Gambar 4**.

Hasil analisis TEM pada **Gambar 4** menunjukkan nanostruktur TiO<sub>2</sub> yang dihasilkan bahwa terdapat bagian tertentu yang terang dan gelap, selain itu juga terlihat bentuk butiran yang bulat, padat, dan saling bersentuhan. Setelah dilakukan pengukuran ukuran butiran dengan menggunakan perangkat lunak ImageJ dari beberapa partikel maka dihasilkan rata-rata ukuran partikel untuk sampel A sekitar  $(20,8 \pm 3,7)$  nm sedangkan untuk sampel C sekitar  $(19,8 \pm 8,0)$  nm. Berdasarkan pengukuran tersebut ukuran butiran partikel yang menggunakan MEA dan tanpa MEA relatif sama.



**Gambar 4.** Hasil TEM (a) A dan (b) C.

Semakin besar ukuran partikel maka jumlah pori yang dihasilkan semakin kecil, hal ini disebabkan karena pengaruh dari penambahan ethanolamina.

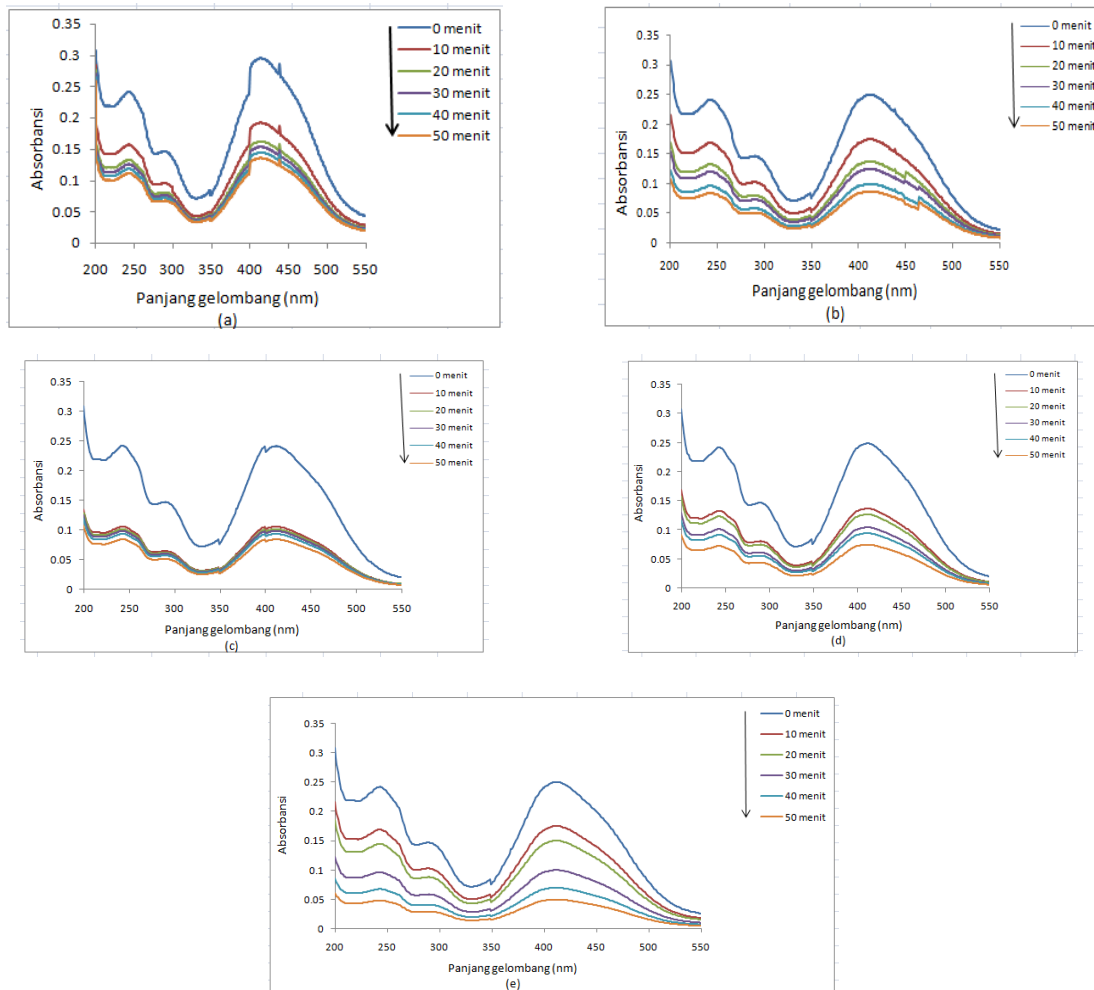
### Hasil Uji Fotokatalis

Uji fotokatalis dilakukan untuk mendegradasi zat warna remazol kuning keemasan. Uji fotokatalis dilakukan menggunakan lampu UV sebagai sumber cahaya atau foton. Setelah dilakukan proses uji katalis, kami melakukan karakterisasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Spektrofotometer adalah alat untuk mengukur transmittan atau absorbansi suatu

sampel sebagai fungsi panjang gelombang. Spektrometer menghasilkan sinar dari spektrum dengan panjang gelombang tertentu dan fotometer adalah alat pengukur intensitas cahaya yang ditransmisikan atau yang diabsorpsi. Hasil pengulangan spektrofotometer ditunjukkan pada **Gambar 5**.

Pada **Gambar 5** dapat dilihat bahwa sampel terbaik terjadi pada sampel E karena mengalami penurunan terhadap waktu penyinaran secara gradual (bertahap) dengan tinggi maksimum sebesar 0,5.

Nilai absorbansi pada masing-masing sampel ditunjukkan pada **Tabel 2**.



**Gambar 5.** Pengulangan Spektrofotometer (a) Sampel A ml; (b) Sampel B ml; (c) Sampel C ml; (d) Sampel D ml; (e) Sampel E ml.

**Tabel 2.** Nilai absorbansi setiap sampel

Waktu (menit)	Absorbansi				
	A	B	C	D	E
0	0,534	0,758	0,726	0,609	0,624
10	1,320	0,617	0,601	0,577	0,680
20	0,396	0,565	0,551	0,526	0,470
30	0,325	0,497	0,508	0,474	0,409
40	0,305	0,423	0,413	0,450	0,347
50	0,283	0,366	0,367	0,389	0,298

Berdasarkan **Tabel 2** dapat dilihat bahwa waktu penyinaran di bawah lampu UV berpengaruh terhadap nilai absorbansi masing-masing sampel. Semakin lama waktu penyinaran, maka nilai absorbansi akan mengalami penurunan. Rendahnya nilai absorbansi mengindikasikan bahwa konsentrasi larutan remazol kuning keemasan berkurang karena adanya aktivitas fotokatalis yang tinggi. Pengaruh variasi MEA yang diberikan juga mengakibatkan menyempitnya celah pita energi, sehingga aktivitas fotokatalis semakin meningkat. Selain itu juga dapat menyebabkan ukuran butiran partikel semakin kecil, maka luas permukaan TiO<sub>2</sub> semakin besar. Hal ini menyebabkan jumlah atom yang bersentuhan dengan larutan remazol kuning keemasan semakin banyak. Banyaknya atom-atom inilah yang meningkatkan aktivitas fotokatalis TiO<sub>2</sub>.

### KESIMPULAN

Fasa yang terbentuk pada sampel A setelah dikalsinasi pada suhu 500° C adalah fasa anatase, sedangkan fasa yang terbentuk pada sampel C setelah dikalsinasi pada suhu 500° C adalah fasa anatase dan brookite. Ukuran butiran partikel A berdasarkan hasil uji karakterisasi TEM dengan menggunakan *software* ImageJ adalah 20,8 nm, sedangkan ukuran butiran partikel C sebesar 19,8 nm. Remazol kuning digunakan untuk mempercepat jalannya reaksi. Aktivitas fotokatalis tercepat turun yaitu terjadi pada sampel C dengan tinggi maksimum sebesar 0,1 sedangkan aktivitas fotokatalis pada sampel E merupakan

sampel terbaik karena mengalami penurunan terhadap waktu penyinaran secara gradual dengan tinggi maksimum sebesar 0,05

### UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Kepala Laboratorium Botani Biologi FMIPA Universitas Lampung dan Kepala Laboratorium Fisika Material FMIPA Universitas Lampung.

### DAFTAR PUSTAKA

- [1] Clunan, A. 2014. *Nanotechnology in A Globalized World Strategic Assessments of An Emerging Technology*. Muntery: Naval Postgraduate School.
- [2] Rahman, R. 2008. Pengaruh Proses Pengeringan, Anil, dan Hidrotermal terhadap Kristalinitas Nanopartikel TiO<sub>2</sub> Hasil Proses Sol Gel. *Skripsi*. Fakultas Teknis Universitas Indonesia.
- [3] M Nurdin, M., Wibowo, W., Supriyono, Febrian, M.B., Surahman, H., Krisnandi, Y. K. and Gunlazuardi, J. 2009. Pengembangan Metode Baru Penentuan Chemical Oxygen Demand (COD) Berbasis Sel Fotoelektrokimia: 70 Karakterisasi Elektroda Kerja Lapis Tipis TiO<sub>2</sub>/ITO. *Makara Sains*. Vol 13. No 1. Pp 1-8.
- [4] Diebold, U. 2003. The Surface Science of Titanium Dioxide. *Surface Science Reports*. Vol 48. Pp 53-229.
- [5] Zhao, J. and Yang, X. 2003. Photocatalytic Oxidation for Indoor Air Purification. *A Literatur Review Building and Environmental*. Vol 38. Pp 645- 654.

- [6] Fujishima, A. and Zhang, X. 2006. Titanium Dioxide Photocatalysis: Present Situation and Future Approaches. *Chime*. Vol 6. Pp 750-760.
- [7] Brown, G. N., Birks, J. W. and Koval, C. A. 1992. Development and Characterization of a Titanium Dioxide-Based Semiconductor Photoelectrochemical Detector. *Analysis Chemistry*. Vol 64. No 4. Pp 427-434.
- [8] Fujishima, A., Tata N.R. and Donald A.T. 2000. Titanium Dioxide Photocatalysis. *Journal Photochemistry Review*. Vol 1. Pp 1-21.
- [9] Meisyeh, R., K., Agung, S., Nurul, K. W. and Subaer. 2014. Sintesis dan Karakterisasi Nanokatalis  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan Bahan Penyangga Mesopori SiO<sub>2</sub>. *Prosiding Pertemuan Ilmiah XXVIII HFI Jateng & DIY*. Pp 158-161.
- [10] Rockafellow, E. M., Stewart, L. K. and Jenks, W. S. 2009. Is Sulfur Doped TiO<sub>2</sub> an Effective Visible Light Photocatalyst for Remediation. *Applied Catalys B: Environmental*. Vol 91. Pp 554-562.
- [11] Binitha, N. N., Yaakob, Z. and Resmi, R. 2010. Influence of Synthesis Methods on Zirconium Doped Titania Photocatalysts. *Central European Journal of Chemistry*. Vol 8. No 1. Pp 182-187.
- [12] Novita, D. 2009. *Studi Preparasi dari Karakterisasi N-Doped TiO<sub>2</sub> dengan Metode Sol-gel Menggunakan Prekursor Titanium Iso Propoksida (TTIP) dan Diethanolamine (DEA)*. Depok: Universitas Indonesia.
- [13] Djerdj, I. dan Tonejc, A. 2006. Structural Investigations of Nanocrystalline TiO<sub>2</sub> Samples. *Journal of Alloys and Compounds*. Vol 413. No 1-2. Pp 159-174.
- [14] Hill, R. J., and C. J. Howard. 1986. *A Computer Program for Rietveld Analysis of Fixed Wavelength X-ray and Neutron Powder Diffraction Patterns*. Australian Atomic Energy Commission. Research Establishment, New South Wales. Australia.
- [15] Sudiana, I, Y., Hikam, M., Loeksmanto, W., and Barmawi, M. 2000. Analisis Struktur Kristal Dan Full Width Half Maximum (Fwhm) Dengan Metode Rietveld (Studi Kasus : Kalsit (CaCO<sub>3</sub>)). *Jurnal Kontribusi Fisika Indonesia. ITB Bandung*. Vol 11. No 2. Pp 41-48.
- [16] Meagher, E.P and Lager, G.A. 1979. Polyhedral Thermal Expansion in The TiO<sub>2</sub> Polymorphs: Refinement of The Crystal Structures of Rutile And Brookite At High Temperature. *The Canadian Mineralogist*. Vol 17. Pp 77-85.
- [17] Yi hu., Tsai. H. L., Huang. C.L. 2002. Effect of brookite phase on the anatase-rutile transition in titania nanoparticles. *Journal of the European Ceramic Society*. Pp 691-696.