

MAKALAH PENDAMPING : PARALEL B



SEMINAR NASIONAL KIMIA DAN PENDIDIKAN KIMIA IV
"Peran Riset dan Pembelajaran Kimia dalam Peningkatan Kompetensi
Profesional"
Program Studi Pendidikan Kimia Jurusan PMIPA FKIP UNS
Surakarta, 31 Maret 2012



PENENTUAN MIKROSTRUKTUR TITANIUM DIOKSIDA DARI DATA DIFRAKSI SINAR-X POLIKRISTALINDENGAN METODE INTENSITAS TERINTEGRASI

Hari Sutrisno

*Jurdik Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Yogyakarta
(UNY), Kampus Karangmalang, Yogyakarta 55281, Indonesia*

* korespondensi, tel/fax : 0274-586168 psw. 115, email: sutrisnohari@uny.ac.id

ABSTRAK

Tujuan penelitian ini adalah menentukan mikrostruktur TiO_2 dari data difraksi sinar-X polikristalin melalui Metode Intensitas Terintegrasi. Analisis pola difraksi sinar-X serbuk untuk menentukan struktur kristalnya dilakukan melalui 5 tahap yaitu (1). pengukuran pola difraksi sinar-X serbuk, (2). penentuan sistem kristal, parameter kisi, dan kelompok ruang dengan program Dcvol dan Chekcell, (3). penentuan intensitas terintegrasi untuk menghasilkan bidang-bidang *hkl* (indeks Miller) dan *I* (intensitas) melalui dekomposisi pola difraksi sinar-X secara keseluruhan melalui analisis Rietveld dengan program Fullprof, (4). penentuan fasa atau model struktur melalui metode Patterson dan metode langsung (*direct method*) dengan program Shelxs, dan (5). penghalusan struktur melalui metode *least squares* sebagaimana pada analisis kristal tunggal dengan program Shelxl. Struktur anatase dan rutil yang terkandung dalam polikristalin TiO_2 telah berhasil ditentukan dari data difraksi sinar-X serbuk dengan pendekatan Metode Intensitas Terintegrasi. Fasa anatase memiliki sistem kristal tetragonal, kelompok ruang $I4_1/amd$ (No. 141) dan parameter kisi: $a = 9,547 \text{ \AA}$, $c = 3,8040 \text{ \AA}$, $V = 140,0 \text{ \AA}^3$ and $Z = 4$. Fasa rutil memiliki sistem kristal tetragonal, kelompok ruang $P4_2/mnm$ (No. 136) dan parameter kisi: $a = 2,9901 \text{ \AA}$, $c = 4,6313 \text{ \AA}$, $V = 64,33 \text{ \AA}^3$ dan $Z = 4$.

Kata Kunci: Mikrostruktur, Anatase, Rutil, Metode Intensitas Terintegrasi

PENDAHULUAN

Titanium dioksida (TiO_2) memiliki aplikasi yang luas berdasarkan atas sifat fisika dan kimianya, antara lain: pikmen putih pada cat, kosmetika, fotoelektrokimia dan fotokatalis [1]. TiO_2 sebagai semikonduktor tipe-n dengan energi gap (E_g) = 3-3,2 eV, banyak diaplikasikan untuk sel fotovoltaik (sel Grätzel) [2-6], super hidrofilik dan aktif amfifilik permukaan [7-10] dan anti bakteri [11-13]. Efektifitas dan aktivitas TiO_2 dalam aplikasinya tergantung dari fasa kristal, morfologi, ukuran kristal, luas permukaan dan kristalinitas.

TiO_2 dapat ditemukan dalam sebelas fasa atau alotrop: (i). anatase (tetragonal, $I4_1/amd$) [14-15], (ii). rutil (tetragonal, $P4_2/mnm$) [16-17], (iii). brookit (ortorombik, $Pbca$,) [18], (iv). $\text{TiO}_2(\text{B})$ tipe Bronze

(monoklinik, $C2/m$) [19], (v). holandit $\text{TiO}_2(\text{H})$ (tetragonal, $I4/m$) [20], (vi). ramsdelit (ortorombik, $Pbnm$) [21], (vii). TiO_2 tipe kolumbit $\alpha\text{-PbO}_2$ ($\text{TiO}_2\text{-II}$) (ortorombik, $Pbnm$) [22], (viii). TiO_2 tipe badeleyit ($\text{TiO}_2\text{-MI}$) (monoklinik, $P2_1/c$) [23], (ix). TiO_2 tipe Ol (ortorombik, $Pbca$) [24], (x). TiO_2 tipe cotunit Oll (ortorombik, $Pnma$) [25], dan (xi). TiO_2 tipe fluorit CaF_2 (kubik, $Fm3m$) [26-27].

Pengetahuan struktur kristal merupakan hal yang penting untuk mengerti, memahami dan meramalkan sifat-sifat kimia dan fisika zat padat. Struktur kristal umumnya ditentukan dari data difraksi sinar-X atau difraksi neutron baik polikristalin maupun kristal tunggal. Banyak zat padat secara teknologi dan sains sangat menarik, namun tidak dapat dikristalkan sebagai kristal tunggal dari segi ukuran dan kualitas, tetapi

hanya dalam bentuk serbuk atau polikristalin. Permasalahan lain yang mungkin muncul yaitu serbuk tidak hanya satu fasa, bahkan terdiri dari dua fasa atau lebih. Pada kasus tersebut, informasi struktur dapat ditentukan dari data difraksi sinar-X atau difraksi neutron serbuk dengan menggunakan teknik dan metode analisis struktur secara khusus. Penentuan struktur kristal dari data difraksi sinar-X atau difraksi neutron secara *ab initio* dapat dilakukan dengan dua metode yaitu metode Rietveld dan Metode Intensitas Terintegrasi [28]. Berdasarkan hal-hal di atas, artikel ini bertujuan untuk menentukan struktur kristal dari polikristalin TiO₂ yang mengandung dua fasa dari data difraksi sinar-X serbuk dengan pendekatan Metode Intensitas Terintegrasi.

PROSEDUR PERCOBAAN

Preparasi Polikristalin Dua Fasa TiO₂

Nanopita-TiO₂ diperoleh dari reaksi larutan NaOH 10M dan kristal Ti(O₂)O.2H₂O dengan metode hidrotermal pada temperatur 150°C selama 72 jam. Sebanyak 1,5 g Ti(O₂)O.2H₂O dicampur dengan 30 ml larutan NaOH 10 M dalam wadah teflon dengan ukuran volume 50 ml. Wadah teflon dimasukkan dalam bomb hidrotermal dan dipanaskan dalam keadaan statik pada temperatur 150°C selama 72 jam. Selanjutnya, campuran larutan tersebut dipisahkan antara padatan dan filtratnya melalui penyaringan dan pencucian dengan akuades. Padatan yang dihasilkan dikeringkan pada temperatur 100°C selama 2 jam. Semua padatan yang dihasilkan dimasukkan kedalam 100 ml larutan 0,1 M HCl dan diaduk pada suhu kamar selama 5 jam, kemudian disaring. Padatan nanopita-TiO₂ yang diperoleh dicuci dengan akuades hingga menghasilkan filtrat dengan pH~ 6-7, kemudian dipanaskan pada temperatur 70°C selama 20 jam. Polikristalin TiO₂ dihasilkan dari pemanasan nanopita-TiO₂ pada temperatur 900°C selama 2 jam. Proses pemanasan nanopita-TiO₂ dimulai dari temperatur kamar hingga temperatur 900°C dilakukan selama 4 jam, selanjutnya dibiarkan selama 2 jam dan akhirnya penurunan dari temperatur 900°C ke temperatur kamar selama 4 jam.

Penentuan Struktur

Pola difraksi sinar-X polikristalin TiO₂ diperoleh dari difraktometer sinar-X serbuk merk Bruker D8-Vantex Advance yang

dioperasikan dalam konfigurasi Bragg-Bretanno dengan radiasi CuK α ($\lambda = 1,5406$ Å). Pengukuran dilakukan pada daerah 2 θ : 5-85° dengan interval 0,03°, kecepatan pengukuran 0,36° per menit dan waktu penyinaran per interval 5 detik. Beda potensial dan arus listrik yang digunakan pada difraktometer sinar-X sebesar 40 kV dan 30 mA.

Analisis pola difraksi sinar-X serbuk untuk menentukan struktur kristalnya dilakukan melalui tahap berikut :

- (1). Pengukuran pola difraksi sinar-X serbuk.
- (2). Penentuan sistem kristal, parameter kisi, dan kelompok ruang .
- (3). Penentuan intensitas terintegrasi melalui dekomposisi pola difraksi sinar-X secara keseluruhan melalui analisis Rietveld.
- (4). Penentuan fasa atau model struktur melalui metode Patterson dan metode langsung (*direct method*).
- (5). Penghalusan struktur melalui metode *least squares* sebagaimana pada analisis kristal tunggal.

Fasa-fasa TiO₂ diketahui melalui analisis kualitatif pada pola difraksi sinar-X yaitu anatase dan rutil. Selanjutnya dilakukan pemilihan pola difraksi sinar-X berdasarkan fasa anatase dan rutil. Pola difraksi yang terpilih tersebut digunakan dalam penentuan sistem kristal, parameter kisi dan kelompok ruang dengan bantuan program *Dicvol* yang terintegrasi dalam program *Winplotr* [29] dan program *CheKcell* [30].

Dekomposisi pola difraksi sinar-X secara keseluruhan dilakukan berdasarkan atas sistem kristal, parameter kisi dan kelompok ruang di atas berdasarkan analisis Rietveld dengan bantuan program *Fullprof* yang terintegrasi dalam program *Winplotr*. Hasil dekomposisi pola difraksisinar-X yaitu berupa bidang-bidang (*hkl*) dan Intensitas (*I*). Selanjutnya, model struktur diperoleh dengan metode Patterson dan Langsung bersarkan atas (*hkl*) dan *I* tersebut.

Penghalusan struktur atas dasar model di atas yaitu penentuan koordinat atom dan parameter pergeseran anisotropik menggunakan metode *least squares* sebagaimana pada analisis kristal tunggal dengan bantuan program *ShelXL* yang terintegrasi dalam program *Oscail-X* [31]. Struktur atom digambarkan dalam tiga dimensi dengan program *Diamond* [32].

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penentuan Sistem Kristal, Kelompok Ruang dan Parameter Kisi

Analisis pola difraksi sinar-X serbuk secara kualitatif menunjukkan sampel polikristalin mengandung dua fasa TiO_2 yaitu anatase dan rutil. Selanjutnya puncak-puncak spektra diidentifikasi dan dikelompokkan antara puncak-puncak yang merupakan pola difraksi sinar-X dari anatase atau rutil.

Berdasarkan puncak spektra masing-masing fasa (anatase dan rutil) tersebut ditentukan pendekatan sistem kristal dan parameter kisi dengan program Dcvol, sedangkan kelompok ruang ditentukan dengan program Chekcell. Hasil analisis dengan program Dcvol menunjukkan anatase memiliki tiga kemungkinan sistem kristal dan parameter kisi: (1). sistem kristal tetragonal, parameter kisi: $a = 3,8040 \text{ \AA}$ dan $c = 9,5471 \text{ \AA}$, (2). sistem kristal monoklinik, parameter kisi: $a = 5,4508 \text{ \AA}$, $b = 4,6915 \text{ \AA}$, $c = 5,3803 \text{ \AA}$ dan $\beta = 90,837^\circ$ dan (3). sistem kristal monoklinik, parameter kisi: $a = 5,5042 \text{ \AA}$, $b = 5,3818 \text{ \AA}$, $c = 5,3821 \text{ \AA}$ dan $\beta = 119,202^\circ$. Hasil analisis dengan program Dcvol lebih lanjut menunjukkan tiga kemungkinan sistem dan parameter kisi pada fasa rutil yaitu (1). sistem kristal tetragonal dengan parameter kisi: $a = 2,9901 \text{ \AA}$, dan $c = 4,6313 \text{ \AA}$, (2). sistem kristal tetragonal dengan parameter kisi: $a = 2,7713 \text{ \AA}$, dan $c = 10,3340 \text{ \AA}$, dan (3). sistem kristal ortorombik dengan parameter kisi: $a = 5,1672 \text{ \AA}$, $b = 7,3154 \text{ \AA}$, dan $c = 10,2974 \text{ \AA}$.

Berdasarkan ke tiga kemungkinan tersebut pada masing-masing kedua fasa: anatase dan rutil, diterapkan dalam penentuan analisis sistem kristal, parameter kisi dan kelompok ruang dengan bantuan program Chekcell. Hasil analisis menunjukkan kedua fasa TiO_2 memiliki beberapa kemungkinan kelompok ruang, namun ada satu solusi terbaik yang memiliki kemungkinan jawaban yaitu fasa anatase memiliki kelompok ruang $I4_1/amd$ (No. 141), sedangkan fasa rutil memiliki kelompok ruang $P4_2/mnm$ (No. 136). Dengan demikian, anatase memiliki sistem kristal tetragonal, kelompok ruang $I4_1/amd$ (No. 141) dan parameter kisi: $a = 9,547 \text{ \AA}$ dan $c = 3,8040 \text{ \AA}$ sedangkan rutil memiliki sistem kristal tetragonal, kelompok ruang $P4_2/mnm$ (No. 136) dan parameter kisi: $a = 2,9901 \text{ \AA}$ dan $c = 4,6313 \text{ \AA}$.

Penentuan Intensitas Terintegrasi

Tahap ini bertujuan untuk mengidentifikasi bidang-bidang kristal (**hkl**) dan intensitas (**I**). Intensitas terintegrasi diperoleh melalui dekomposisi keseluruhan pola difraksi sinar-X dengan analisis Rietveld berdasarkan atas pendekatan sistem kristal, kelompok ruang dan parameter kisi yang telah didapat pada analisis sebelumnya. Analisis dilakukan secara serentak untuk dua fasa dengan program Fullprof.

Tabel 1 menunjukkan informasi data kristal dan analisis Rietveld hasil dari program Fullprof. Sistem kristal, parameter kisi dan kelompok ruang dari fasa anatase diperoleh dari penelitian ini sesuai dengan anatase yang telah dilaporkan oleh Cromer et al. [14] dan Weirich et al. [15], sedangkan fasa rutil sesuai dengan laporan dari Abrahams et al. [16] dan Swope et al. [17]. Hasil analisis menunjukkan hasil yang sangat terpercaya ditandai nilai figure of merit yang baik.

Gambar 1 merupakan gambar Fullprof Pattern Matching polikristalin dua fasa TiO_2 . Hasil analisis Fullprof pola difraksi sinar-X serbuk pada polikristalin TiO_2 menunjukkan perubahan parameter kisi pada kedua fasa dibandingkan dari analisis dengan program Dcvol.

Tabel 2 merupakan bidang-bidang (**hkl**) dan intensitas (**I**) (d disesuaikan dengan format *She/XS*) yang telah dihasilkan dari analisis Fullprof. Data (**hkl**) dan **I** tersebut diperlukan untuk penentuan model struktural dengan metode Patterson dan metode langsung.

Penentuan Model dan Penghalusan Struktur

Model struktur ditentukan dengan metode Patterson dan metode langsung menggunakan data bidang (**hkl**) dan **I** dengan bantuan program *She/XS* sebagaimana analisis dalam kristal tunggal. Model struktur dilakukan secara sendiri-sendiri untuk masing-masing fasa. Berdasarkan model struktur tersebut dilakukan penghalusan struktur dengan metode least squares sebagaimana pada analisis kristal tunggal dengan program *She/XL*.

Penghalusan struktur anatase dilakukan mula-mula menemukan posisi atom yang terberat dalam kristal ini yaitu titanium (Ti), selanjutnya diterapkan pergeseran anisotropik untuk mendapatkan atom oksigen (O). Pergeseran anisotropik menunjukkan nilai yang hampir sama pada atom Ti, sedangkan untuk atom O nilai pergeseran anisotropiknya sangat berbeda. Hal ini menunjukkan bahwa densitas elektron atom Ti hampir sama dalam tiga arah sumbu,

sedangkan atom O memiliki densitas elektron yang berbeda dalam sumbu tiga dimensi. Data lengkap kristalografi hasil penghalusan struktur anatas ditampilkan pada Tabel 3.

Berdasarkan data posisi atom Ti dan O dalam struktur anatas tersebut digambarkan dalam tiga dimensi dengan program Diamond. Nampak jelas bahwa struktur anatas tersusun secara teratur dalam tiga dimensi melalui ikatan samping antar oktahedral TiO_6 (Gambar 2). Struktur yang lebih detail menunjukkan bahwa oktahedral terhubung melalui sisi searah sumbu **a** membentuk rantai zig-zag. Rantai zig-zag tersebut terhubung satu sama lain melalui sisi samping pada arah sumbu **b**, menghasilkan lapisan bidang **ab**, dan selanjutnya lapisan saling berhubungan searah sumbu **c** melalui sisi untuk membentuk jaringan tiga dimensi.

Oktahedral TiO_6 tersusun dari 2 jenis ikatan Ti-O yaitu ikatan Ti-O pada aksial sebanyak 2 buah dengan panjang ikatan masing-masing sebesar 2,0205 Å dan pada ekuatorial sebanyak 4 buah masing-masing sebesar 1,9452 Å. Oktahedral TiO_6 penyusun struktur anatas tersebut memiliki arah simetri yang sama sepanjang sumbu **c**, tetapi bidang ekuatorialnya membentuk sudut (tidak datar), sehingga simetri yang tepat untuk struktur ini termasuk dalam grup titik D_{2d} .

Penghalusan struktur rutil dilakukan juga sebagaimana anatas, mula-mula menemukan posisi atom yang terberat dalam kristal ini yaitu titanium (Ti), selanjutnya diterapkan pergeseran anisotropik untuk mendapatkan atom oksigen (O). Data lengkap kristalografi hasil penghalusan struktur anatas ditampilkan pada Tabel 4.

Struktur rutil tersusun dari oktahedral TiO_6 yang terhubung secara 3 dimensi melalui ujung. Oktahedral TiO_6 tersusun dari dua jenis ikatan Ti-O yaitu 4 buah terdapat pada ekuatorial dengan panjang ikatan Ti-O sebesar 1,9918 Å dan 2 buah pada aksial dengan panjang ikatan Ti-O sebesar 1,9637 Å. Ikatan Ti-O pada ekuatorial membentuk segi empat sama sisi datar, sedangkan oktahedral TiO_6 dalam satuan unit sel memiliki orientasi yang tidak sama sehingga akan membentuk simetri molekul D_{2h} .

KESIMPULAN

Struktur anatas dan rutil yang terkandung dalam polikristalin dua fasa TiO_2 telah berhasil ditentukan dari data difraksi sinar-X serbuk dengan pendekatan

Metode Intensitas Terintegrasi. Fasa anatas memiliki sistem kristal tetragonal, kelompok ruang $I4_1/amd$ (No. 141) dan parameter kisi: $a = 9,547 \text{ \AA}$ dan $c = 3,8040 \text{ \AA}$ sedangkan fasa rutil memiliki sistem kristal tetragonal, kelompok ruang $P4_2/mnm$ (No. 136) dan parameter kisi: $a = 2,9901 \text{ \AA}$ dan $c = 4,6313 \text{ \AA}$.

UCAPAN TERIMA KASIH

Pengarang mengucapkan terima kasih yang sebanyak-banyaknya kepada Dr. Luc Brohan dari grupCESES, Laboratoire IMN-Jean Rouxel, Université de Nantes, France, atas bantuan diskusi dan penggunaan fasilitas untuk kelancaran penelitian ini.

DAFTAR RUJUKAN

- [1]. O. Carp, C.L. Huisman, A. Reller, Progress in Solid State Chem. 32 (2004) 33.
- [2]. M. Grätzel, J. Inorg. Chem. 44 (2005) 6841.
- [3]. M. Grätzel, J. Photochem. Photobio. A: Chem. 164 (2004) 3.
- [4]. M. Adachi, Y. Murata, I. Okada, S. Yoshikawa, J. Electrochem. Soc. 150 (2003) G488.
- [5]. M. Grätzel, J. Photochem. Photobiol. C : Photochem. Rev. 4 (2003) 145.
- [6]. U. Bach, D. Lupo, P. Compte, J.E. Moser, F. Weissörtel, J. Salbeck, H. Spreitzer, M. Grätzel, Nature. 395 (1998) 583.
- [7]. A.A. Ashkarran, M.R. Mohammadzadeh, Mat. Res. Bull. 43 (2008) 522.
- [8]. Y. Masuda, K. Kato, Chem. Mater. 20 (2008) 1057-1063.
- [9]. D.C. Hennessy, M. Pierce, K.C. Chang, S. Takakusagi, H. You, K. Uosaki, Electrochimica Acta .53 (2008) 6173-6177.
- [10]. R.Wang, K. Hashimoto, A. Fujishima, M. Chikuni, E. Kojima, A. Kitamura, M. Shimohigoshi, T. Watanabe, Nature. 388 (1997) 431.
- [11]. M.S.A.S. Shah, M. Nag, T. Kalagara, S. Singh, S.V. Manorama, Chem. Mater. 20 (2008) 2455.
- [12]. Z. Huang, P.C. Maness, D.M. Blake, E.J. Wolfrum, S. Smolinski, W.A. Jacoby, J. Photochem. Photobio. A: Chem. 130 (2000) 163.
- [13]. P.C. Maness, S. Smolinski, D.M. Blake, Z. Huang, E.J. Wolfrum, W.A. Jacoby, Appl. Environ. Microbio. 65(9) (1999) 4094.

- [14]. D.T. Cromer, K. Herrington, J. Am. Chem. Soc. 37 (1955) 4708.
- [15]. T.E. Weirich, M. Winterer, S. Seifried, H. Hahn & H. Fuess, Ultramicroscopy, 81(3-4) (2000) 263.
- [16]. S.C. Abrahams, J.L. Bernstein, J. Chem. Soc. Phys. A, 55 (1971) 3206.
- [17]. R.J. Swope, J.R. Smyth, A.C. Larson, Am. Mineralog. 80 (1995). 312.
- [18]. W.H. Baur, Acta Crystallogr. C14 (1961) 214.
- [19]. R. Marchand, L. Brohan, M. Tournoux, Mat. Res. Bull. 15 (1980) 1129.
- [20]. M. Lacroche, L. Brohan, R. Marchand, M. Tournoux, J. Solid State Chem. 31 (1989) 78.
- [21]. J. Akimoto, Y. Gotoh, Y. Osawa, N. Nonose, T. Kumagai, K. Aok, H. Takei, J. Solid State Chem. 113(1994) 27-36.
- [22]. P.Y. Simons, F. Dachille, Acta Crystallogr. 23 (1967) 334.
- [23]. I.E. Grey, C. Li, I.C. Madsen, G. Braunshausen, Mat. Res. Bull. 23(5)(1988)743.
- [24]. M.Y. Kuo, C.L. Chen, C.Y. Hua, H.C. Yang, P. Shen, J. Phys. Chem. B. 109 (2005) 8693.
- [25]. H. Sato, S. Endo, M. Sugiyama, T. Kikegawa, O. Shimomura, K. Kusaba, Science. 251(4995) (1991) 786.
- [26]. N.A. Dubrovinskaia, L.S. Dubrovinsky, R. Ahuja, V.B. Prokopenko, V. Dmitriev, H.P. Weber, J.M. Osorio-Guillen, B. Johansson, Physic Review Letter. 87(27) (2001) 275501.
- [27]. M. Mattesini, J.S. De Almeida, L. Dubrovinsky, N. Dubrovinskaia, B. Johansson, R. Ahuja, Phys. Rev. B, 70 (2004) 212101-(1).
- [28]. G. Will, Powder Diffraction: The Rietveld Method and the Two-Stage Method, Springer, Berlin, 2006.
- [29]. T. Roisnel, J. Ridriguez-Carvajal, WinPLOTR a Graphic Tool for Powder Diffraction, CNRS-Lab. de Chimie du Solide et Inorganique Moléculaire Université de Rennes, Rennes, 2001.
- [30]. J. Laugier, B. Bochu, CHEKCELL. Laboratoire des Matériaux et du Génie Physique Ecole Nationale Supérieure de Physique de Grenoble (INPG), Saint Martin d'Hères, 2004.
- [31]. P. McArdle, K. Gilligan, D. Cunningham, R. Dark, Mahon, Oscaleil-X version 2.1.6. Crystallography Center, School of Chemistry, NUI Galway, 2008.
- [32]. K. Bradenburg, Diamond version 3.1. Crystal Impact GbR. Bonn, 2008.

LAMPIRAN

Tabel 1. Koleksi data dan analisis Rietveld

Koleksi Data		
Tipe radiasi	Sinar-X, Cu K α	
Seting generator	40 kV dan 30 Ma	
Temperatur	Temperatur kamar	
Daerah 2 θ	5 - 85°	
Interval	0,0341	
Data Kristal		
	Fasa Anatas	Fasa Rutil
Sistem kristal	Tetragonal	Tetragonal
Parameter kisi	a = 3,8125 Å c = 9,6319 Å	a = 4,6360 Å c = 2,9931 Å
Kelompok ruang	<i>I</i> 4 ₁ / <i>amd</i> (No. 141)	<i>P</i> 4 ₂ / <i>mnm</i> (No. 136)
Analisis Rietveld		
Jumlah refleksi	40	36
Jumlah parameter profil	35	35
Rp = 11,2; Rwp = 12,0; Rexp = 6,61; Chi ² = 3,32		

Tabel 2. Bidang-bidang (hkl) dan intensitas difraksi sinar-X polikristalin TiO₂ dua fasa

Fasa Anatas			Fasa Rutil		
(hkl)	Intensitas (Format Shelxs)		(hkl)	Intensitas (Format Shelxs)	
1 0 1	643,10	0,00	1 1 0	387,38	0,00
1 0 3	239,44	0,00	1 0 1	290,64	0,00
0 0 4	961,60	0,00	2 0 0	163,72	0,00
1 1 2	273,68	0,00	1 1 1	251,22	0,00
2 0 0	1031,84	0,00	2 1 0	192,21	0,00
2 0 2	16,50	8,19	2 1 1	439,98	0,00
1 0 5	625,91	0,00	2 2 0	504,69	0,00
2 1 1	450,06	0,00	0 0 2	854,47	0,00
2 1 3	212,48	0,00	3 1 0	292,04	0,00
2 0 4	499,57	0,00	2 2 1	72,83	0,37
1 1 6	446,16	0,00	3 0 1	465,29	0,00
2 2 0	641,78	0,00	1 1 2	357,47	0,00
1 0 7	245,70	0,00	3 1 1	79,80	0,04
2 1 5	418,16	0,00	3 2 0	195,79	0,00
3 0 1	357,04	0,00	2 0 2	47,19	0,01
2 0 6	0,00	9,24	2 1 2	105,22	0,02
0 0 8	283,42	0,05	3 2 1	10,25	0,01
3 0 3	324,65	0,00	4 0 0	304,95	27,80
2 2 4	402,46	0,00			
3 1 2	174,73	3,25			

Tabel 3. Data kristalografi fasa anatase

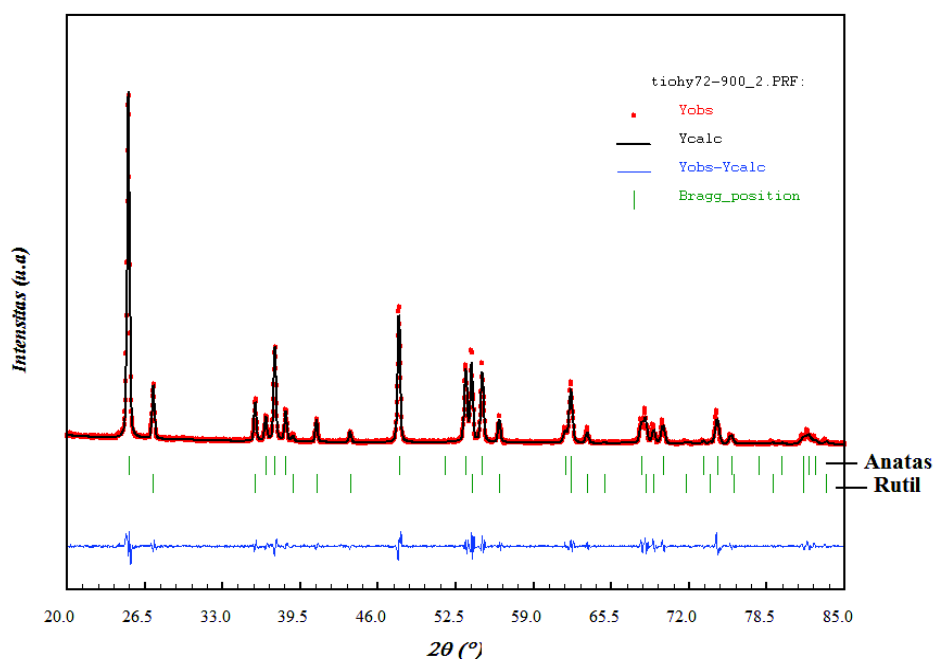
Data Kristal Anatase							
Rms. molekul	Ti ₄ O ₈						
Berat Molekul	319,515 g/mol						
Sistem Kristal	Tetragonal						
Kel. Ruang	I 4 ₁ /a m d (141)						
Parameter kisi	a=3,8125(20) Å, c=9,6319(20) Å						
Rasio kisi	a/b=1,000, b/c=0,3958, c/a=2,5264						
Volume kisi	140,00(11) Å ³						
Z	4						
BJ hitung	3,78951 g/cm ³						
Kode Pearson	tI20						
Tipe Rumus	NO ₂						
Sekuen Wyck.	Hb						
Parameter Atom							
Atom	Ox.	Wyck.	Situs	x/a	y/b	z/c	U _{eq} (Å ²)
Ti	+4	4b	-4m2	0	0	1/2	0,0606
O	-2	8 ^e	2mm	0	-1/2	0,5402	0,0745
Parameter pergeseran Aniotropik (Å ²)							
Atom	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₁₂	U ₁₃	U ₂₃	
Ti	0,0604	0,0603	0,0599	0,000	0,000	0,000	
O	0,0542	0,1009	0,0691	0,000	0,000	0,000	

Tabel 4. Data kristalografi fasa rutil

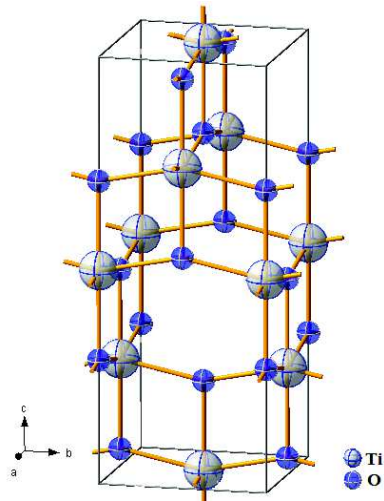
Data Kristal Rutil	
Rumus molekul	Ti ₄ O ₈
Berat Molekul	319,515 g/mol
Sistem Kristal	Tetragonal
Kelompok Ruang	$P 4_2/m n m$ (136)
Parameter kisi	$a=4,6360(2) \text{ \AA}$ $c=2,9931(20) \text{ \AA}$
Rasio kisi	$a/b=1,0000$ $b/c=1,5489$ $c/a=0,6456$
Volume kisi	$64,33(6) \text{ \AA}^3$
Z	4
Berat jenis hitung	$8,2472 \text{ g/cm}^3$
Kode Pearson	tP6
Tipe Rumus	NO ₂
Sekuen Wyckoff	Fa

Parameter Atom							
Atom	Ox.	Wyck.	Situs	x/a	y/b	z/c	U(\AA^2)
Ti	+4	2a	m.mm	0	0	0	0,02685
O	-2	4g	m.2m	0	0,29952	0,29952	0,00935

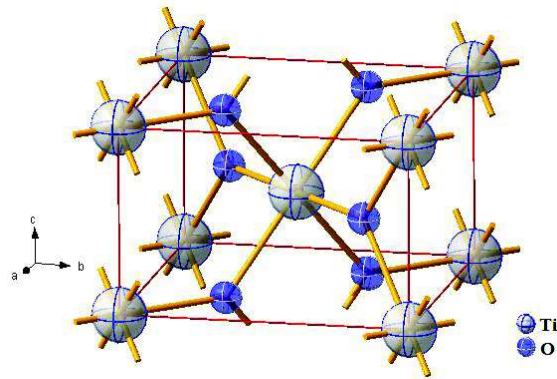
Parameter pergeseran Aniotropik (\AA^2)						
Atom	U ₁₁	U ₂₂	U ₃₃	U ₁₂	U ₁₃	U ₂₃
Ti	0,0305	0,0305	0,0196	0,0263	0,000	0,000
O	0,0065	0,0065	0,0151	0,0764	0,000	0,000



Gambar 1. Fullprof Pattern Matching pola difraksi sinarX dari polikristalin dua fasa TiO₂: anatase dan rutil



Gambar 2. Struktur satuan kisi dalam struktur anatase



Gambar 3. Struktur satuan kisi dalam struktur rutil