

Pengembangan Teknik Analisis Pola Difraksi Multifasa dengan Metode *Rietveld Refinement*: Studi Kasus Lapis Tipis PZT

Rizky Arief Shobirin^{1)*}, Masruroh²⁾, Rachmat Triandi Tjahjanto¹⁾

¹⁾ Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya

²⁾ Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya

Diterima 21 Maret 2016, direvisi 01 April 2017

ABSTRAK

Dalam penelitian ini telah dikembangkan teknik analisis pola difraksi multifasa dengan metode *rietveld refinement* dengan studi kasus penerapan teknik tersebut pada lapis tipis PZT ($\text{PbZr}_x\text{Ti}_{(1-x)}\text{O}_3$) yang telah disintesis dengan variasi waktu pemanasan anil 1, 2, dan 3 jam. Teknik interpretasi tersebut dimulai dengan penentuan *background*, kemudian dilakukan *refinement* parameter penentu perubahan pola, bentuk puncak, dan intensitas difraksi. Parameter tersebut berturut-turut antara lain faktor skala, $2\theta_{\text{zero}}$, parameter kisi, konstanta bentuk puncak gaussian, dan gaussian-lorentzian, koordinat posisi atom, dan *preferred orientation*. Hasil *refinement* tersebut menunjukkan bahwa perubahan konstanta bentuk puncak memberikan perubahan signifikan pada nilai residu, sedangkan perubahan posisi atom dan *preferred orientation* tidak memberikan perubahan signifikan pada nilai residu.

Kata Kunci: *rietveld refinement*, pola difraksi sinar-X, difraktogram multifasa, lapis tipis PZT, nilai residu

ABSTRACT

In this research, we have developed an analytical techniques of multiphase diffraction pattern using *rietveld refinement* method, in case application studies of these techniques on PZT ($\text{PbZr}_x\text{Ti}_{(1-x)}\text{O}_3$) thin films which had been synthesized with variation of annealing time of 1, 2, and 3 hours. The interpretation techniques started from the background determining, and then performed refinement parameter which determining changes of the pattern, peak shape, and intensity of diffraction. The included parameters are scale factor, $2\theta_{\text{zero}}$, lattice parameters, constants of Gaussian and Gaussian-lorentzian peak shapes, atoms position coordinates, and preferred orientation, respectively. The refinement results indicated that the changes of peak shape constants provided significant change in residual value, while the changes of atoms position coordinates and preferred orientation did not provide significant change in residual values.

Keywords: *rietveld refinement*, X-ray diffraction pattern, multiphase diffractograms, PZT thin film, residue value

PENDAHULUAN

Metode difraksi sinar-X merupakan metode yang paling banyak digunakan untuk menentukan suatu model struktur kristal melalui pola difraksi yang dihasilkan. Ketinggian puncak difraksi merupakan representasi kelimpahan suatu fasa kristal. Banyaknya puncak pada pola difraksi merupakan representasi operasi simetri dari

struktur kristal tersebut, yang mana semakin banyak puncak menunjukkan semakin rendah operasi simetri tersebut. Perbedaan ketinggian antara puncak yang satu dengan puncak yang lain menunjukkan perbedaan posisi atom/ ion dalam suatu sel satuan, dan orientasi pertumbuhan kristal. Lebar puncak difraksi memberikan informasi heterogenitas representasi parameter yang telah ditentukan dengan penyimpangan tertentu. Secara keseluruhan, faktor yang memengaruhi pola dan intensitas difraksi antara lain faktor skala, sistem kristal, parameter kisi suatu sel satuan, faktor struktur, faktor lorentz-polarisasi, bentuk puncak, dan bentuk kristal [1].

*Corresponding author:
E-mail: rashobirin@gmail.com
Phone: +62 858 154 344 29

Metode *rietveld refinement* merupakan metode penghitungan kuantitatif dalam penentuan model struktur kristal dari suatu difraktogram suatu material. Metode tersebut memiliki parameter evaluasi ketepatan penentuan yang tersaji sebagai nilai residu. Nilai residu yang kecil memberikan informasi bahwa penentuan suatu model struktur kristal representatif dari suatu difraktogram memiliki nilai ketepatan yang tinggi [2].

Penentuan suatu model struktur kristal dengan parameter tertentu menjadi hal utama yang harus dievaluasi melalui observasi nilai R_p , R_{wp} , dan χ^2 . Melalui nilai residu tersebut, dapat diputuskan model yang ditentukan tersebut diterima atau ditolak. Saat ini, penentuan model struktur kristal menggunakan metode *rietveld refinement* diterapkan hanya pada sampel difraktogram yang mengandung satu fasa dengan puncak yang tajam [2-4].

Dalam tiap difraktogram dimungkinkan terdapat lebih dari satu fasa, atau disebut dengan difraktogram multifasa. Selain itu, tiap fasa kristal memiliki konfigurasi atom/ ion penyusun struktur kristal yang berbeda. Hingga saat ini, penerapan metode *rietveld refinement* pada sampel difraktogram yang mengandung lebih dari satu fasa dilakukan untuk menentukan kelimpahan fasa kristal, parameter kisi masing-masing fasa, dan bentuk puncak difraksi [5-7]. *Refinement* koordinat posisi atom/ ion, serta *preferred orientation* dari masing-masing fasa belum dilakukan. Oleh karena itu, dalam penelitian ini perlu dilakukan analisis dan interpretasi difraktogram multifasa dengan melibatkan *refinement* seluruh faktor yang memengaruhi pola dan intensitas difraksi sampel, antara lain faktor skala, lebar puncak, parameter kisi, konfigurasi posisi atom/ ion, serta *preferred orientation* agar diperoleh model struktur kristal secara komprehensif.

METODE PENELITIAN

Sumber Data. Pada penelitian ini, digunakan data primer hasil eksperimen yang telah dibuat prekursor PZT ($\text{PbZr}_x\text{Ti}_{(1-x)}\text{O}_3$) dengan rasio *dopant* Zr : Ti berturut-turut 3 : 2. Variasi perlakuan sintesis dilakukan pada pembuatan lapis tipis. Modifikasi sintesis lapis tipis PZT dilakukan dengan melakukan variasi *holding time* proses pemanasan anil selama 1, 2,

dan 3 jam dengan suhu maksimum pemanasan anil 873 K [8]. Lapis tipis hasil sintesis dikarakterisasi dengan instrumen XRD (difraktometer sinar-X) serbuk PHILIPS-Xpert MPD, yang mana panjang gelombang sinar-X yang digunakan 1,540598 Å, dan *scanning* material dilakukan pada rentang sudut difraksi 15-65°.

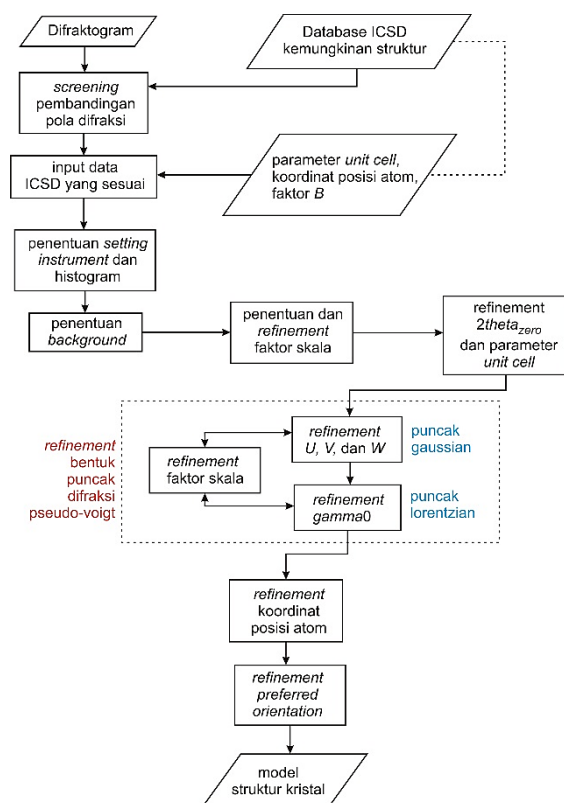
Rietveld Refinement. Secara dasar, *rietveld refinement* memperhitungkan semua faktor penghitungan yang memengaruhi pola, bentuk puncak, dan intensitas difraksi, sebagaimana ditunjukkan pada persamaan (1),

$$I_{hkl} = \left(\frac{N^2 e^4 \lambda^3 V}{2m^2 c^4} \right) |F_{hkl}|^2 \left(\frac{TL P}{A} \right) \quad (1)$$

Dimana I_{hkl} merupakan intensitas terintegrasi pada bidang hkl tertentu, N merupakan bilangan sel satuan per satuan volume, V merupakan volume kristal, e merupakan muatan elektron, c merupakan kecepatan cahaya, m merupakan massa elektron, F merupakan faktor struktur, T sebagai faktor suhu yang menyebabkan adanya dislokasi atom, atau lebih tepat disebut sebagai parameter dislokasi atom, L yang merupakan faktor lorentz, P merupakan faktor polarisasi, dan A merupakan faktor absorpsi [1]. Beberapa faktor yang tersaji dalam persamaan (1) merupakan konstanta tetap, antara lain massa elektron, kecepatan cahaya, muatan elektron, dan panjang gelombang sinar-X. Faktor lainnya merupakan variabel, antara lain bilangan sel satuan per satuan volume, volume kristal, faktor struktur, faktor suhu, faktor lorentz-polarisasi, serta faktor absorpsi sampel. Semua konstanta tetap, bilangan sel satuan per satuan volume, volume kristal, serta faktor absorpsi sampel, dapat disederhanakan menjadi satu variabel yaitu faktor skala C (*scale factor*). Apabila menambahkan parameter lain yang memengaruhi terkait simetri dari masing-masing sistem kristal, maka perlu ditambahkan dua parameter lagi yaitu multiplisitas bidang kisi M , dan *preferred orientation* $P(\psi)$. Faktor suhu dapat digabung dengan faktor struktur, mengingat faktor struktur merupakan representasi posisi atom dalam suatu kristal [9]. Secara keseluruhan, persamaan tersebut dapat disederhanakan menjadi persamaan (2).

$$I_{hkl} = |F_{hkl}|^2 L P M T C P(\psi) \quad (2)$$

Faktor struktur, faktor lorentz dan polarisasi serta multiplisitas tidak digabungkan dan disederhanakan dengan persamaan lain. Perbandingan difraktogram sampel terhadap difraktogram perlu dilakukan untuk mengetahui jumlah dan jenis fasa yang ada pada sampel. *Screening* tersebut perlu dilakukan secara teliti agar dapat diperoleh difraktogram standar ICSD sebagai pembanding dan standar tersebut dapat digunakan sebagai acuan dasar penentuan parameter *unit cell* dan koordinat posisi atom. Data *space group*, parameter kisi, koordinat posisi atom dan faktor suhu dari fasa-fasa tersebut berturut-turut mengacu pada database ICSD #92059 (PZT; *space group* $P 4 mm$), #9993 (ZrO_2-t ; ZrO_2 dengan *space group* $P 4_2/nmc$), dan #15983 (ZrO_2-m ; ZrO_2 dengan *space group* $P 1 2_1/c 1$).



Gambar 1. Strategi tahap *refinement* difraktogram multifasa dengan melibatkan semua faktor

Proses *refinement* dilakukan dalam *software* Rietica (ver. 1.7.7) dengan profil bentuk puncak difraksi Pseudo-Voigt Howard Asymmetry [10-11]. Secara keseluruhan, strategi *refinement* tersaji pada Gambar 1. Penentuan *background* difraktogram dilakukan pada awal proses *refinement* sebagai dasar puncak difraksi muncul. Penentuan koordinat

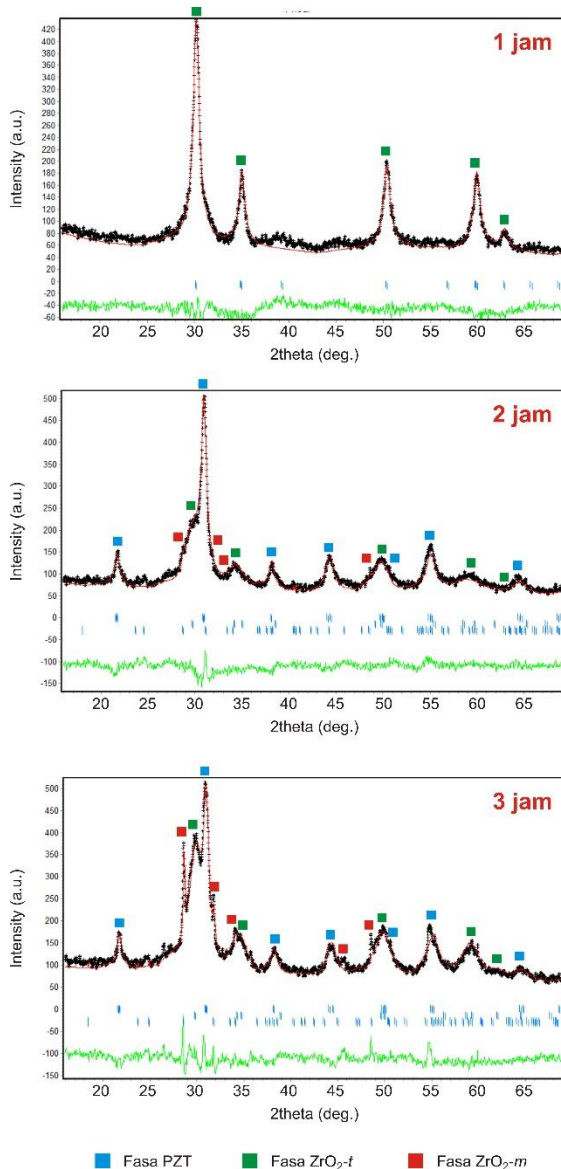
background dilihat pada titik terendah difraktogram pada tiap kenaikan pola difraksi. Setelah ditentukan *background*, dilakukan *input* data parameter *unit cell* dan koordinat posisi atom yang sesuai dari hasil *screening* difraktogram sampel. Hal tersebut dilakukan agar proses *refinement* lebih mudah dilakukan. Setelah dilakukan *input* parameter tersebut, selanjutnya dilakukan *input* faktor skala secara umum, agar difraktogram hasil kalkulasi yang diperoleh sesuai dengan difraktogram sampel. Setelah dilakukan *input* faktor skala, dilakukan *input* konstanta bentuk puncak gaussian dan lorentzian. Setelah dimasukkan berbagai parameter tersebut, dilakukan urutan tahapan *refinement* yaitu *refinement* faktor skala, *refinement* $2\theta_{zero}$ dan parameter *unit cell*, *refinement* bentuk puncak difraksi fungsi pseudo-voigt, *refinement* koordinat posisi atom, dan *refinement preferred orientation*. Tiap tahap *refinement* tersebut menggunakan metode Newton-Raphson agar diperoleh nilai parameter yang stabil.

HASIL DAN PEMBAHASAN

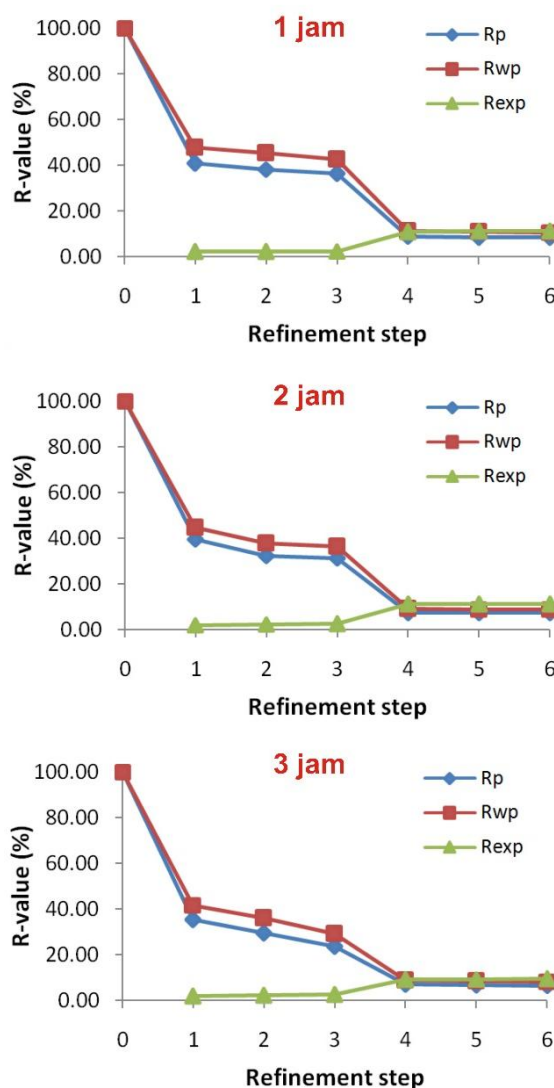
Hasil *Refinement*. Tiap tahap metode *rietveld refinement* pada difraktogram dengan pola puncak difraksi yang lebar memberikan pengaruh pada representasi pola difraksi hasil kalkulasi, dengan nilai residu tertentu, sebagaimana tersaji pada Gambar 2. Berdasarkan grafik yang tersaji pada Gambar 3, tahap yang sangat berpengaruh dalam mereduksi nilai residu adalah penentuan *background*, *refinement* faktor skala fasa, serta *refinement* bentuk puncak difraksi. Hal tersebut dikarenakan ketiga faktor tersebut merupakan faktor yang paling mempengaruhi pada intensitas difraksi pada difraktogram ini. Puncak difraksi yang lebar memberikan representasi yang lebih banyak dibandingkan lebar puncak yang sempit dengan tinggi puncak yang sama.

Tahap *refinement* awal yang sangat penting untuk dilakukan pada difraktogram multifasa selain penentuan *background*, $2\theta_{zero}$, dan parameter kisi, adalah bentuk puncak difraksi. Young, *et.al.* [3] menjelaskan strategi *refinement* difraktogram sampel dengan satu fasa yang memiliki pola difraksi yang jelas dan tajam, hanya melakukan *refinement* bentuk

puncak karakter gaussian. Apabila ditinjau dengan hasil *refinement* ketiga difraktogram, parameter konstanta gaussian mereduksi nilai residu yang sangat signifikan. Namun, dari *refinement* tersebut diperoleh nilai $\chi^2 > 1$, sehingga nilai R_{exp} dibawah R_{wp} . Secara statistik, parameter hasil *refinement* tersebut dapat diterima, namun secara grafik kurang menunjukkan kesesuaian ekor puncak difraksi [2]. Berdasarkan dari data tersebut dan percobaan *refinement* yang telah dilakukan pada sampel difraktogram mineral yang lebih halus, maka diperlukan penyertaan bentuk puncak lorentzian agar diperoleh bentuk puncak hasil *refinement* yang lebih sesuai.



Gambar 2. Hasil *refinement* sampel difraktogram lapis tipis PZT dengan pemanasan 1 jam, 2 jam, dan 3 jam.

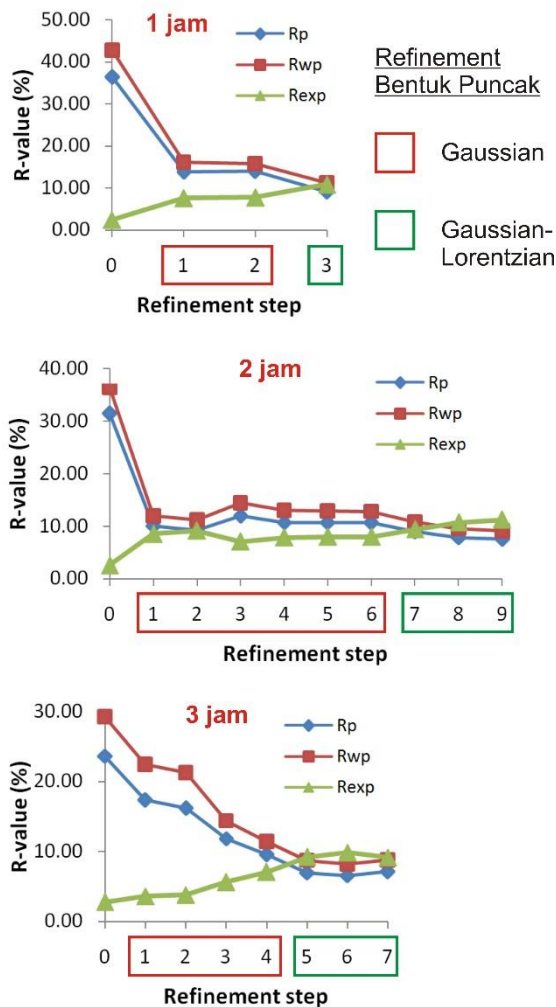


Tahap *refinement* (*refinement step*)

1. Background
2. Faktor skala
3. Parameter kisi dan $2\theta_{zero}$
4. Bentuk puncak
5. Koordinat ion
6. *Preferred orientation*

Gambar 3. Pengaruh tahap *refinement* difraktogram terhadap nilai residu R_p , R_{wp} , dan R_{exp} .

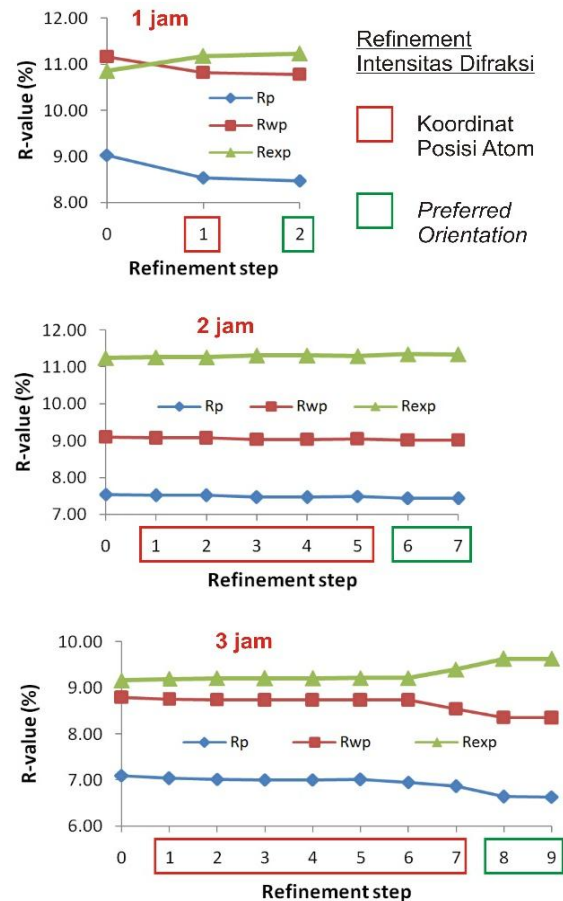
Grafik statistik penyertaan karakter puncak lorentzian (Gambar 4) memberikan kontribusi penurunan nilai residu hasil *refinement*. Selain itu, nilai residu R_{exp} menjadi setimbang dengan nilai R_{wp} . Berdasarkan ketiga sampel hasil *refinement* tersebut menunjukkan pola puncak difraksi yang lebih sesuai dengan tingkat perbedaan intensitas difraksi yang rendah. Pada difraktogram puncak lebar, *refinement* koordinat posisi atom menunjukkan perubahan posisi atom namun tidak memberikan perubahan signifikan pada nilai residu, baik R_p , R_{wp} , maupun R_{exp} .



Gambar 4. Pengaruh tahap *refinement* bentuk puncak karakter gaussian dan gaussian-lorentzian pada difraktogram terhadap nilai residu R_p , R_{wp} , dan R_{exp} .

Secara keseluruhan, grafik pengaruh perubahan posisi atom terhadap nilai residu (Gambar 5) menunjukkan perubahan nilai residu yang stagnan. Nilai residu relatif berubah saat dilakukan *refinement* posisi atom O dalam fasa ZrO_2-t pada difraktogram 1 jam, dan perubahan posisi atom O(1) dan O(2) dalam fasa ZrO_2-m pada difraktogram 3 jam. Hal tersebut dikarenakan kedua fasa tersebut memiliki tinggi puncak yang tajam pada masing-masing difraktogram. Untuk dislokasi atom dalam fasa PZT memberikan perubahan relatif pada nilai residu difraktogram 2 jam dan 3 jam, karena fasa tersebut merupakan fasa dominan dan memiliki bentuk puncak yang relatif tajam. Dislokasi posisi atom ZrO_2-t tidak memberikan banyak perubahan nilai residu pada *refinement* difraktogram 2 jam dan 3 jam karena memiliki lebar puncak yang lebih besar

dibanding fasa lain. Oleh karena itu, diperlukan suatu parameter lain untuk dilakukan *refinement* dan memberikan kontribusi pada penurunan nilai residu.



Gambar 5. Pengaruh tahap *refinement* koordinat atom (**kotak merah**) dan *preferred orientation* (**kotak hijau**) pada difraktogram terhadap nilai residu R_p , R_{wp} , dan R_{exp} .

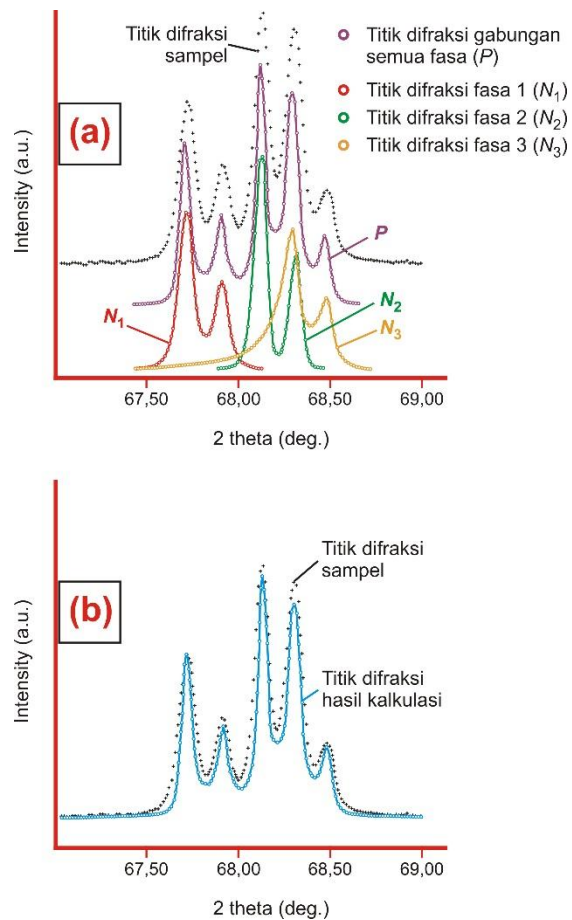
Grafik pada Gambar 5 menjelaskan adanya pengaruh parameter *preferred orientation* pada hasil *refinement* difraktogram sampel. Pada sampel 1 jam, *refinement* parameter tersebut relatif stagnan dibandingkan perubahan posisi atom, pada sampel 2 jam memberikan kontribusi penurunan nilai residu lebih besar dibandingkan *refinement* koordinat posisi atom, sedangkan pada sampel 3 jam *refinement* parameter tersebut memberikan kontribusi pada penurunan nilai residu lebih signifikan dibanding *refinement* posisi atom. Data tersebut menunjukkan bahwa perubahan parameter *preferred orientation* menyebabkan perubahan intensitas difraksi di tiap puncak $[hkl]$, dibanding perubahan koordinat posisi atom. Hal tersebut dikarenakan perubahan posisi atom

hanya mengubah intensitas pada puncak tertentu saja. Perubahan nilai r pada arah orientasi tumbuh kristal menyebabkan perubahan intensitas difraksi yang cukup signifikan. Penjelasan tersebut menjadikan *refinement preferred orientation* menjadi suatu parameter yang perlu dilakukan dalam proses interpretasi model struktur kristal dari difraktogram hasil sintesis, terutama untuk difraktogram dengan puncak difraksi yang lebar.

Refinement pola difraksi dari masing-masing fasa pada difraktogram dengan puncak difraksi yang lebar merupakan salah satu metode usulan dalam melaksanakan metode *rietveld refinement*. Hal tersebut jelas terlihat bahwa puncak difraksi yang lebar mencerminkan keberadaan lebih dari satu fasa kristal dalam difraktogram tersebut. Pembandingan difraktogram sampel dengan difraktogram standar ICSD terkait merupakan salah satu tahap awal yang menentukan acuan model struktur dengan validitas yang tinggi. Namun, dari tiga sampel difraktogram hasil *refinement*, nilai R_{exp} yang didapatkan cenderung lebih tinggi dibanding nilai R_{wp} . Nilai residu ekspektasi (R_{exp}) yang lebih besar dibanding nilai R_{wp} menunjukkan bahwa model struktur hasil *refinement* terdapat kesalahan pada konversi faktor skala. Secara mendasar, hal tersebut disebabkan karena adanya tumpang tindih antar puncak difraksi, sehingga nilai N yang terhitung lebih besar dibanding nilai P , sebagaimana ditunjukkan oleh difraktogram pada Gambar 6. Nilai N lebih besar disebabkan oleh puncak difraksi yang lebar, sehingga terjadi tumpang tindih pada bagian ekor hingga bagian puncak difraksi. Hal tersebut terjadi saat dilakukan *refinement* pada sampel 1 jam, yang mana puncak (200) tumpang tindih dengan puncak (201), dan puncak (103) mengalami tumpang tindih dengan (211). Himpitan antara puncak dalam satu fasa tersebut menyebabkan nilai $\chi^2 > 1$.

Selain dikarenakan oleh himpitan antar puncak dalam satu fasa, nilai N yang besar tersebut disebabkan karena adanya himpitan puncak antar fasa. Pada sampel 2 jam, terjadi banyak tumpang tindih antara fasa PZT, ZrO_2 -t, dan ZrO_2 -m yang berhimpitan, sehingga nilai χ^2 menjadi paling rendah dibandingkan sampel yang lain. Pada sampel 3 jam, nilai χ^2 lebih tinggi dibanding sampel 2 jam karena fasa PZT,

ZrO_2 -t, dan ZrO_2 -m lebih terlihat terpisah dan masing-masing memiliki pola difraksi yang lebih jelas. Oleh karena itu, dapat dilakukan penentuan model struktur kristal dari ketiga fasa tersebut dalam sampel 3 jam.



Gambar 6. Pola difraksi yang menunjukkan adanya interaksi antar puncak difraksi yang (a) tumpang tindih antara puncak satu dengan yang lain, dan (b) terpisah secara teratur, mengacu pada Kern [12].

Dalam *refinement* difraktogram, nilai residu R_p dan R_{wp} , serta χ^2 menjadi pertimbangan dalam menentukan keabsahan penentuan model struktur representatif dari tiap difraktogram. Namun, dari literatur yang ada hingga saat ini, ketiga faktor tersebut hanya diperhitungkan dalam evaluasi proses *rietveld refinement* difraktogram yang hanya terdapat satu fasa struktur saja. Namun, pada *refinement* difraktogram multifasa, nilai R_{exp} tidak dapat dijadikan acuan dalam menentukan keabsahan dan ketepatan ekspektasi penentuan model struktur, karena pasti terdapat tumpang tindih antar puncak antar fasa. Oleh karena itu, dalam menentukan keabsahan dan penerimaan hasil

refinement dari difraktogram multifasa, parameter residu yang dijadikan acuan hanya R_p dan R_{wp} saja. Dari hasil *refinement* ketiga sampel tersebut, masing-masing dapat dibangun model struktur tiap fasa yang telah ditentukan sebelumnya.

KESIMPULAN

Dari analisis dan permodelan struktur kristal PZT yang telah dilakukan pada difraktogram serbuk prekursor PZT dan lapis tipis PZT hasil sintesis, dapat diambil kesimpulan bahwa perbedaan variasi memberikan refleksi pola difraksi yang berbeda. Dalam proses *refinement* difraktogram tersebut, diperlukan banyak referensi untuk melakukan interpretasi data model struktur agar diperoleh nilai residu R_p dan R_{wp} yang rendah. *Refinement* multifasa hanya dapat dilakukan pada fasa dengan pola difraksi dengan bentuk puncak yang jelas. Banyaknya referensi penentuan model struktur tersebut menyebabkan nilai R_p dan R_{wp} rendah, namun R_{exp} menjadi lebih tinggi sehingga menyebabkan nilai relevansi $\chi^2 < 1$. Angka residu dan relevansi tersebut masih bisa diterima, karena banyaknya fasa merupakan penyebab utama tingginya nilai R_p dan R_{wp} dan perlu dilakukan penambahan fasa lain agar nilai residu menjadi rendah.

Dalam *refinement* difraktogram multifasa dengan puncak difraksi yang lebar, diperlukan *refinement* bentuk puncak difraksi dengan menyertakan karakter puncak lorentzian bersama dengan gaussian dalam menghaluskan bentuk puncak difraksi agar sesuai dengan pola difraksi sampel. *Refinement* posisi atom memberikan kontribusi kurang signifikan dalam *refinement* difraktogram dengan puncak lebar, sehingga diperlukan parameter tambahan yaitu *preferred orientation* agar diperoleh pola difraksi hasil kalkulasi yang sesuai dengan pola difraksi sampel.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih kami haturkan pada Nenda Aninditya selaku pendukung teknis dalam penelitian ini. Ucapan terima kasih kami haturkan pada *Lucas heights research*

Laboratories, Australian Nuclear Science and Technology Organization sebagai penyedia *software* interpretasi difraktogram dengan metode *Rietveld Refinement*.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Clearfield, A. (2008), Introduction to Diffraction, in *Principles and Applications of Powder Diffraction*, Editor: Clearfield, A., Reibenspies, J.H., Bhuvanesh, N., John Wiley & Sons, Ltd., Oxford, 73-102.
- [2] Kaduk, J.A. (2008), Structure Refinement, in *Principles and Applications of Powder Diffraction*, Editor: Clearfield, A., Reibenspies, J.H., Bhuvanesh, N., John Wiley & Sons, Ltd., Oxford, 310-313.
- [3] Young, R.A. (1993), The Rietveld Method, Oxford University Press, New York.
- [4] Le Bail, A. (2008), Structure Solution, in *Principles and Applications of Powder Diffraction*, Editor: Clearfield, A., Reibenspies, J.H., Bhuvanesh, N., John Wiley & Sons, Ltd., Oxford, 261.
- [5] Snellings, R., Machiels, L., Mertens, G., Elsen, J. (2010), Rietveld Refinement Strategy for Quantitative Phase Analysis of Partially Amorphous Zeolitized Tuffaceous Rocks, *Geol. Belg.*, 13(3), 183-196.
- [6] Atmaja, L., Fansuri, H., Maharani, A. (2011), Crystalline Phase Reactivity in The Synthesis of Fly Ash-based Geopolymer, *Indonesian J. Chem.*, 11(1), 90-95.
- [7] Christianto, P., dan Purwaningsih, H. (2013), Analisa *Rietveld* terhadap Transformasi Fasa ($\alpha \rightarrow \beta$) pada *Solid Solution* Ti-3 at.% pada Proses *Mechanical Alloying* dengan Variasi *Milling Time*, *Jurnal Teknik Pomits*, 2(1), F78-F83.
- [8] Andintya, N. (2015), Penggunaan Metode *Sol Gel* untuk Penumbuhan Film Tipis $Pb(Zr_xTi_{1-x})O_3$ dengan Variasi Waktu Aniling, *Skripsi*, Jurusan Fisika, FMIPA, Universitas Brawijaya.
- [9] Whitfield, P., and Mitchell, L. (2008), Phase Identification and Quantitative Methods, in *Principles and Applications of Powder Diffraction*, Editor: Clearfield, A.,

- Reibenspies, J.H., Bhuvanesh, N., *John Wiley & Sons, Ltd.*, Oxford, 226-234.
- [10] Hill, R.J., and Howard, C.J. (1987), Quantitative Phase Analysis from Neutron Powder Diffraction Data using The Rietveld Method, *J. Appl. Cryst.*, 20, 467-474.
- [11] Hunter, B.A., and Howard, C.J. (1998), A Computer Program for Rietveld Analysis of X-Ray and Neutron Powder Diffraction Patterns, *Lucas heights research Laboratories*, Australian Nuclear Science and Technology Organization, Australia.
- [12] Kern, A. (2008), Profile Analysis, in *Principles and Applications of Powder Diffraction*, Editor: Clearfield, A., Reibenspies, J.H., Bhuvanesh, N., *John Wiley & Sons, Ltd.*, Oxford, 188.