

LABORATORIUM KIMIA FISIKA
Jurusan Kimia - FMIPA
Universitas Gadjah Mada (UGM)

KIMIA ZAT PADAT
Teknik Analisis Termal pada Padatan

Drs. Iqmal Tahir, M.Si.

Laboratorium Kimia Fisika, Jurusan Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Gadjah Mada, Sekip Utara, Yogyakarta, 55281

Tel : 0857 968 77886 047; Fax : 0274-545188
Email : iqmal@ugm.ac.id atau iqmal.tahir@yahoo.com

Website :
<http://iqmal.staff.ugm.ac.id>
<http://iqmaltahir.wordpress.com>

Analisis termal

- Analisis termal adalah cabang kajian ilmu bahan yang mempelajari sifat bahan selama perubahan temperatur
- Beberapa metoda analisis termal telah dikembangkan dibedakan berdasarkan jenis sifat bahan yang dipelajari perubahannya.

LABORATORIUM KIMIA FISIKA
Jurusan Kimia - FMIPA, UGM

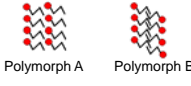
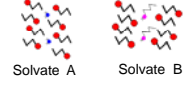
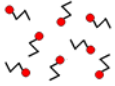
Beberapa metoda analisis termal

Method	Abbreviation	Property Measured
Differential thermal analysis	DTA	Temperature difference
Differential scanning calorimetry	DSC	Enthalpy
Thermogravimetric analysis	TGA	Mass
Dynamic mechanical analysis	DMA	Deformation
Dielectric thermal analysis	DEA	Deformation
Evolved gas analysis	EGA	Gaseous decomposition
Thermo-optical analysis	TOA	Optical properties

LABORATORIUM KIMIA FISIKA
Jurusan Kimia - FMIPA, UGM

Aplikasi analisis termal

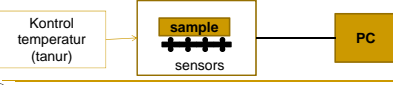
Untuk mempelajari bentuk fisik bahan

- Polymorfis** – kemampuan suatu bahan untuk membentuk lebih dari satu jenis bentuk kristal.
 
- Pseudopolymorfis** (bentuk tersolvasi) – padatan kristalin yang mengandung molekul pelarut sebagai bagian dari struktur kristal tersebut secara keseluruhan.
 
- Amorfis** – padatan amorf yang tidak memiliki struktur kristal biasa secara tiga dimensi.
 

LABORATORIUM KIMIA FISIKA
Jurusan Kimia - FMIPA, UGM

Prinsip dasar analisis termal

- Penggunaan instrumentasi modern untuk pengamatan perubahan sifat fisik. Komponen alat meliputi :
 - Ruang sampel : kompartemen untuk sampel
 - Sensor untuk mendeteksi / mengukur sifat fisik dan temperatur.
 - Alat untuk mengatur kondisi parameter pengamatan (temperatur, laju, lingkungan)
 - Komputer untuk pengumpulan dan proses data



LABORATORIUM KIMIA FISIKA
Jurusan Kimia - FMIPA, UGM

Differential Scanning Calorimetry (DSC)

- Merupakan analisis termal paling populer
- DSC mengukur panas yang dilepas atau diserap selama transisi sampel akibat perlakuan temperatur.
 - Differential:** sampel relatif pada standar
 - Scanning:** temperatur diatur
 - Calorimeter:** pengukuran panas
- DSC mengukur baik kualitatif maupun kuantitatif terkait sifat fisik dan kimia dengan memerlukan informasi tambahan
 - Proses endothermik – sampel mengabsorpsi energi
 - Proses eksothermik – sampel melepaskan energi
 - Perubahan kapasitas panas

LABORATORIUM KIMIA FISIKA
Jurusan Kimia - FMIPA, UGM

Prinsip kerja analisis DSC

- Power Compensation DSC
 - High resolution / high sensitivity research studies
 - Absolute specific heat measurement
 - Very sensitive to contamination of sample holders
- Heat Flux DSC
 - Routine applications
 - Near / at line testing in harsh environments
 - Automated operation
 - Cost-sensitive laboratories

LABORATORIUM KIMIA FISIKA
Jurusan Kimia - FMIPA, UGM

Aplikasi analisis DSC

- Titik leleh – padatan kristalin
- Desolvasi – absorpsi dan pelepasan pelarut
- Transisi gelas – bahan amorf
- Panas transisi – pelelehan, kristalisasi
- Penentuan kemurnian – kuantifikasi rasio fase amorf/kristalin, kontaminasi
- Transisi polimorfis – polimorfis dan pseudopolimorfis
- Kondisi proses – faktor lingkungan
- Kompatibilitas – interaksi antar komponen
- Kinetika dekomposisi – stabilitas kimia dan termal

LABORATORIUM KIMIA FISIKA
Jurusan Kimia - FMIPA, UGM

Gambaran kurva DSC

Exo
Endo

20 mW

Y-axis – heat flow
X-axis – temperature (and time)

temperature [°C]

LABORATORIUM KIMIA FISIKA
Jurusan Kimia - FMIPA, UGM

Penentuan titik leleh

Exo

20 mW

Onset = melting-point (mp)

MELTING

Heat of fusion (melting) = integration of peak

temperature [°C]

Scanning DSC bahan kristalin dengan satu bentuk polimorfis

LABORATORIUM KIMIA FISIKA
Jurusan Kimia - FMIPA, UGM

Analisis bentuk polimorfis

Exo

20 mW

TRANSITION

METASTABLE FORM

STABLE FORM

temperature [°C]

Scanning DSC bahan kristalin dengan transisi polimorfis

LABORATORIUM KIMIA FISIKA
Jurusan Kimia - FMIPA, UGM

Analisis Pseudopolymorphism

Exo

20 mW

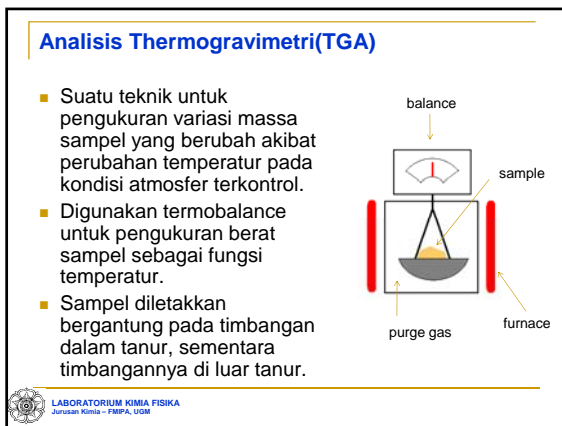
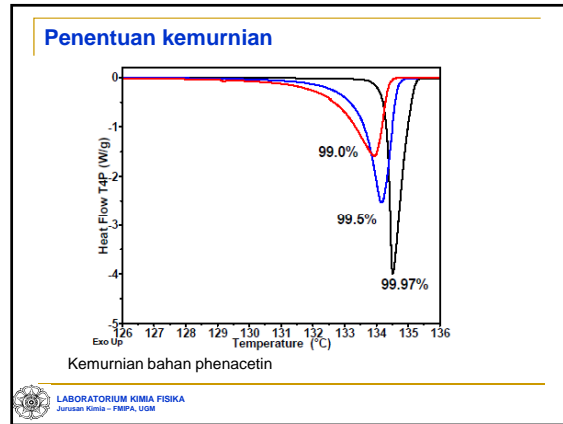
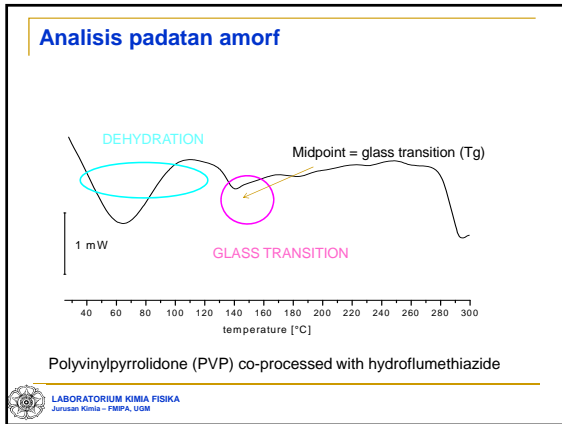
DEHYDRATION

MELTING

temperature [°C]

Scanning DSC bahan terhidrat

LABORATORIUM KIMIA FISIKA
Jurusan Kimia - FMIPA, UGM



- ### Aplikasi analisis TGA
- **Desolvasi** – pelarut yang terabsorpsi atau terikat secara kristalin, stokiometri hidrasi dan pelarut lain
 - **Dekomposisi** – kestabilan kimiawi dan termal
 - **Kompatibilitas** – interaksi antar komponen
- LABORATORIUM KIMIA FISIKA
Jurusan Kimia - FMIPA, UGM

