

Analisis Instrumen 2

XRD, XRF, SEM, DTA, TGA dan DSC

Hand out



MILIK PERPUSTAKAAN UNIV. NEGERI PADANG

TERIMA TGL 28-9-2014

SUMBER/HARGA: Hd

KOLEKSI . L1

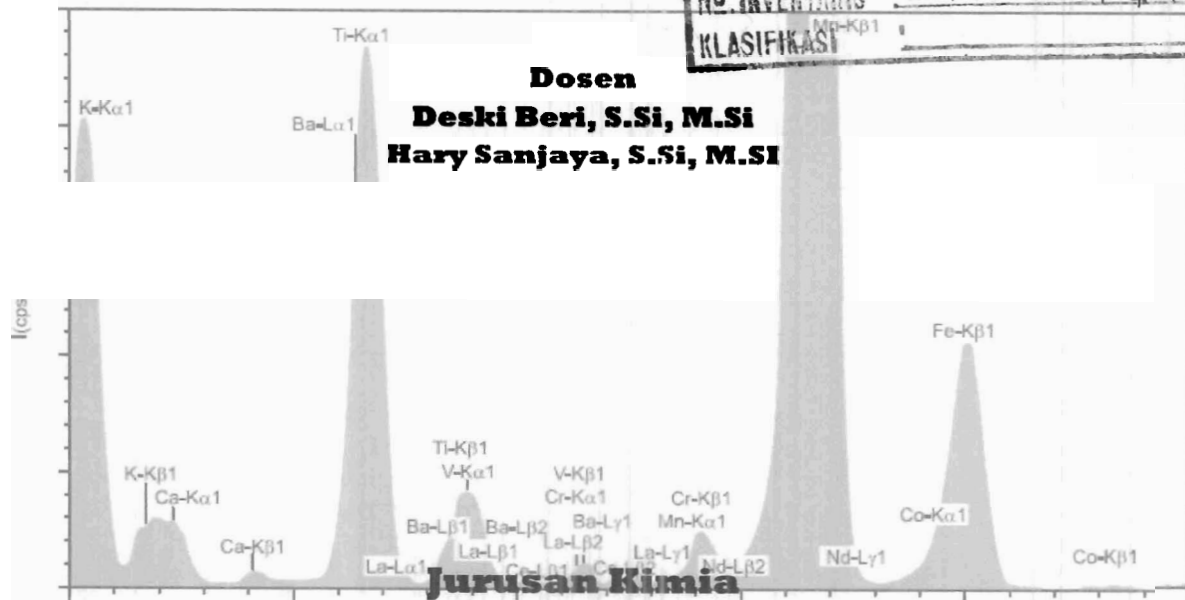
NO. INVENTARIS 804/hd/2014-9.1 (1)

KLASIFIKASI

Dosen

Deski Beri, S.Si, M.Si

Hary Sanjaya, S.Si, M.Si



Jurusan Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Negeri Padang
2012

MILIK PERPUSTAKAAN
UNIV. NEGERI PADANG

SILABUS
RANCANGAN PEMBELAJARAN SATU SEMESTER
MATA KULIAH : ANALISIS INSTRUMEN 2
SKS : 4

Nama Bahan Kajian : Pengetahuan Lanjut Tentang Instrumen Kimia
Program Studi : Kimia
Fakultas : MIPA Universitas Negeri Padang
Dosen : Deski Beri, S.Si, M.Si., Hary Sanjaya, S.Si., M.Si

Learning Outcomes (Capaian Pembelajaran) Mata Kuliah terkait KKNi :

Mahasiswa menguasai secara teori dan praktek instrumen Difraksi Sinar-X, XRF, Scanning Electron Microscope, DTA/TGA dan DSC
Soft skills/Karakter: Memiliki kejujuran yang tinggi dan keterampilan analisis yang diperlukan untuk kebutuhan industri

Matriks Pembelajaran :

Minggu ke	Learning Outcomes (Capaian Pembelajaran)	Pengalaman belajar	Materi/ Pokok Bahasan	Metode Strategi Pembelajaran	Teknik Penilaian	Daftar Pustaka
1	2	3	4	5	7	8
1	<ul style="list-style-type: none"> Mengetahui dasar-dasar sinar-x dan penggunaannya dalam analisis kimia Mampu menguraikan tentang sifat dan karakteristik serta dapat menjelaskan proses pembentukan sinar-x, teknik membangkitkan sinar-x dan sinar karakteristik 	<ul style="list-style-type: none"> Menelusuri sumber literatur dan memperkaya materi perkuliahan dengan belajar mandiri Secara berkelompok memilih bahan, mempresentasikan dan mendiskusikan di kelas Membahas dan menyimpulkan masalah/tugas yang diberikan dosen secara berkelompok. 	<ul style="list-style-type: none"> Sifat Sinar-x dan teknik membangkitkannya Spektrum karakteristik Skema pembentukan sinar-x Skema peralatan sinar-x dan komponen-komponennya Sinar karakteristik untuk tembaga dan molibdenum 	<ul style="list-style-type: none"> Small Group Discussion Cooperative Learning Small Group Discussion 	<ul style="list-style-type: none"> Penilaian berkesinambungan dan terintegrasi Tes tertulis Penilaian berkesinambungan dan terintegrasi Tes tertulis 	Laing, M, (2001) Lipson, H, (2001).
2	<ul style="list-style-type: none"> Mampu menguraikan dan menjelaskan metoda Debye-Scherrer Mampu melakukan interpretasi terhadap spektrum fotografi dari sampel bubuk dengan metoda Debye-Scherrer 		<ul style="list-style-type: none"> Uraian metoda Debye-Scherrer Teknik fotografi Debye-Scherrer Teknik interpretasi data hasil difraksi pada struktur simetri tinggi kubus dan heksagonal atau tetragonal Teknik interpretasi data hasil difraksi pada struktur simetri rendah triklin, monoklin, rhombik dan ortorhombik 	<ul style="list-style-type: none"> Small Group Discussion Cooperative Learning Small Group Discussion 	<ul style="list-style-type: none"> Penilaian berkesinambungan dan terintegrasi Tes tertulis Penilaian berkesinambungan dan terintegrasi Tes tertulis 	Laing, M, (2001) Lipson, H, (2001).
3	<ul style="list-style-type: none"> Mampu menguraikan dan menjelaskan tentang struktur kristal 	<ul style="list-style-type: none"> Menelusuri sumber literatur dan memperkaya materi perkuliahan dengan belajar mandiri Secara berkelompok memilih bahan, mempresentasikan dan mendiskusikan di kelas Membahas dan 	<ul style="list-style-type: none"> Pengertian dasar struktur pembangun kristal Sel satuan dan volum satuan Sistem dan kisi Bravais Titik kisi dan bidang kisi Bravais 	<ul style="list-style-type: none"> Small Group Discussion Cooperative Learning Small Group Discussion 	<ul style="list-style-type: none"> Penilaian berkesinambungan dan terintegrasi Tes tertulis 	Laing, M, (2001) Lipson, H, (2001).
4	<ul style="list-style-type: none"> Mampu menguraikan, menjelaskan dan menggambar bidang hkl dan vektor pada kisi kristal 		<ul style="list-style-type: none"> Bidang kisi hkl Retardasi dalam kisi Pemadaman cahaya oleh kisi Ruang vektor Laue 			Kittel, (2000), R.A. Levy
5	<ul style="list-style-type: none"> Mampu memahami tentang persamaan difraksi Bragg dan dapat menggunakannya untuk melakukan interpretasi terhadap spektrum difraksi sinar-X 	<ul style="list-style-type: none"> masalah/tugas yang diberikan dosen secara berkelompok. 	<ul style="list-style-type: none"> Persamaan Bragg dan geometrinya Pembacaan spektrum difraksi dan penentuan kisi kristalnya Kisi balik dan bidang balik Ruang Ewald 			Kittel, (2000)

6	<ul style="list-style-type: none"> Mampu memahami tentang floresensi sinar-X dan memahami tentang pola interaksi cahaya dengan materi dan pola skatering yang terjadi 	<ul style="list-style-type: none"> Menelusuri sumber literatur dan memperkaya materi perkuliahan dengan belajar mandiri Secara berkelompok memilih bahan, mepresentasikan dan mendiskusikan di kelas Membahas dan menyimpulkan masalah/tugas yang diberikan dosen secara berkelompok 	<ul style="list-style-type: none"> Floresensi Sinar-X Interaksi cahaya dengan materi Skatering Compton dan Rayleigh Geometri polarisasi cahaya 			Brouwer, P, (2010),
7	<ul style="list-style-type: none"> Mampu memahami tentang peralatan floresensi sinar-X dan komponen-komponennya. Mampu memahami EDXRF dan WDXRF serta membedakan pola difraksi yang terbentuk pada masing-masingnya 		<ul style="list-style-type: none"> Penjelasan Skema alat Spektrometer EDXRF Spektrometer WDXRF Perbandingan metoda EDXRF dan WDXRF 	<ul style="list-style-type: none"> Small Group Discussion Cooperative Learning Small Group Discussion 	<ul style="list-style-type: none"> Penilaian berkesinambungan dan terintegrasi Tes tertulis Penilaian berkesinambungan dan terintegrasi Tes tertulis 	Brouwer, P, (2010),
8	<ul style="list-style-type: none"> Mengelaborasi pemahaman teori yang diberikan di ruang kelas pada praktikum atau demonstrasi 					
9	<ul style="list-style-type: none"> Mampu memahami tentang jenis – jenis mikroskop Mampu memahami tentang perbedaan mikroskop cahaya dengan mikroskop elektron 	<ul style="list-style-type: none"> Menelusuri sumber literatur dan memperkaya materi perkuliahan dengan belajar mandiri Secara berkelompok memilih bahan, mepresentasikan dan mendiskusikan di kelas Membahas dan menyimpulkan masalah/tugas yang diberikan dosen secara berkelompok 	<ul style="list-style-type: none"> Mikroskop Cahaya Mikroskop Elektron Perbedaan Mikroskop cahaya dengan Elektron 			
10	<ul style="list-style-type: none"> Mampu menjelaskan tentang dasar –dasar analisa SEM Mampu memahami Bagian – bagian SEM dan fungsinya Mampu memahami aplikasi SEM 		<ul style="list-style-type: none"> Prinsip Dasar SEM Bagian- bagian SEM dan Fungsinya Aplikasi SEM 	<ul style="list-style-type: none"> Small Group Discussion Cooperative Learning Small Group Discussion 	<ul style="list-style-type: none"> Penilaian berkesinambungan dan terintegrasi Tes tertulis Penilaian berkesinambungan dan terintegrasi Tes tertulis 	
11	<ul style="list-style-type: none"> Mampu memahami prinsip dasar analisa TEM Mampu memahami bagian-bagian TEM dan fungsinya Mampu memahami aplikasi TEM Mampu memahami perbedaan SEM dengan TEM 		<ul style="list-style-type: none"> Prinsip Dasar TEM Bagian-bagian TEM dan fungsinya Aplikasi TEM Perbedaan SEM dengan TEM 			

12	<ul style="list-style-type: none"> • Mampu memahami tentang analisa thermal • Mampu memahami jenis-jenis analisis thermal 	<ul style="list-style-type: none"> • Menelusuri sumber literatur dan memperkaya materi perkuliahan dengan belajar mandiri • Secara berkelompok memilih bahan, mepresentasikan dan mendiskusikan di kelas • Membahas dan menyimpulkan masalah/tugas yang diberikan dosen secara berkelompok 	<ul style="list-style-type: none"> • Pengertian analisis thermal • Jenis-jenis analisis thermal 	<ul style="list-style-type: none"> • Small Group Discussion • Cooperative Learning • Small Group Discussion 	<ul style="list-style-type: none"> • Penilaian berkesinambungan dan terintegrasi • Tes tertulis • Penilaian berkesinambungan dan terintegrasi Tes tertulis 	
13	<ul style="list-style-type: none"> • Mampu memahami tentang prinsip dasar TGA • Mampu memahami bagian-bagian alat TGA dan fungsinya • Mampu memahami aplikasi TGA • Mampu memahami cara penggunaan alat TGA 		<ul style="list-style-type: none"> • Pengertian dan prinsip dasar TGA • Bagian-bagian instrumen TGA dan fungsinya masing-masing • Aplikasi TGA • Cara penggunaan alat TGA 			
14	<ul style="list-style-type: none"> • Mampu memahami tentang prinsip dasar DTA • Mampu memahami bagian-bagian alat DTA • Mampu memahami aplikasi DTA 		<ul style="list-style-type: none"> • Pengertian dan prinsip dasar DTA • Bagian-bagian instrumen DTA dan fungsinya • Aplikasi DTA 			
15	<ul style="list-style-type: none"> • Mampu memahami tentang prinsip dasar DSC • Mampu memahami jenis-jenis DSC • Mampu memahami bagian-bagian alat DSC • Mampu memahami aplikasi DTA 		<ul style="list-style-type: none"> • Pengertian dan prinsip dasar DTA • Jenis-jenis DSC • Bagian-bagian instrumen DTA dan fungsinya • Aplikasi DTA 			
16	<ul style="list-style-type: none"> • Mengelaborasi pemahaman teori yang diberikan di ruang kelas pada praktikum atau demonstrasi 		<ul style="list-style-type: none"> • Praktikum TGA dan DTA 			

SATUAN ACARA PEMBELAJARAN

(SAP)

Nama Bahan Kajian : Analisis Instrumen 2
Program Studi : Kimia
Fakultas : MIPA Universitas Negeri Padang
Pertemuan ke- : 1
Dosen : Deski Beri, S.Si, M.Si., Hary Sanjaya, S.Si., M.Si.

Learning Outcomes (Capaian Pembelajaran) Mata Kuliah terkait KKNI :

Mahasiswa mampu menjelaskan proses terjadinya sinar-X dan membedakan sinar karakteristik yang terbentuk dari spektrum K alfa dan K beta
Soft skills/Karakter: mahasiswa mampu menghargai dan menghormati produk ilmu dari sumbernya dan mengapresiasinya.

Materi :

1. Pendahuluan dan pengantar perkuliahan serta uraian singkat metoda perkuliahan dan penjelasan silabus
2. Sifat Sinar-x dan teknik membangkitkannya
3. Spektrum karakteristik
4. Skema pembentukan sinar-x
5. Skema peralatan sinar-x dan komponen-komponennya
6. Sinar karakteristik untuk tembaga dan molibdenum

C2, C3, C4, C5

Kegiatan Pembelajaran

Tahap Kegiatan	Kegiatan Dosen	Kegiatan Mahasiswa	Teknik Penilaian	Media
Pendahuluan	<ul style="list-style-type: none"> Menyampaikan aturan perkuliahan Menyampaikan Learning Outcomes (Capaian Pembelajaran) Mendiskusikan materi prasyarat 	<ul style="list-style-type: none"> Menyimak, membuat catatan, mendiskusikan materi prasyarat. Membentuk kelompok (4-5) 	<ul style="list-style-type: none"> Penilaian berkesinambungan dan terintegrasi Tes tertulis 	Power Point
Penyajian	<ul style="list-style-type: none"> Membuat rancangan bahan diskusi . Menjadi moderator dan sekaligus mengulas pada setiap akhir sesion diskusi mahasiswa. 	<ul style="list-style-type: none"> memilih bahan diskusi mepresentasikan paper dan mendiskusikan di kelas 		
Penutup	<ul style="list-style-type: none"> Mereview jalannya proses perkuliahan Mengambil kesimpulan bersama mahasiswa Memberikan tugas 	<ul style="list-style-type: none"> Ikut memberikan masukan tentang jalannya proses perkuliahan Mengambil kesimpulan bersama dosen Menerima bahan tugas 		

Rubrik Penilaian :

Rubrik deskriptif

Daftar Pustaka

- Brouwer, P, (2010), *Theory of XRF: Getting Acquainted with the Principles*, PANanalytical, B.V., A.A., Almelo, The Netherland.
- Kittel, (2000), *Solid State Physics*, John Wiley & Sons, New York
- Laing, M, (2001), *An Introduction to the Scope, Potential and Applications of X-ray Analysis*, International Union of Crystallography by University College Cardiff Press, Wales, UK
- Lipson, H, (2001), *The Study of Metals and Alloys by X-ray Powder Diffraction Methods*, International Union of Crystallography by University College Cardiff Press, Wales, UK
- R.A. Levy: *Principles of Solid State Physics*, Academic Press

Lampiran – Lampiran:

- Lecture Notes: power point
- Lembar Kerja/ Hand Out
- Selected Reading Material (buku; print out dan fotocopy)

SATUAN ACARA PEMBELAJARAN

(SAP)

Nama Bahan Kajian : Analisis Instrumen 2
Program Studi : Kimia
Fakultas : MIPA Universitas Negeri Padang
Pertemuan ke- : 2
Dosen : Deski Beri, S.Si, M.Si., Hary Sanjaya, S.Si., M.Si.

Learning Outcomes (Capaian Pembelajaran) Mata Kuliah terkait KKNI :

Mahasiswa mampu menjelaskan metoda analisis difraksi sinar-X, metoda difraksi sinar-X bubuk dan kristal tunggal
Soft skills/Karakter: mahasiswa mampu mengapresiasi ilmu, memiliki kejujuran dan motivasi yang kuat untuk memahami subjek.

Materi :

1. Uraian metoda Debye-Scherrer
2. Teknik fotografi Debye-Scherrer
3. Teknik interpretasi data hasil difraksi pada struktur simetri tinggi kubus dan heksagonal atau tetragonal

C2, C3, C4, C5

Kegiatan Pembelajaran

Tahap Kegiatan	Kegiatan Dosen	Kegiatan Mahasiswa	Teknik Penilaian	Media
Pendahuluan	<ul style="list-style-type: none"> Menyampaikan aturan perkuliahan Menyampaikan Learning Outcomes (Capaian Pembelajaran) Mendiskusikan materi prasyarat 	<ul style="list-style-type: none"> Menyimak, membuat catatan, mendiskusikan materi prasyarat. Membentuk kelompok (4-5) 	<ul style="list-style-type: none"> Penilaian berkesinambungan dan terintegrasi Tes tertulis 	Power Point
Penyajian	<ul style="list-style-type: none"> Membuat rancangan bahan diskusi . Menjadi moderator dan sekaligus mengulas pada setiap akhir sesion diskusi mahasiswa. 	<ul style="list-style-type: none"> memilih bahan diskusi mepresentasikan paper dan mendiskusikan di kelas 		
Penutup	<ul style="list-style-type: none"> Mereview jalannya proses perkuliahan Mengambil kesimpulan bersama mahasiswa Memberikan tugas 	<ul style="list-style-type: none"> Ikut memberikan masukan tentang jalannya proses perkuliahan Mengambil kesimpulan bersama dosen Menerima bahan tugas 		

Rubrik Penilaian :

Rubrik deskriptif

Daftar Pustaka

- Brouwer, P, (2010), *Theory of XRF: Getting Acquainted with the Principles*, PANanalytical, B.V., A.A., Almelo, The Netherland.
- Kittel, (2000), *Solid State Physics*, John Wiley & Sons, New York
- Laing, M, (2001), *An Introduction to the Scope, Potential and Applications of X-ray Analysis*, International Union of Crystallography by University College Cardiff Press, Wales, UK
- Lipson, H, (2001), *The Study of Metals and Alloys by X-ray Powder Diffraction Methods*, International Union of Crystallography by University College Cardiff Press, Wales, UK
- R.A. Levy: *Principles of Solid State Physics*, Academic Press

Lampiran – Lampiran:

- Lecture Notes: power point
- Lembar Kerja/ Hand Out
- Selected Reading Material (buku; print out dan fotocopy)

SATUAN ACARA PEMBELAJARAN

(SAP)

Nama Bahan Kajian : Analisis Instrumen 2
Program Studi : Kimia
Fakultas : MIPA Universitas Negeri Padang
Pertemuan ke- : 3
Dosen : Deski Beri, S.Si, M.Si., Hary Sanjaya, S.Si., M.Si.

Learning Outcomes (Capaian Pembelajaran) Mata Kuliah terkait KKN1 :

Mahasiswa menguasai dan menggambarkan model struktur kristal dan sel satuan kristal
Soft skills/Karakter: mahasiswa mampu mengapresiasi ilmu, memiliki kejujuran dan motivasi yang kuat untuk memahami subjek.

Materi :

1. Pengertian dasar struktur pembangun kristal
2. Sel satuan dan volum satuan
3. Sistem dan kisi Bravais

C2, C3, C4, C5

Kegiatan Pembelajaran

Tahap Kegiatan	Kegiatan Dosen	Kegiatan Mahasiswa	Teknik Penilaian	Media
Pendahuluan	<ul style="list-style-type: none"> Menyampaikan aturan perkuliahan Menyampaikan Learning Outcomes (Capaian Pembelajaran) Mendiskusikan materi prasyarat 	<ul style="list-style-type: none"> Menyimak, membuat catatan, mendiskusikan materi prasyarat. Membentuk kelompok (4-5) 	<ul style="list-style-type: none"> Penilaian berkesinambungan dan terintegrasi Tes tertulis 	Power Point
Penyajian	<ul style="list-style-type: none"> Membuat rancangan bahan diskusi . Menjadi moderator dan sekaligus mengulas pada setiap akhir sesion diskusi mahasiswa. 	<ul style="list-style-type: none"> memilih bahan diskusi mepresentasikan paper dan mendiskusikan di kelas 		
Penutup	<ul style="list-style-type: none"> Mereview jalannya proses perkuliahan Mengambil kesimpulan bersama mahasiswa Memberikan tugas 	<ul style="list-style-type: none"> Ikut memberikan masukan tentang jalannya proses perkuliahan Mengambil kesimpulan bersama dosen Menerima bahan tugas 		

Rubrik Penilaian :

Rubrik deskriptif

Daftar Pustaka

- Brouwer, P, (2010), *Theory of XRF: Getting Acquainted with the Principles*, PANanalytical, B.V., A.A., Almelo, The Netherland.
- Kittel, (2000), *Solid State Physics*, John Wiley & Sons, New York
- Laing, M, (2001), *An Introduction to the Scope, Potential and Applications of X-ray Analysis*, International Union of Crystallography by University College Cardiff Press, Wales, UK
- Lipson, H, (2001), *The Study of Metals and Alloys by X-ray Powder Diffraction Methods*, International Union of Crystallography by University College Cardiff Press, Wales, UK
- R.A. Levy: *Principles of Solid State Physics*, Academic Press

Lampiran – Lampiran:

- Lecture Notes: power point
- Lembar Kerja/ Hand Out
- Selected Reading Material (buku; print out dan fotocopy)

SATUAN ACARA PEMBELAJARAN

(SAP)

Nama Bahan Kajian : Analisis Instrumen 2
Program Studi : Kimia
Fakultas : MIPA Universitas Negeri Padang
Pertemuan ke- : 4
Dosen : Deski Beri, S.Si, M.Si., Hary Sanjaya, S.Si., M.Si.

Learning Outcomes (Capaian Pembelajaran) Mata Kuliah terkait KKNi :

Mahasiswa menguasai dan memahami secara komprehensif tentang kisi kristal Bravais dan kaitannya dengan difraksi cahaya sinar-X
Soft skills/Karakter: mahasiswa mampu mengapresiasi ilmu, memiliki kejujuran dan motivasi yang kuat untuk memahami subjek.

Materi .

1. Titik kisi dan bidang kisi Bravais
2. Bidang kisi hkl
3. Retardasi dalam kisi
4. Pemendaran cahaya oleh kisi
5. Ruang vektor Laue

C2, C3, C4, C5

Kegiatan Pembelajaran

Tahap Kegiatan	Kegiatan Dosen	Kegiatan Mahasiswa	Teknik Penilaian	Media
Pendahuluan	<ul style="list-style-type: none"> Menyampaikan aturan perkuliahan Menyampaikan Learning Outcomes (Capaian Pembelajaran) Mendiskusikan materi prasyarat 	<ul style="list-style-type: none"> Menyimak, membuat catatan, mendiskusikan materi prasyarat. Membentuk kelompok (4-5) 	<ul style="list-style-type: none"> Penilaian berkesinambungan dan terintegrasi Tes tertulis 	Power Point
Penyajian	<ul style="list-style-type: none"> Membuat rancangan bahan diskusi . Menjadi moderator dan sekaligus mengulas pada setiap akhir session diskusi mahasiswa. 	<ul style="list-style-type: none"> memilih bahan diskusi mepresentasikan paper dan mendiskusikan di kelas 		
Penutup	<ul style="list-style-type: none"> Mereview jalannya proses perkuliahan Mengambil kesimpulan bersama mahasiswa Memberikan tugas 	<ul style="list-style-type: none"> Ikut memberikan masukan tentang jalannya proses perkuliahan Mengambil kesimpulan bersama dosen Menerima bahan tugas 		

Rubrik Penilaian :

Rubrik deskriptif

Daftar Pustaka

- Brouwer, P, (2010), *Theory of XRF: Getting Acquainted with the Principles*, PANanalytical, B. V., A.A., Almelo, The Netherland.
- Kittel, (2000), *Solid State Physics*, John Wiley & Sons, New York
- Laing, M, (2001), *An Introduction to the Scope, Potential and Applications of X-ray Analysis*, International Union of Crystallography by University College Cardiff Press, Wales, UK
- Lipson, H, (2001), *The Study of Metals and Alloys by X-ray Powder Diffraction Methods*, International Union of Crystallography by University College Cardiff Press, Wales, UK
- R.A. Levy: *Principles of Solid State Physics*, Academic Press

Lampiran – Lampiran:

- Lecture Notes: power point
- Lembar Kerja/ Hand Out
- Selected Reading Material (buku: print out dan fotocopy)

SATUAN ACARA PEMBELAJARAN

(SAP)

Nama Bahan Kajian : Analisis Instrumen 2
Program Studi : Kimia
Fakultas : MIPA Universitas Negeri Padang
Pertemuan ke- : 5
Dosen : Deski Beri, S.Si, M.Si., Hary Sanjaya, S.Si., M.Si.

Learning Outcomes (Capaian Pembelajaran) Mata Kuliah terkait KKNI :

Mahasiswa menguasai persamaan difraksi Bragg dan menggunakannya untuk menjelaskan difraksi kristal

Soft skills/Karakter: mahasiswa mampu mengapresiasi ilmu, memiliki kejujuran dan motivasi yang kuat untuk memahami subjek.

Materi :

1. Persamaan Bragg dan geometrinya
2. Pembacaan spektrum difraksi dan penentuan kisi kristalnya
3. Kisi balik dan bidang balik
4. Ruang Ewald

C2, C3, C4, C5

Kegiatan Pembelajaran

Tahap Kegiatan	Kegiatan Dosen	Kegiatan Mahasiswa	Teknik Penilaian	Media
Pendahuluan	<ul style="list-style-type: none"> Menyampaikan aturan perkuliahan Menyampaikan Learning Outcomes (Capaian Pembelajaran) Mendiskusikan materi prasyarat 	<ul style="list-style-type: none"> Menyimak, membuat catatan, mendiskusikan materi prasyarat. Membentuk kelompok (4-5) 	<ul style="list-style-type: none"> Penilaian berkesinambungan dan terintegrasi Tes tertulis 	Power Point
Penyajian	<ul style="list-style-type: none"> Membuat rancangan bahan diskusi . Menjadi moderator dan sekaligus mengulas pada setiap akhir sesion diskusi mahasiswa. 	<ul style="list-style-type: none"> memilih bahan diskusi mepresentasikan paper dan mendiskusikan di kelas 		
Penutup	<ul style="list-style-type: none"> Mereview jalannya proses perkuliahan Mengambil kesimpulan bersama mahasiswa Memberikan tugas 	<ul style="list-style-type: none"> Ikut memberikan masukan tentang jalannya proses perkuliahan Mengambil kesimpulan bersama dosen Menerima bahan tugas 		

Rubrik Penilaian :

Rubrik deskriptif

Daftar Pustaka

- Brouwer, P, (2010), *Theory of XRF: Getting Acquainted with the Principles*, PANanalytical, B.V., A.A., Almelo, The Netherland.
- Kittel, (2000), *Solid State Physics*, John Wiley & Sons, New York
- Laing, M, (2001), *An Introduction to the Scope, Potential and Applications of X-ray Analysis*, International Union of Crystallography by University College Cardiff Press, Wales, UK
- Lipson, H, (2001), *The Study of Metals and Alloys by X-ray Powder Diffraction Methods*, International Union of Crystallography by University College Cardiff Press, Wales, UK
- R.A. Levy: *Principles of Solid State Physics*, Academic Press

Lampiran – Lampiran:

- Lecture Notes: power point
- Lembar Kerja/ Hand Out
- Selected Reading Material (buku; print out dan fotocopy)

SATUAN ACARA PEMBELAJARAN

(SAP)

Nama Bahan Kajian : Analisis Instrumen 2
Program Studi : Kimia
Fakultas : MIPA Universitas Negeri Padang
Pertemuan ke- : 6
Dosen : Deski Beri, S.Si, M.Si., Hary Sanjaya, S.Si., M.Si.

Learning Outcomes (Capaian Pembelajaran) Mata Kuliah terkait KKNI :

Mahasiswa menguasai teknik analisis floresensi sinar-X dan memahami tentang pemendaran cahaya dan polarisasinya pada struktur
Soft skills/Karakter: mahasiswa mampu mengapresiasi ilmu, memiliki kejujuran dan motivasi yang kuat untuk memahami subjek.

Materi :

1. Floresensi Sinar-X 2. Interaksi cahaya dengan materi 3. Skatering Compton dan Rayleigh\ 4. Geometri polarisasi cahaya	C2, C3, C4, C5
---	----------------

Kegiatan Pembelajaran

Tahap Kegiatan	Kegiatan Dosen	Kegiatan Mahasiswa	Teknik Penilaian	Media
Pendahuluan	<ul style="list-style-type: none">Menyampaikan aturan perkuliahanMenyampaikan Learning Outcomes (Capaian Pembelajaran)Mendiskusikan materi prasyarat	<ul style="list-style-type: none">Menyimak, membuat catatan, mendiskusikan materi prasyarat.Membentuk kelompok (4-5)	<ul style="list-style-type: none">Penilaian berkesinambungan dan terintegrasiTes tertulis	Power Point
Penyajian	<ul style="list-style-type: none">Membuat rancangan bahan diskusi .Menjadi moderator dan sekaligus mengulas pada setiap akhir sesion diskusi mahasiswa.	<ul style="list-style-type: none">memilih bahan diskusimepresentasikan paper dan mendiskusikan di kelas		
Penutup	<ul style="list-style-type: none">Mereview jalannya proses perkuliahanMengambil kesimpulan bersama mahasiswaMemberikan tugas	<ul style="list-style-type: none">Ikut memberikan masukan tentang jalannya proses perkuliahanMengambil kesimpulan bersama dosenMenerima bahan tugas		

Rubrik Penilaian :

Rubrik deskriptif

Daftar Pustaka

1. Brouwer, P, (2010), *Theory of XRF: Getting Acquainted with the Principles*, PANanalytical, B.V., A.A., Almelo, The Netherland.
2. Kittel, (2000), *Solid State Physics*, John Wiley & Sons, New York
3. Laing, M, (2001), *An Introduction to the Scope, Potential and Applications of X-ray Analysis*, International Union of Crystallography by University College Cardiff Press, Wales, UK
4. Lipson, H, (2001), *The Study of Metals and Alloys by X-ray Powder Diffraction Methods*, International Union of Crystallography by University College Cardiff Press, Wales, UK
5. R.A. Levy: *Principles of Solid State Physics*, Academic Press

Lampiran – Lampiran:

1. Lecture Notes: power point
2. Lembar Kerja/ Hand Out
3. Selected Reading Material (buku; print out dan fotocopy)

804 / hnd 2014 a.1 (c)

SATUAN ACARA PEMBELAJARAN

(SAP)

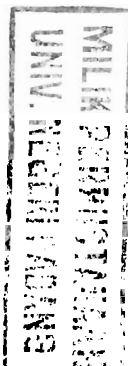
Nama Bahan Kajian : Analisis Instrumen 2
Program Studi : Kimia
Fakultas : MIPA Universitas Negeri Padang
Pertemuan ke- : 7
Dosen : Deski Beri, S.Si, M.Si., Hary Sanjaya, S.Si., M.Si.

Learning Outcomes (Capaian Pembelajaran) Mata Kuliah terkait KKNI :

Mahasiswa mampu memahami skema alat dan menguasai teknik EDXRF dan WDXRF sebagai teknik analisis elemental
Soft skills/Karakter: mahasiswa mampu mengapresiasi ilmu, memiliki kejujuran dan motivasi yang kuat untuk memahami subjek.

Materi :

1. Penjelasan Skema alat 2. Spektrometer EDXRF 3. Spektrometer WDXRF 4. Perbandingan metoda EDXRF dan WDXRF	C1 - C5
--	---------



Kegiatan Pembelajaran

Tahap Kegiatan	Kegiatan Dosen	Kegiatan Mahasiswa	Teknik Penilaian	Media
Pendahuluan	<ul style="list-style-type: none"> Menyampaikan aturan perkuliahan Menyampaikan Learning Outcomes (Capaian Pembelajaran) Mendiskusikan materi prasyarat 	<ul style="list-style-type: none"> Menyimak, membuat catatan, mendiskusikan materi prasyarat. Membentuk kelompok (4-5) 	<ul style="list-style-type: none"> Penilaian berkesinambungan dan terintegrasi Tes tertulis 	Power Point
Penyajian	<ul style="list-style-type: none"> Membuat rancangan bahan diskusi . Menjadi moderator dan sekaligus mengulas pada setiap akhir sesion diskusi mahasiswa. 	<ul style="list-style-type: none"> memilih bahan diskusi mepresentasikan paper dan mendiskusikan di kelas 		
Penutup	<ul style="list-style-type: none"> Mereview jalannya proses perkuliahan Mengambil kesimpulan bersama mahasiswa Memberikan tugas 	<ul style="list-style-type: none"> Ikut memberikan masukan tentang jalannya proses perkuliahan Mengambil kesimpulan bersama dosen Menerima bahan tugas 		

Rubrik Penilaian :

Rubrik deskriptif

Daftar Pustaka

1. Brouwer, P, (2010), *Theory of XRF: Getting Acquainted with the Principles*, PANanalytical, B.V., A.A., Almelo, The Netherland.
2. Kittel, (2000), *Solid State Physics*, John Wiley & Sons, New York
3. Laing, M, (2001), *An Introduction to the Scope, Potential and Applications of X-ray Analysis*, International Union of Crystallography by University College Cardiff Press, Wales, UK
4. Lipson, H, (2001), *The Study of Metals and Alloys by X-ray Powder Diffraction Methods*, International Union of Crystallography by University College Cardiff Press, Wales, UK
5. R.A. Levy: *Principles of Solid State Physics*, Academic Press

Lampiran – Lampiran:

1. Lecture Notes: power point
2. Lembar Kerja/ Hand Out
3. Selected Reading Material (buku; print out dan fotocopy)

SATUAN ACARA PEMBELAJARAN

(SAP)

Nama Bahan Kajian : Analisis Instrumen 2
Program Studi : Kimia
Fakultas : MIPA Universitas Negeri Padang
Pertemuan ke- : 8
Dosen : Deski Beri, S.Si, M.Si., Hary Sanjaya, S.Si., M.Si.

Learning Outcomes (Capaian Pembelajaran) Mata Kuliah terkait KKNI :

Mahasiswa memiliki keterampilan menguasai alat XRD dan XRF

Soft skills/Karakter: mahasiswa mampu mengapresiasi ilmu, memiliki kejujuran dan motivasi yang kuat untuk memahami subjek.

Materi :

1. Penjelasan Skema alat XRD dan teknik pengoperasiannya
2. Praktikum XRD dengan sampel bubuk
3. Praktikum XRF dengan sampel batuan alam dan sampel dari bahan laboratorium

C1 - C5

Kegiatan Pembelajaran

Tahap Kegiatan	Kegiatan Dosen	Kegiatan Mahasiswa	Teknik Penilaian	Media
Pendahuluan	<ul style="list-style-type: none"> Memberikan instruksi kerja dan memperagakan kemudian mengawasi 	<ul style="list-style-type: none"> Menyimak instruksi dan bekerja mandiri dan kelompok 	<ul style="list-style-type: none"> Penilaian berkesinambungan dan terintegrasi Tes tertulis 	Instrumen XRD dan XRF
Penyajian	Melakukan demonstrasi dan pengenalan peralatan dan proses pengambilan data dari instrumen	<ul style="list-style-type: none"> Memperhatikan dan berperan aktif dalam melakukan praktikum 		
Penutup	<ul style="list-style-type: none"> Menjelaskan interpretasi data yang telah diambil dari alat 	<ul style="list-style-type: none"> Bersama dosen membuat kesimpulan tentang jalannya praktikum 		

Rubrik Penilaian :

Rubrik deskriptif

Daftar Pustaka

1. Brouwer, P, (2010), *Theory of XRF: Getting Acquainted with the Principles*, PANanalytical, B.V., A.A., Almelo, The Netherland.
2. Kittel, (2000), *Solid State Physics*, John Wiley & Sons, New York
3. Laing, M, (2001), *An Introduction to the Scope, Potential and Applications of X-ray Analysis*, International Union of Crystallography by University College Cardiff Press, Wales, UK
4. Lipson, H, (2001), *The Study of Metals and Alloys by X-ray Powder Diffraction Methods*, International Union of Crystallography by University College Cardiff Press, Wales, UK
5. R.A. Levy: *Principles of Solid State Physics*, Academic Press

Lampiran – Lampiran:

1. Lecture Notes: power point
2. Lembar Kerja/ Hand Out
3. Selected Reading Material (buku; print out dan fotocopy)

SATUAN ACARA PEMBELAJARAN

(SAP)

Nama Bahan Kajian : Analisis Instrumen 2
Program Studi : Kimia
Fakultas : MIPA Universitas Negeri Padang
Pertemuan ke- : 9
Dosen : Deski Beri, S.Si, M.Si., Hary Sanjaya, S.Si., M.Si.

Learning Outcomes (Capaian Pembelajaran) Mata Kuliah terkait KKNI :

Mahasiswa mampu memahami dan menguasai tentang pengantar SEM dan TEM yang membahas tentang mikroskop cahaya dan elektron sebagai dasar untuk mempelajari instrumen SEM dan TEM

Soft skills/Karakter: Bekerja dengan teliti, jujur, terbuka dan menghargai pendapat orang lain.

Materi :

7. Macam-macam mikroskop
8. Mikroskop cahaya
9. Bagian-bagian mikroskop cahaya
10. Aplikasi mikroskop cahaya
11. Mikroskop elektron
12. Jenis-jenis mikroskop elektron

SATUAN ACARA PEMBELAJARAN

(SAP)

Nama Bahan Kajian : Analisis Instrumen 2
Program Studi : Kimia
Fakultas : MIPA Universitas Negeri Padang
Pertemuan ke- : 10
Dosen : Deski Beri, S.Si, M.Si., Hary Sanjaya, S.Si., M.Si.

Learning Outcomes (Capaian Pembelajaran) Mata Kuliah terkait KKNI :

Mahasiswa mampu memahami dan menguasai materi tentang instrumen SEM
Soft skills/Karakter: Bekerja dengan teliti, jujur, terbuka dan menghargai pendapat orang lain.

Materi :

1. Sejarah SEM
2. Perbandingan SEM dengan Mikroskop cahaya
3. Bagian-bagian dan prinsip kerja SEM
4. SEM-EDS
5. Aplikasi SEM
6. Preparasi sampel SEM

SATUAN ACARA PEMBELAJARAN

(SAP)

Nama Bahan Kajian : Analisis Instrumen 2
Program Studi : Kimia
Fakultas : MIPA Universitas Negeri Padang
Pertemuan ke- : 11
Dosen : Deski Beri, S.Si, M.Si., Hary Sanjaya, S.Si., M.Si.

Learning Outcomes (Capaian Pembelajaran) Mata Kuliah terkait KKNI :

Mahasiswa mampu memahami dan menguasai materi tentang instrumen TEM
Soft skills/Karakter: Bekerja dengan teliti, jujur, terbuka dan menghargai pendapat orang lain.

Materi :

1. Pengertian TEM
2. Perbedaan TEM dengan SEM
3. Bagian-bagian dan prinsip kerja TEM
4. Kelebihan dan kekurangan TEM
5. Preparasi sampel TEM

SATUAN ACARA PEMBELAJARAN

(SAP)

Nama Bahan Kajian : Analisis Instrumen 2
Program Studi : Kimia
Fakultas : MIPA Universitas Negeri Padang
Pertemuan ke- : 12
Dosen : Deski Beri, S.Si, M.Si., Hary Sanjaya, S.Si., M.Si.

Learning Outcomes (Capaian Pembelajaran) Mata Kuliah terkait KKNi :

Mahasiswa mampu memahami dan menguasai materi Analisis Thermal
Soft skills/Karakter: Bekerja dengan teliti, jujur, terbuka dan menghargai pendapat orang lain.

Materi :

1. Pengertian Analisis Thermal
2. Macam-macam analisis thermal
3. Aplikasi analisis thermal

SATUAN ACARA PEMBELAJARAN

(SAP)

Nama Bahan Kajian : Analisis Instrumen 2
Program Studi : Kimia
Fakultas : MIPA Universitas Negeri Padang
Pertemuan ke- : 13
Dosen : Deski Beri, S.Si, M.Si., Hary Sanjaya, S.Si., M.Si.

Learning Outcomes (Capaian Pembelajaran) Mata Kuliah terkait KKNI

Mahasiswa mampu memahami dan menguasai materi TGA
Soft skills/Karakter: Bekerja dengan teliti, jujur, terbuka dan menghargai pendapat orang lain.

Materi :

1. Pengertian dan prinsip dasar TGA
2. Skema alat TGA dan fungsi masing-masingnya
3. Aplikasi TGA
4. Cara penggunaan alat TGA

SATUAN ACARA PEMBELAJARAN

(SAP)

Nama Bahan Kajian : Analisis Instrumen 2
Program Studi : Kimia
Fakultas : MIPA Universitas Negeri Padang
Pertemuan ke- : 14
Dosen : Deski Beri, S.Si, M.Si., Hary Sanjaya, S.Si., M.Si.

Learning Outcomes (Capaian Pembelajaran) Mata Kuliah terkait KKNI :

Mahasiswa mampu memahami dan menguasai materi DTA
Soft skills/Karakter: Bekerja dengan teliti, jujur, terbuka dan menghargai pendapat orang lain.

Materi :

1. Pengertian dan prinsip dasar DTA
2. Skema alat DTA dan fungsi masing-masingnya
3. Aplikasi DTA
4. Cara penggunaan alat DTA

SATUAN ACARA PEMBELAJARAN

(SAP)

Nama Bahan Kajian : Analisis Instrumen 2
Program Studi : Kimia
Fakultas : MIPA Universitas Negeri Padang
Pertemuan ke- : 15
Dosen : Deski Beri, S.Si, M.Si., Hary Sanjaya, S.Si., M.Si.

Learning Outcomes (Capaian Pembelajaran) Mata Kuliah terkait KKNi

Mahasiswa mampu memahami dan menguasai materi DSC

Soft skills/Karakter: Bekerja dengan teliti, jujur, terbuka dan menghargai pendapat orang lain.

Materi :

1. Pengertian dan prinsip dasar DSC
2. Jenis-jenis DSC
3. Skema alat DSC dan fungsi masing-masingnya
4. Aplikasi DSC

SATUAN ACARA PEMBELAJARAN

(SAP)

Nama Bahan Kajian : Analisis Instrumen 2
Program Studi : Kimia
Fakultas : MIPA Universitas Negeri Padang
Pertemuan ke- : 16
Dosen : Deski Beri, S.Si, M.Si., Hary Sanjaya, S.Si., M.Si.

Learning Outcomes (Capaian Pembelajaran) Mata Kuliah terkait KKNI :

Mahasiswa mampu memahami dan menguasai serta mempraktikkan analisa material dengan SEM
Soft skills/Karakter: Bekerja dengan teliti, jujur, terbuka dan menghargai pendapat orang lain.

Materi :

Analisa morfologi oksida logam dengan menggunakan Instrumen SEM, Oksida logam yang akan di analisa adalah :

1. TiO_2
2. ZnO
3. SnO
4. CuO

RANCANGAN TUGAS

Nama Bahan Kajian : Pengetahuan Lanjut Tentang Instrumen Kimia $SKS = \frac{10}{108} \cdot 8 SKS$
Program Studi : Kimia
Fakultas : MIPA Universitas Negeri Padang
Dosen : Deski Beri, S.Si., M.Si., Hary Sanjaya, S.Si., M.Si

A. TUJUAN TUGAS:

Agar mahasiswa mampu menerapkan pengetahuan dan keterampilan baru untuk menyelesaikan persoalan nyata yang ditemukan dalam riset yang menggunakan instrumen XRD, XRF, SEM, TGA, DTA dan DSC
Agar mahasiswa dapat melakukan interpretasi dan analisis terhadap hasil instrumen XRD, XRF, TGA, DTA dan DSC

B. URAIAN TUGAS:

a. Obyek Garapan :

1. Menguraikan tentang difraksi sinar-X dan pemakaiannya dalam analisis kimia
2. Menurunkan secara geometri persamaan difraksi Bragg dan mengelaborasi persamaan tersebut untuk analisis spektrum difraksi
3. Menggambar dan menganalisis kisi, basis dan struktur kristal serta dapat mengelaborasi dalam desain struktur model
4. Menggambar sistem dan kisi Bravais serta modelkan pola difraksi Scherer yang sesuai
5. Menguraikan tentang prinsip XRF dan spektrometer yang dipakai untuk analisis senyawa
6. Menguraikan dan menggambarkan pola sinar pada lensa optik
7. Menggambar skema alat SEM dan uraian singkat tentang peran komponen-komponennya
8. Menggambar menguraikan skema alat DTA dan TGA serta menjelaskan fungsinya

b. Metode/Cara Pengerjaan (acuan cara pengerjaan):

Tugas dikerjakan secara tertulis dan berkelompok

c. Deskripsi Luaran tugas yang dihasilkan:

Lembaran jawaban tugas diketik dengan tata tulis paper pada kerta A4, di jilid rapi, tidak mengandung bahan yang merupakan copy-paste dengan kelompok lainnya

C.KRITERIA/ TEKNIK PENILAIAN

1. Sistematika penulisan dan keruntutan narasi yang disampaikan
2. Kelengkapan jawaban
3. Kerapian
4. Kerjasama anggota kelompok

RUBRIK PENILAIAN

KRITERIA/TEKNIK PENILAIAN 1: Sistematika penulisan dan keruntutan narasi yang disampaikan

DIMENSI	Sangat Memuaskan	Memuaskan	Batas	Kurang Memuaskan	Di bawah standard	SKOR
Organisasi						
Isi						

KRITERIA/TEKNIK PENILAIAN 2: Kelengkapan jawaban

DIMENSI	Sangat Memuaskan	Memuaskan	Batas	Kurang Memuaskan	Di bawah standard	SKOR
Kuantitas tahap yang dikemukakan						
Kuantitas penjelasan yang dikemukakan						

KRITERIA/TEKNIK PENILAIAN 3: Kerapian

DIMENSI	Sangat Memuaskan	Memuaskan	Batas	Kurang Memuaskan	Di bawah standard	SKOR
Organisasi dan tata tulis						
Penjilidan						

KRITERIA/TEKNIK PENILAIAN 4: Kerjasama anggota kelompok

DIMENSI	Sangat Memuaskan	Memuaskan	Batas	Kurang Memuaskan	Di bawah standard	SKOR
Kontribusi anggota kelompok pada tugas						
Kerja sama anggota kelompok						

**BAHAN AJAR
(Hand Out)**

Nama Bahan Kajian : Pengantar Menuju Kimia Analitik
Program Studi : Kimia
Fakultas : MIPA Universitas Negeri Padang
Pertemuan ke- :
Dosen : Dr. Mawardi, M.Si

Learning Outcomes (Capaian Pembelajaran) Mata Kuliah terkait KKNI :

Mahasiswa mampu menerapkan bidang keahliannya dalam analisa kimia sederhana dan menguasai pengetahuan dan keterampilan yang dibutuhkan dalam analisa kimia
Soft skills/Karakter: Bekerja dengan teliti, jujur, terbuka dan menghargai pendapat orang lain.

Materi :

1. Peranan kimia analitik	(hal 3)-----1
2. Jenis analisa kuantitatif	(hal6: C-1 sd C-7)-----1
3. Bahan kimia, peralatan dan unit operasi Kimia Analitik	(hal 21: 2A sd 2J)-----2
4. Menggunakan Spreadsheets	(hal 55: 3A-----2
5. Perhitungan yang digunakan dalam Kimia Analitik	(hal 55: 3A dan hal 1: 4A-4C)-----1
6. Kesalahan dalam Kimia Analitik	(hal 90 dan 105-133)-----1
7. Sampling, Standarisasi dan kalibrasi	(hal 176)-----1
8. Larutan dalam air dan kesetimbangan kimia	(hal 228-279)-----1

TUGAS:

1. Menggambarkan tahap-tahap dalam suatu analisa kuantitatif menggunakan diagram aliar (Flow diagram)
2. Menghitung konsentrasi suatu larutan menggunakan Exel worksheet berdasarkan data yang diberikan
3. Menuliskan dalam bentuk tabel tentang nama dan kegunaan, minimal 10 peralatan gelas yang digunakan dala suatu pekerjaan analisa kimia.
4. Menggambarkan tahap-tahap dalam sampling suatu partikulat padat menggunakan diagram aliar (Flow diagram)

TEKNIK PENILAIAN

1. Penilaian berkesinambungan dan terintegrasi
2. Menjawab pertanyaan essay secara tertulis

RUBRIK PENILAIAN**TEKNIK PENILAIAN 1: Penilaian berkesinambungan dan terintegrasi**

DIMENSI	Sangat Memuaskan	Memuaskan	Batas	Kurang Memuaskan	Di bawah standard	SKOR
Organisasi presentasi						
Isi presentasi						
Kemampuan presentasi						
Pemahaman						
Kemampuan berbahasa dan berkomunikasi						
Penggunaan media visual						
Kontribusi dalam pembelajaran						
Kepemimpinan						
Kolaborasi						
Kehadiran						

TEKNIK PENILAIAN 2: Menjawab pertanyaan essay secara tertulis

DIMENSI	Sangat Memuaskan	Memuaskan	Batas	Kurang Memuaskan	Di bawah standard	SKOR
Kuantitas tahap yang dikemukakan						
Kuantitas penjelasan yang dikemukakan						

Kualitas ide yang dikemukakan					BAHAN AJAR (Modul Praktikum)				
-------------------------------	--	--	--	--	--	--	--	--	--

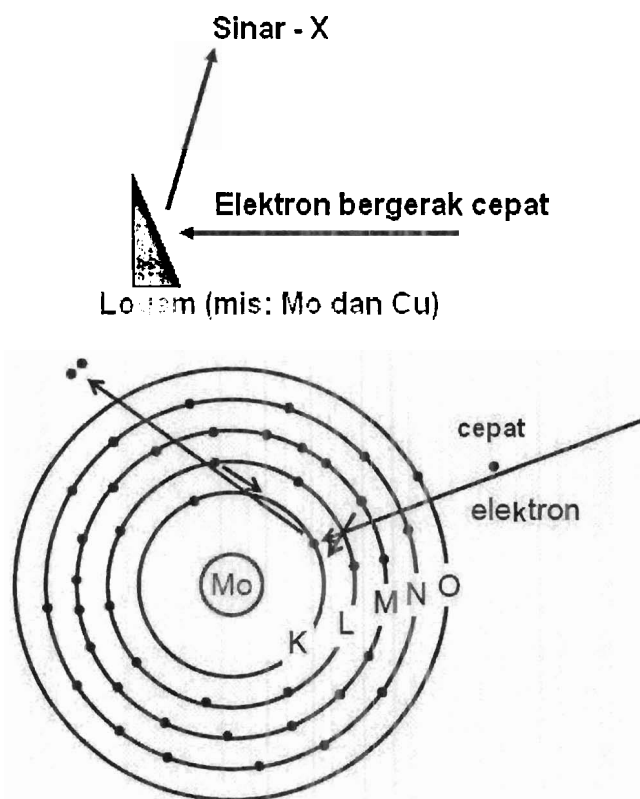
..... pada bahan kajian ini belum ada kegiatan praktikum

5. SOAL TES UTS DAN UAS

Pengantar terhadap Ruang Lingkup, Potensi dan Pemakaian Analisis Sinar-x

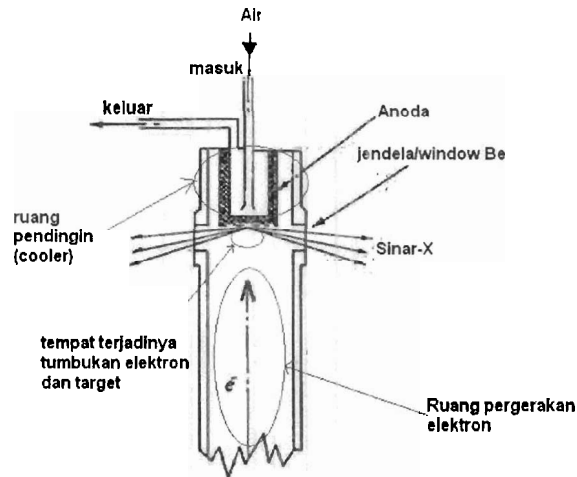
A. Sifat Sinar-X dan Teknik Membangkitkan/Menimbulkannya

Sinar-x merupakan gelombang elektromagnetik yang panjang gelombangnya berada pada 0,1-100 Å. Dihasilkan oleh elektron yang bergerak cepat menghantam target padat kemudian energi kinetiknya diubah menjadi radiasi.



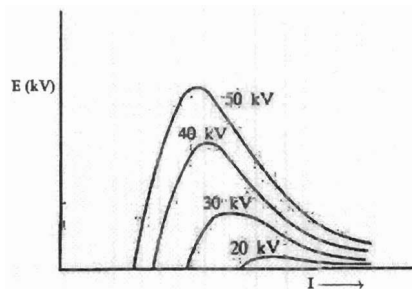
Gambar 1 skema pembentukan sinar-x

Dalam pemakaiannya: suatu tabung diberi tegangan sangat tinggi $\gg 10$ KeV dan dievakuasi sampai 0,001 mmHg. Arus listrik mengalir pada elektroda dan elektron yang dibawanya menghantam logam target. Peristiwa ini menimbulkan emisi sinar-x.



Gambar 2. Skema tabung sinar-x dan bagian-bagiannya

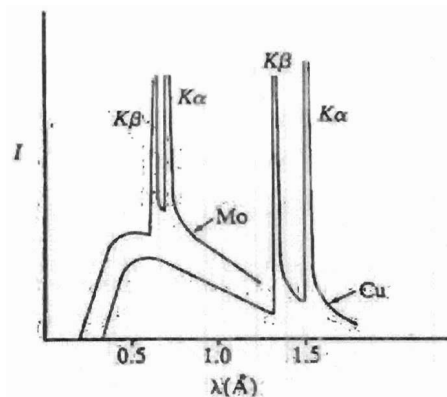
Emisi sinar-x yang dipancarkan sangat sebanding dengan energi listrik yang diberikan, semakin besar energi yang diberikan maka semakin besar intensitas sinar-x yang dibangkitkan.



Gambar 3. Semakin besar energi listrik yang diberikan semakin tinggi intensitas sinar-x yang dihasilkan

Kurva yang dihasilkan sangat karakteristik seperti kurva radiasi benda hitam. Kurva pada gambar 3. Karakteristik untuk logam target wolfram (W), apabila logam target kita ganti dengan Molibdenum (Mo) atau Tembaga (Cu), akan di amati puncak yang tajam di atas puncak mulus yang terdapat di bawahnya (Gambar 4). Puncak tajam ini yang disebut sebagai garis penciri (*characteristics lines*) dan radiasi sinar-x pada puncak ini disebut sebagai radiasi penciri. Garis tajam ini terjadi karena elektron pada kulit K dari atom itu dilemparkan dan kemudian elektron dari kulit L mengisi kekosongan elektron pada kulit K. Energi yang dipancarkan pada proses ini disebut sebagai energi $K\alpha$ dan $K\beta$. Apabila beberapa logam dijadikan sebagai target maka setiap logam akan

memancarkan sinar karakteristik masing-masingnya. Dan ini menjadi dasar bagi spektroskopi sinar-x.



Gambar 4. Spektrum sinar-x yang menampilkan sinar penciri untuk logam Mo dan Cu

Pemancaran sinar-x oleh target dan menjadi penciri dapat dilihat pada tabel 1.

Tabel 1. Material target dan konstanta yang menyertainya

	Cr	Fe	Cu	Mo
Z	24	26	29	42
$\alpha_1, \text{Å}$	2.2896	1.9360	1.5405	0.70926
$\alpha_2, \text{Å}$	2.2935	1.9399	1.5443	0.71354
$\bar{\alpha}, \text{Å}$	2.2909	1.9373	1.5418	0.71069
$\beta_1, \text{Å}$	2.0848	1.7565	1.3922	0.63225
β , filt.	V, 0.4 mil [†]	Mn, 0.4 mil	Ni, 0.6 mil	Nb, 3 mils
α , filt.	Ti	Cr	Co	Y
Resolusi, Å	1.15	0.95	0.75	0.35
Potensial kritis, kV	5.99	7.11	8.98	20.0
Kondisi kerja, kV:	30-40	35-45	35-45	50-55
penguatan penuh / setengah				
penuh, mA	10	10	20	20
konst. potensial, mA	7	7	14	14

* $\bar{\alpha}$ adalah intensitas rata-rata dari α_1 dan α_2 dan gambar ini dipakai apabila terdapat panjang gelombang yang kedua garisnya tidak saling berimpit
[†] 1 mil = 0.001 inch = 0.025 mm.

Sinar-x dapat diserap oleh padatan, dan fenomena absorpsinya dapat dijelaskan dengan persamaan sederhana.

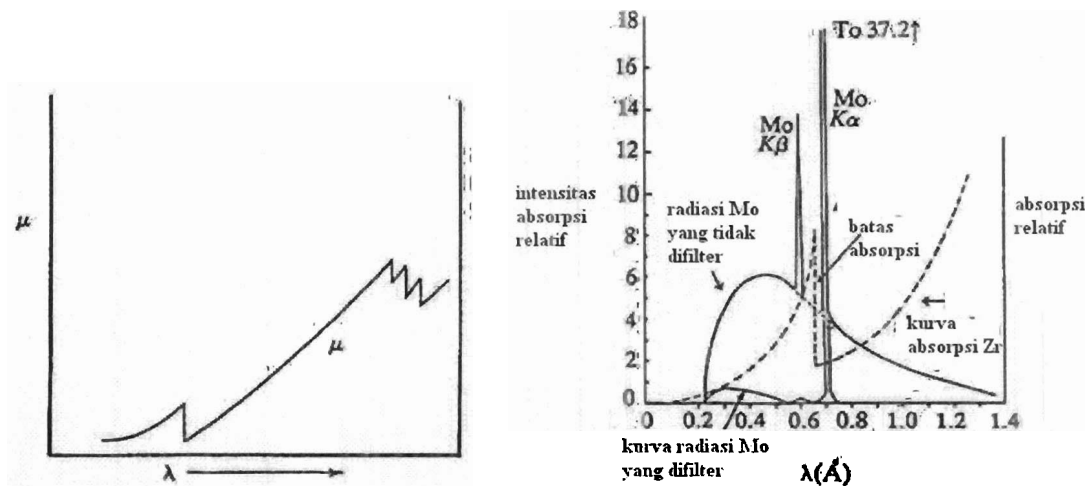
$$I = I_0 \exp(-\mu t)$$

1.1

Dengan μ merupakan koefisien absorptifitas yang nilainya sebanding dengan pertambahan nomor atom, dan t adalah jarak yang ditempuh oleh sinar-x.

Jika kita buat plot antara μ dengan panjang gelombang λ maka akan terdapat ketidak laziman yang ditandai dengan lompatan tajam. Lompatan tajam ini

disebut dengan batas absorpsi yang terjadi pada saat panjang gelombang sebanding dengan energi yang diperlukan untuk mendepak elektron keluar dari orbital atom yang melakukan absorpsi. Pada umumnya batas absorpsi K dari suatu unsur terletak sangat dekat dengan sisi panjang gelombang garis K beta dari unsur itu.



Gambar 5. (kiri) plot panjang gelombang dan koefisien absorptifitas yang menunjukkan puncak gergaji, (kanan) kurva absorpsi Mo dan Zr yang memperlihatkan terjadinya batas absorpsi pada pertengahan puncak K alfa dan K beta

Dalam contoh pada Gambar 5 ditunjukkan bahwa batas absorpsi dari atom Zr terletak diantara puncak K alfa dan K beta Molibdenum, sehingga atom molibdenum akan lebih menyerap pada panjang gelombang Kbeta Mo dibandingkan dengan panjang gelombang K alfa.

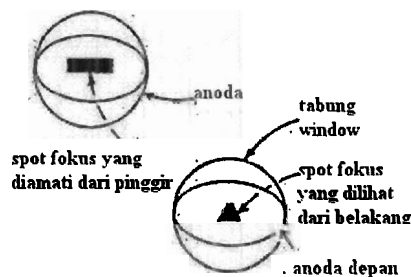
Dalam Gambar 5 juga diperlihatkan tentang fungsi pemberian filter. Filter merupakan cara yang paling mudah untuk memperoleh sinar-X yang hampir monokromatik . selain itu dapat juga dipakai monokromator. Monokromator digunakan untuk menghasilkan sinar yang lebih 'bersih' namun harganya dapat 1000 kali lebih mahal dibandingkan pemakaian filter. Jenis-jenis filter yang umum dipakai disajikan dalam tabel 2.

Tabel 2 Filter Beta untuk mengurangi rasio intensitas Kalfa/Kbeta

Material Target	filter β	Ketebalan mm	Ketebalan in.	g per cm ²	Per cent loss, $K\alpha_1$
Ag	Pd	0.092	0.0036	0.110	74
	Rh	0.092	0.0036	0.114	73
Mo	Zr	0.120	0.0047	0.078	71
Cu	Ni	0.023	0.0009	0.020	60
Ni	Co	0.020	0.0008	0.017	57
Co	Fe	0.019	0.0007	0.015	54
Fe	Mn	0.018	0.0007	0.013	53
	Mn ₂ O ₃	0.042	0.0017	0.019	59
	MnO ₂	0.042	0.0016	0.021	61
Cr	V	0.017	0.0007	0.010	51
	V ₂ O ₅	0.056	0.0022	0.019	64

Pembangkit yang umum digunakan sebagai sumber sinar-x disebut sebagai pembangkit komersial. Pada umumnya generator ini memiliki waktu hidup selama 5000 sampai 10000 jam, namun, penggunaan yang tidak tepat dapat mengurangi pemakaian. Dua jenis target yang paling umum digunakan sebagai pembangkit adalah tembaga dan molibdenum, tetapi dapat juga dipakai logam lain untuk kepentingan khusus. Sebagai contoh jika digunakan sampel logam yang posisinya berada pada posisi dua sampai lima disamping kiri tembaga dalam deret periodik. Penembakan sinar-x dari Cu $K\alpha$ akan menimbulkan floresensi sehingga akan menghitamkan plat foto. Untuk keperluan ini digunakan Co $K\alpha$ misalnya dalam menganalisis besi yang berfloresen dengan Cu $K\alpha$, akan memberikan hasil memuaskan dengan Co $K\alpha$.

Pembangkit sinar-x menggunakan catu daya sangat tinggi dan mahal, selain itu juga diperlukan pencacah Geiger untuk mengamati apabila ada radiasi yang bocor keluar. Jendela (window) yang dipakai pada sinar-x adalah berilium yang memiliki nomor atom 4 sehingga absorpsinya sangat rendah. Fokus yang digunakan pada window ada dua macam yaitu fokus garis yang dipakai untuk analisis bubuk dan fokus titik yang digunakan untuk mengamati kristal tunggal.

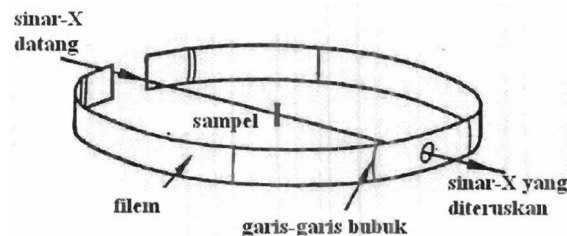


Gambar 6 Jendela yang dipakai pada alat sinar-x dengan dua jenis fokus yaitu fokus garis dan titik

Difraksi Sinar-X

Metoda Debye-Scherrer

Metoda yang paling mudah dalam difraksi Sinar-x adalah pemakaian kamera *Debye-Scherrer*. Kamera ini terdiri dari film melingkar yang sangat peka cahaya sehingga hasilnya berupa garis-garis melintang spektrum. Sampel memiliki diameter sekitar 0,3 mm yang secara akurat berada pada sumbu silinder dan harus dapat berotasi secara acak sehingga bubuknya tidak membentuk spot-spot Laue. Sampel dihaluskan sampai < 0,1 mm dan diisikan pada wadah yang terbuat dari kaca borosilikat. Cara lain juga dapat dibuat pasta dan direkat menggunakan balsam canadian.



Gambar 1 Film fotografi pada pengamatan pola difraksi sinar-X dengan metoda Debye-Scherrer

Berkas sinar-x yang dihasilkan oleh alat diarahkan melewati tabung logam dengan diameter sekitar 0.5 mm. Pemberian sinar cepat menggunakan lubang persegi 2 mm x 0,5 mm; di sekitar pusat lingkaran film sehingga membentuk lubang melingkar. Kisi harus sehalus mungkin supaya dapat diamati garis sudut Bragg sampai 85° .

Terdapat banyak jenis alat difraksi Debye-Scherrer yang tersedia dipasaran. Pada saat ini pemakaian lembar film diganti dengan menggunakan pencatat difraktometer. Namun, untuk melihat komposisi lengkap pola difraksi pemakaian fotografi tetap memiliki kelebihan dibandingkan dengan penggunaan difraktometer. Metoda fotografi yang banyak dipakai adalah kamera pemfokus Guinier. Metoda ini digunakan untuk keperluan khusus.

Pengukuran fotografi Debye-Scherrer

Bentuk rekaman garis pada plat fotografik mewakili nilai dari sudut Bragg yang paling mungkin θ_{hkl} yang memenuhi persamaan Bragg

$$\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta_{hkl}$$

2. 1

Dengan λ adalah panjang gelombang, d_{hkl} adalah jarak antar atom.



Gambar 2 garis pola rekaman difraksi pada pelat fotografi

Terdapat tiga metoda yang dapat digunakan untuk menganalisa pola difraksi sinar-X. yaitu (1) Metoda Bradley-Jay, yaitu bagian film yang dikenai dibatasi oleh sisi tajam yang merujuk pada sudut Bragg, θ_k sekitar 85° sudut ini harus benar-benar diketahui, dapat dicari dengan pemutaran kamera pada bidang spektrometer optik dan pemfokusan, sudut ϕ merupakan pemutaran pada bidang yaitu:

$$\theta_k = 90^\circ - \frac{1}{4} \phi \quad 2.2$$

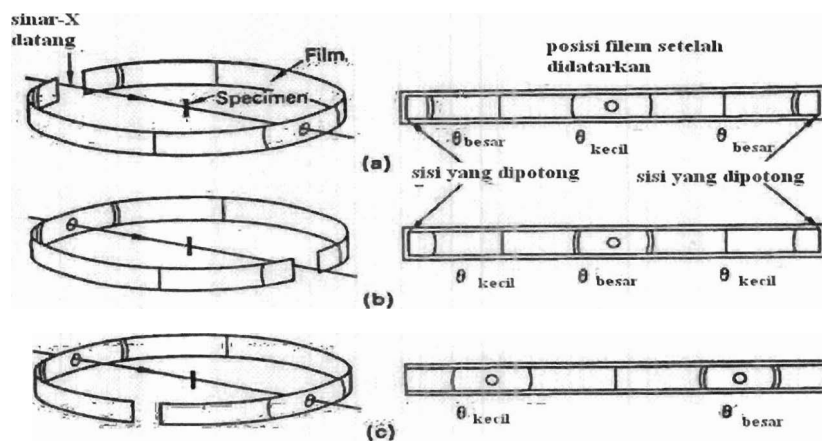
Untuk mencari sudut Bragg θ untuk pasangan garis, dapat ditentukan jarak S yaitu antara garis dan jarak S_k pada bayangan sisi tajam yaitu

$$\theta = \theta_k S / S_k \quad 2.3$$

Metoda kedua yaitu metoda Van Arkel, lebih baik dipakai pada sudut yang besar, metoda ini agak mirip dengan Bradley-Jay dan agak dipengaruhi oleh ketidak seragaman pada film.

$$\theta = 90^\circ - \psi S / S_k \quad 2.4$$

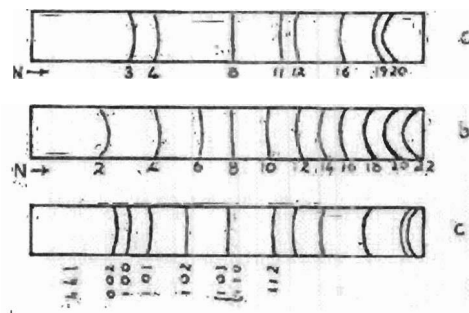
Dengan ψ adalah $\frac{1}{4}$ sudut yang dibagi oleh sisi tajam. Metoda ketiga yaitu metoda Straumanis memiliki keuntungan karena tidak memerlukan kalibrasi posisi film berada pada posisi $\theta = 0^\circ - 90^\circ$ untuk berbagai pasangan garis. Kalibrasi hanya diperlukan sekali untuk dua metoda yang lain, sedangkan metoda ini dapat langsung dipakai sebagai metoda pembanding. Dalam pemakaiannya metoda satu dan dua lebih umum digunakan sedangkan metoda ketiga sebagai pembanding.



Gambar 3. Tiga jenis metoda pemasangan film, (a) Bradley-Jay, (b) Van Arkel dan (c) Straumanis

Interpretasi dari Fotografi Bubuk

Pertama kita harus memiliki nilai θ untuk semua garis yang terdapat pada plat foto, dan apabila jumlahnya cukup banyak maka penyusunan kisi $hk/$ akan menimbulkan kesulitan. Untungnya, banyak dari struktur logam dan alloy yang sangat sederhana sehingga bentuk foto bubuknya dapat dikenal dengan cepat. Cara pertama adalah membiasakan diri dengan pola struktur yang paling umum yaitu kubus berpusat muka (fcc) kubus berpusat badan (bcc) dan heksagonal (hcp). Pemisahan garis pada posisi dan intensitas menjadi karakteristik dari setiap struktur dan skala dari pola yang ingin diamati yang memberikan dimensi dari sel satuan. Sehingga wajar jika terdapat banyak garis untuk sel satuan yang lebih besar.



Gambar 4. Pola difraksi bubuk dari (a) fcc, (b) bcc, dan (c) hcp

Struktur Kubus

Pada struktur kubik hanya satu nilai pada sel yang dipertimbangkan yang disebut dengan *parameter kisi*. Persamaan 2.1 dapat dinyatakan ulang sebagai:

$$\sin^2 \theta_{hkl} = \frac{\lambda^2}{4a^2} (h^2 + k^2 + l^2)$$

2.5

Dari nilai pengamatan θ , maka dapat dibuat tabel untuk harga $\sin^2 \theta_{hkl}$. Pada struktur kubus maka nilainya seharusnya merupakan perbandingan yang sederhana. Faktor tertinggi adalah $\frac{\lambda^2}{4a^2}$ sehingga nilai a dapat diturunkan.

Tidak semua nilai $h^2 + k^2 + l^2$ yang lebih umum kita sebut N yang mungkin memiliki interpretasi. Sebagai contoh, tidak mungkin terdapat tiga nilai yang kuadratnya bernilai 7, atau secara umum, $p^2(8q - 1)$ dimana p dan q adalah bilangan bulat. Maka nilai seperti 7, 15, 23, 28, 60 disebut sebagai nilai terlarang. Ketiadaan nilai ini sangat berguna untuk menguji kebenaran indeks bagi sel satuan yang besar.

Untuk nilai N yang kecil, nilai dari h , k dan l dengan mudah dapat diturunkan. Hanya $N=1$ merujuk pada 100, 2 pada 110 dan 3 pada 111. Untuk beberapa nilai N , lebih dari satu set indeks yaitu 9 untuk 300 dan 221. Intensitas garis bergantung kepada penataan atom dalam sel satuan, namun, selain itu juga bergantung kepada jumlah kemungkinan cara penggabungan kisi dan disebut sebagai faktor multiplisitas. Untuk struktur sederhana,

faktor ini sangat dominan. Sehingga 100 termasuk 010, 001,100,070,001; faktor multiplitas adalah 6, yang sebanding dengan enam muka kubus. Untuk N=14 (321) akan terdapat 48 penataan, dan 14 garis selalu lebih kuat dari garis 1, bahkan jika berkurang intensitas dengan nilai 0 diperbolehkan. Jika kisinya tidak primitif, beberapa nilai N tidak mungkin. Untuk kisi F (berpusat muka), kisinya harus ganjil semuanya atau semuanya genap; sehingga beberapa garis pertama adalah N=3 (111), 4 (200), 8 (220), 11(311), 12 (222), 16(400),.... Untuk kisi berpusat badan (I), N haruslah genap, sehingga garis yang mungkin adalah 2 (110), 4 (200), 6(211), 8(220),10(330),...

Untuk bcc, faktornya yang mungkin adalah $2\lambda^2/4a^2$ dan bukan $\lambda^2/4a^2$. Jika hasil yang keluar adalah 7 maka nilai sebenarnya adalah 14 (nilai 7 adalah terlarang) dan strukturnya adalah bcc.

Struktur Heksagonal dan Tetragonal

Pada struktur heksagonal dan tetragonal, terdapat variabel ekstra, perbandingan sumbu c/a, sehingga menginterpretasinya agak lumayan sulit. Pada struktur tetragonal persamaan 2.5 dimodifikasi menjadi:

$$\sin^2 \theta_{hkl} = \frac{\lambda^2}{4a^2} \left(h^2 + k^2 + \frac{a^2}{c^2} l^2 \right) \quad 2.6$$

Tidak terdapat aturan yang kaku yang dapat ditawarkan, tetapi nilai $\sin^2 \theta$ dapat digunakan sebagai petunjuk. Sebagai contoh apabila l=0, nilai dari $\sin^2 \theta$ perbandingannya adalah 1,2,4,5,... sebanding dengan kisi 100, 110, 200, 210,... jika kita temukan sejumlah nilai dalam perbandingan ini maka dapat kita asumsikan bahwa kisinya dapat diperlihatkan, dan kemudian kita harus mencari l dari garis yang tidak terbelah. Perbandingan 1:2 seharusnya diperoleh untuk struktur heksagonal dan tetragonal yang merujuk kepada sumbu heksagonal, persamaan 2.5 dimodifikasi menjadi:

$$\sin^2 \theta_{hkl} = \frac{\lambda^2}{4a^2} \left(h^2 + hk + \frac{a^2}{c^2} l^2 \right)$$

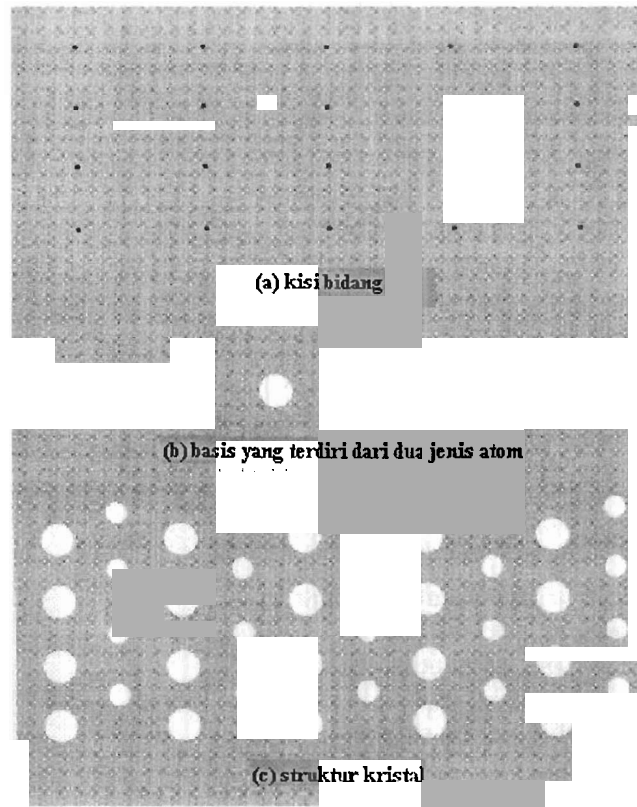
Dan faktor yang dominan adalah 1:3. Selanjutnya jika garis yang lebih sederhana dicatat dengan cara ini, maka teknik trial dan error harus dipakai.

Sistem-sistem dari simetri yang lebih rendah

Persamaan untuk sistem ortorombik, monoklin dan triklin jauh lebih rumit. Metoda yang umum dan berhubungan dengan simetri ini diolah dengan menggunakan program komputer. Tidak terdapat metoda baku yang terjamin untuk menjawab soal ini dengan akurasi sangat kuat. Cara yang paling aman untuk menemukan kisi kristal pada struktur ini dilakukan dengan menggunakan metoda kristal tunggal, dimensi sel ini dihitung dengan menggunakan nilai yang paling mungkin dari harga $\sin^2 \theta$.

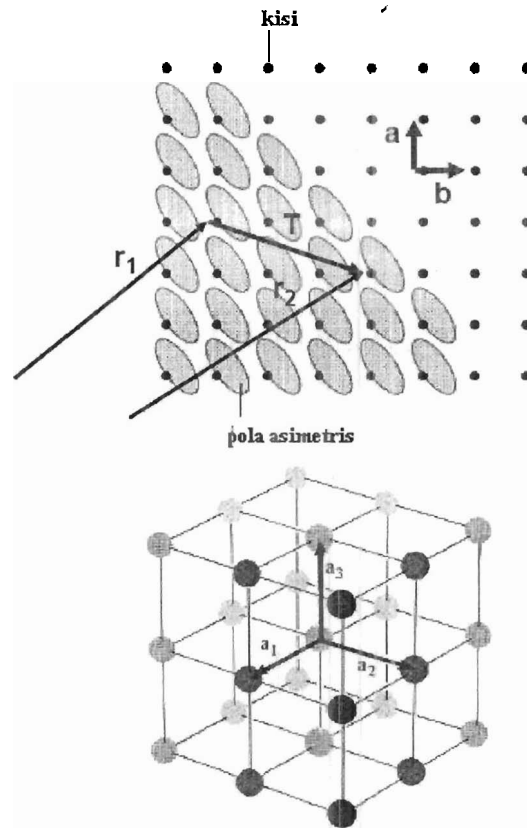
Struktur Kristal

Struktur Kristal



Gambar 1. Struktur kristal yang menunjukkan kisi dan basis

Kisi adalah susunan periodik dari titik-titik dalam ruang,
Basis berisikan sejumlah atom yang beraturan dalam ruang
Struktur kristal terjadi apabila basis atom dihubungkan oleh setiap kisi



Gambar 2 struktur kristal terjadi dari konfigurasi basis yang terhubung pada kisi

Suatu kisi kubus tiga dimensi merupakan contoh paling sederhana. Ketiga vektor dasar saling tegak lurus dan berpotongan dengan besar yang sebanding.

Suatu kisi merupakan susunan periodik teratur dari titik-titik dalam ruang. Struktur kristal hanya terbentuk apabila basis atom terhubung satu untuk setiap titik kisi (lattice point).

Semua titik yang ekuivalen pada kisi memiliki struktur yang sama sehingga memiliki potensial yang sama pula.

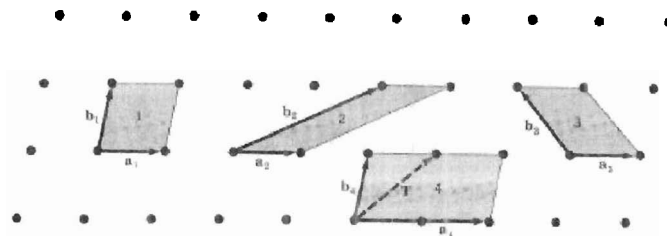
$$U(R) = U(R + T) \quad 3.1$$

Atom-atom disusun pada kisi yang diurai dalam tiga vektor translasi paling mendasar a, b, c .

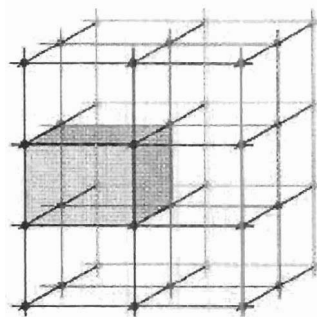
$$r_2 = r_1 + T = r_1 + n_1 a + n_2 b + n_3 c \quad 3.2$$

Dengan n_1, n_2 dan n_3 adalah bilangan bulat acak, vektor T menghubungkan dua titik kisi dan disebut sebagai operasi translasi kisi, sedangkan a, b, c disebut sumbu krista.

Sel Satuan



(a)



(b)

Gambar 3. (a) vektor kisi kristal a, b, c , (b) sel primitif NaCl

Kisi dan vektor translasi a, b, c disebut primitif apabila salah satu dari kedua titik r_1 dan r_2 susunan atom terlihat sama dan memenuhi persamaan 3.2 yang memenuhi pilihan bilangan bulat untuk n_1, n_2 dan n_3 . Basis dari kisi primitif mengandung atom yang lebih sedikit dari kisi non-primitif.

Paralelogram yang menghubungkan kisi primitif disebut sebagai sel primitif.

Paralelogram yang sama untuk 1, 2, dan 3 yang memiliki kesamaan luas disebut sel primitif. Volume unit sel dapat dinyatakan dengan

$$V = a \cdot (b \times c)$$

3. 3

Sistem dan Kisi Bravais

Tujuh sistem Bravais

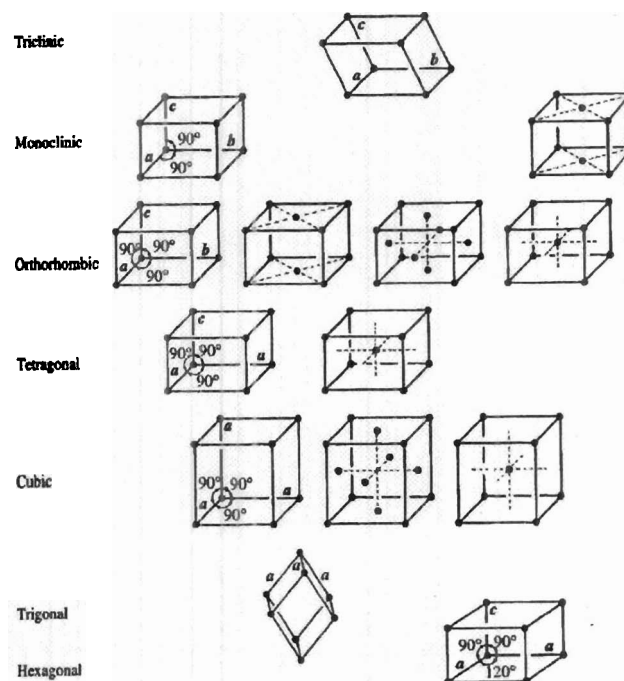
triclinic	$a \neq b \neq c \quad \alpha \neq \beta \neq \gamma$
monoclinic	$a \neq b \neq c \quad \alpha = \gamma = 90^\circ \quad \beta > 90^\circ$
orthorhombic	$a \neq b \neq c \quad \alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
tetragonal	$a = b \neq c \quad \alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ ($a_1 = a_2 \neq c$)
trigonal	$a = b \neq c \quad \alpha = \beta = 90^\circ \quad \gamma = 120^\circ$ ($a_1 = a_2 = a_3 \neq c$)
hexagonal	
cubic	$a = b = c \quad \alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ ($a_1 = a_2 = a_3$)

Instead of a trigonal crystal system it is possible to define a rhombohedral crystal system with $a' = b' = c'; \alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ$

Gambar 4. Sistem Bravais dan sudut kisi

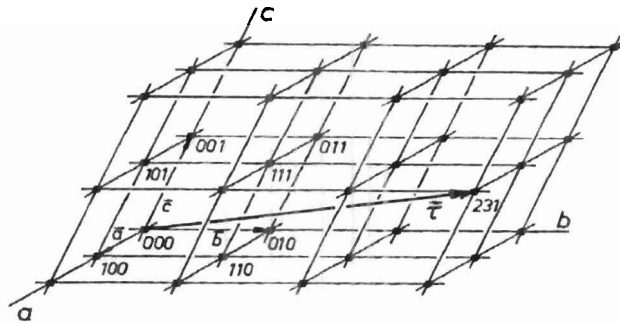
The seven
crystal systems
and
14 Bravais lattices

Auguste Bravais
(1811-1863)

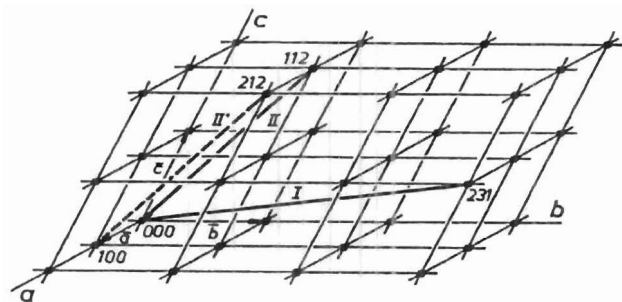


Gambar 5 Tujuh sistem Bravais dan 14 kisi yang ditemukan oleh Bravais

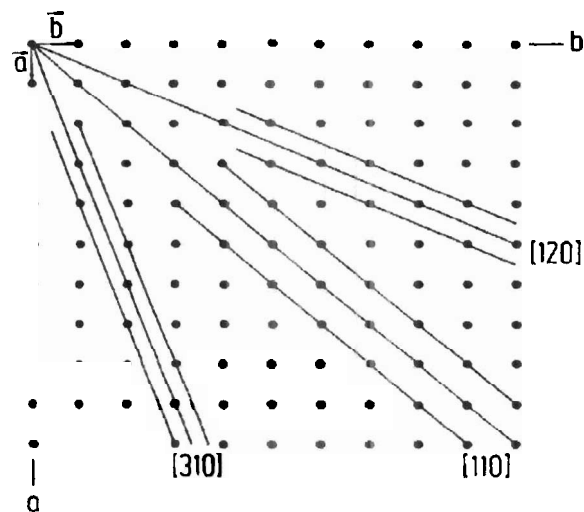
Titik kisi dan bidang kisi



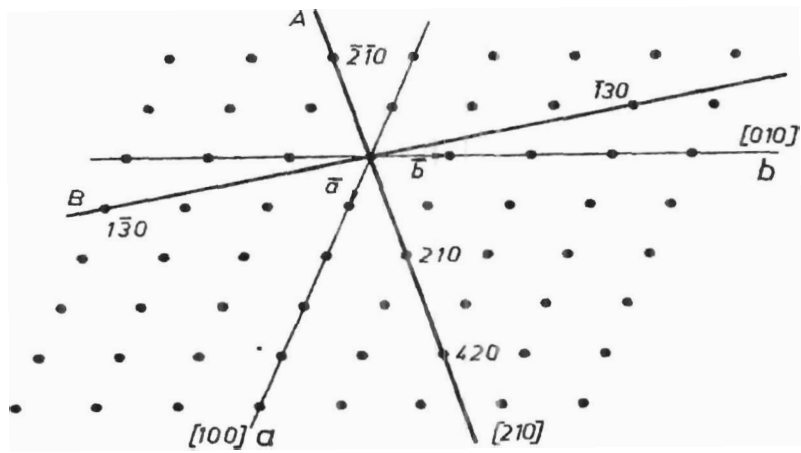
Gambar 6. Titik kisi (lattice point)



Gambar 7. Bidang kisi (lattice plane)



Gambar 8. Proyeksi kisi pada bidang a,b

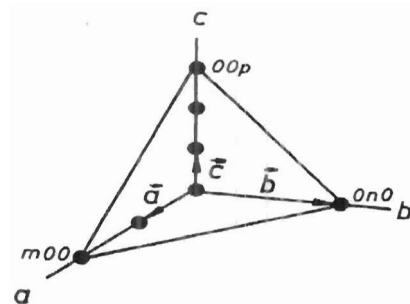


Gambar 9. Proyeksi kisi pada bidang a,b

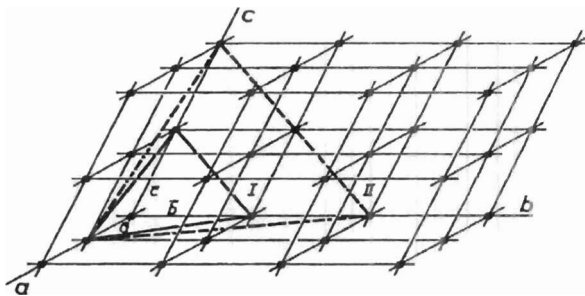
Lecture Note # 4

Struktur Kristal

Bidang kisi hkl

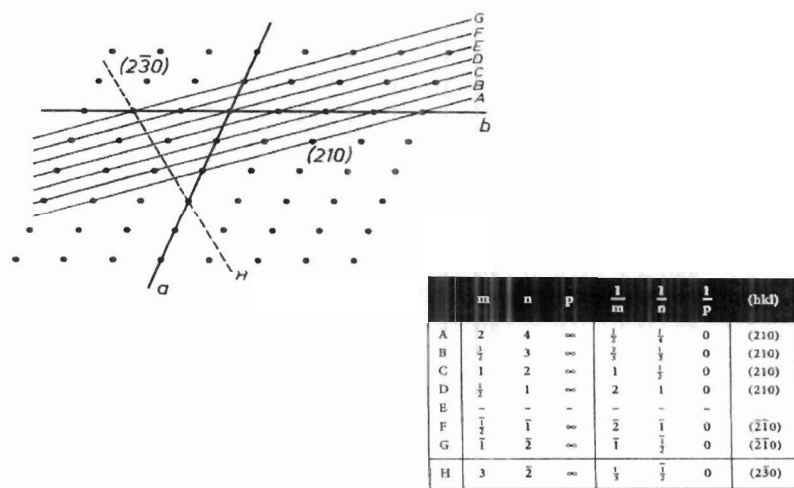


Gambar 1. Bidang kisi hkl dan vektornya

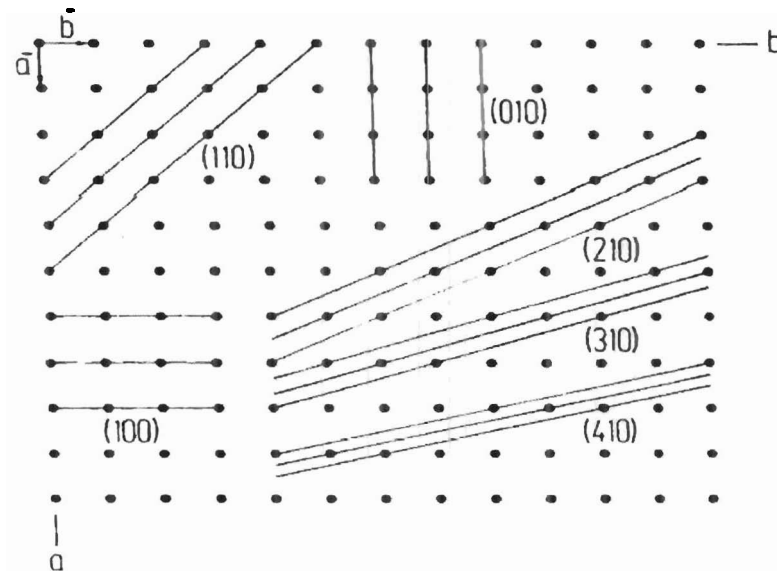


	m	n	p	$\frac{1}{m}$	$\frac{1}{n}$	$\frac{1}{p}$	(hkl)
I	1	1	1	1	1	1	(111)
II	1	2	2	1	$\frac{1}{2}$	$\frac{1}{2}$	(211)

Gambar 2. Bidang kisi hkl dan interpretasinya



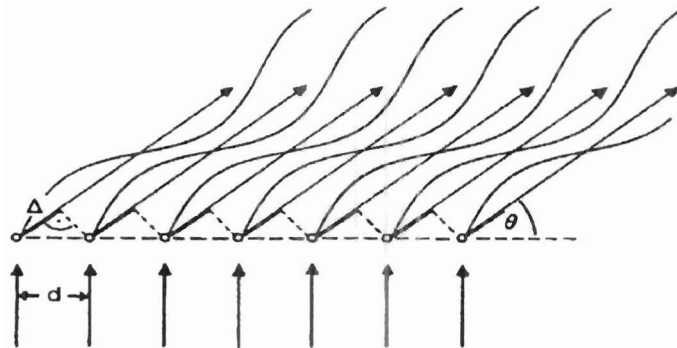
Gambar 3. Bidang kisi hkl dan interpretasinya



Gambar 4. Bidang kisi hkl dalam proyeksi kisi dua dimensi

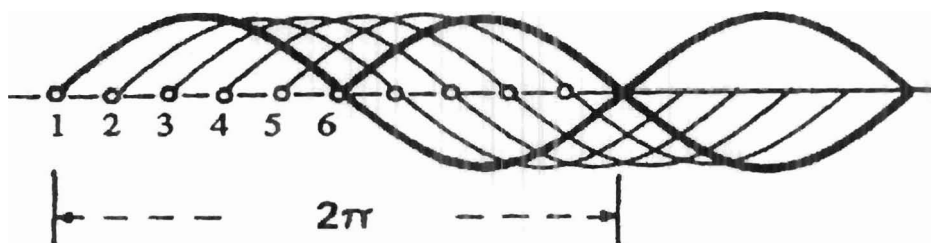
Retardasi Δ pada kisi

1 dimensi



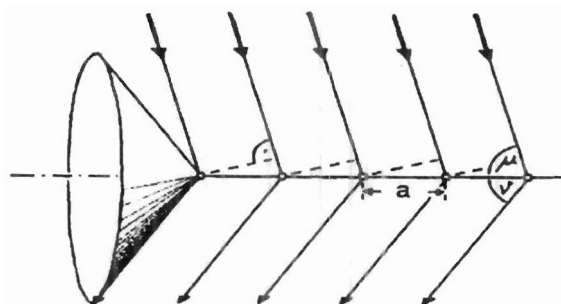
Gambar 5. Pola retardasi pada kisi satu dimensi

Interaksi gelombang cahaya



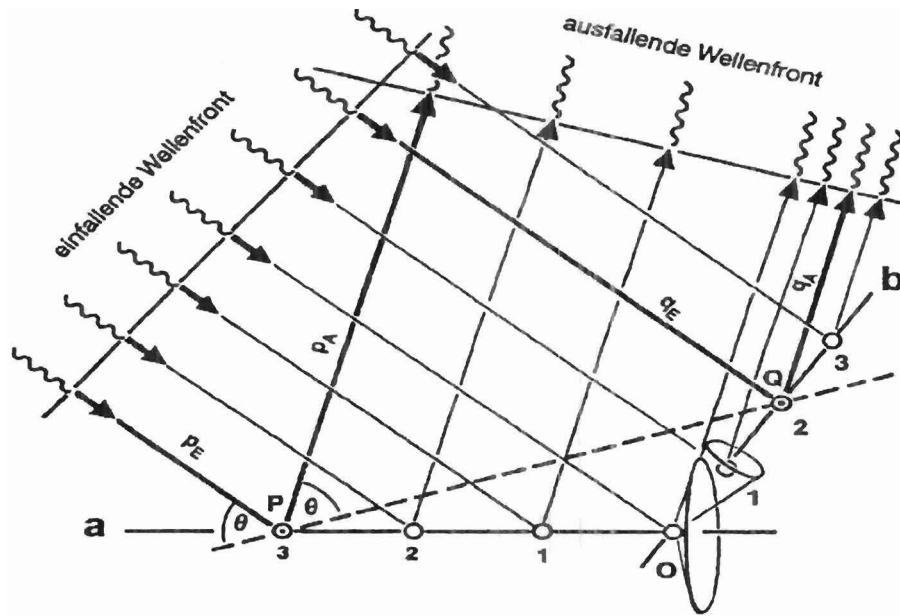
Gambar 6. Pola retardasi pada kisi sebagai pengaruh efek gelombang cahaya

Pemendaran cahaya



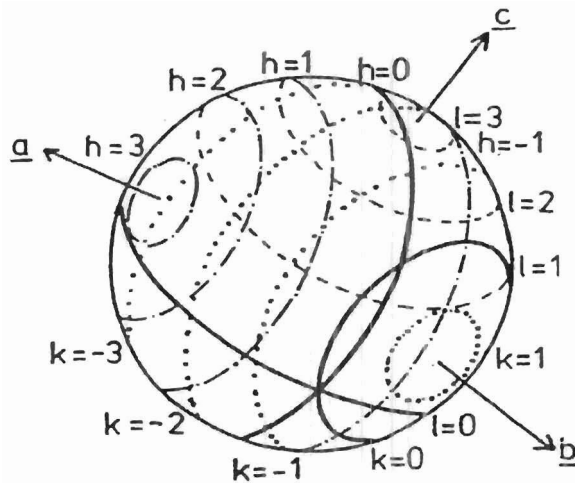
Gambar 7. Pola pemendaran cahaya oleh kisi kristal yang diamati sebagai interferensi

Penyempurnaan dari dua kondisi Laue



Gambar 8. Penyempurnaan kondisi Laue untuk mengamati pola pemendaran (skatering cahaya oleh kisi)

Laue Cones

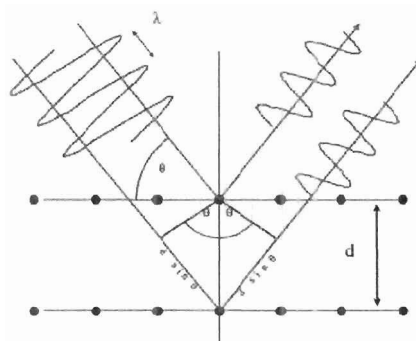


Gambar 9. Pola bola Laue untuk menggambarkan ruang vektor

Lecture Note #5

Difraksi Sinar-X (Sambungan)

Persamaan Bragg



$$2 d_{hkl} \sin\theta = n \lambda$$

Gambar 1. Persamaan Bragg dan penurunannya secara geometri

Membaca spektrum untuk atom Tembaga (Cu)

Tabel 1. Hasil difraksi atom tembaga dan nilai tetha dan hkl nya

2θ	I/I_1	θ	$\sin^2\theta$	Σ	$h k l$
43,35	10	21,675	0,13641	3	1 1 1
50,50	4	25,25	0,18196	4	2 0 0
74,20	2	37,10	0,36386	8	2 2 0
90,00	3	45,00	0,50000	11	3 1 1
95,25	1	47,625	0,54575	12	2 2 2
117,05	1	58,525	0,72738	16	4 0 0
136,50	2	68,25	0,86269	19	3 3 1 α_1
137,20	1	68,60	0,86686	19	3 3 1 α_2
144,70	2	72,35	0,90807	20	4 2 0 α_1
145,60	1	72,80	0,91256	20	4 2 0 α_2

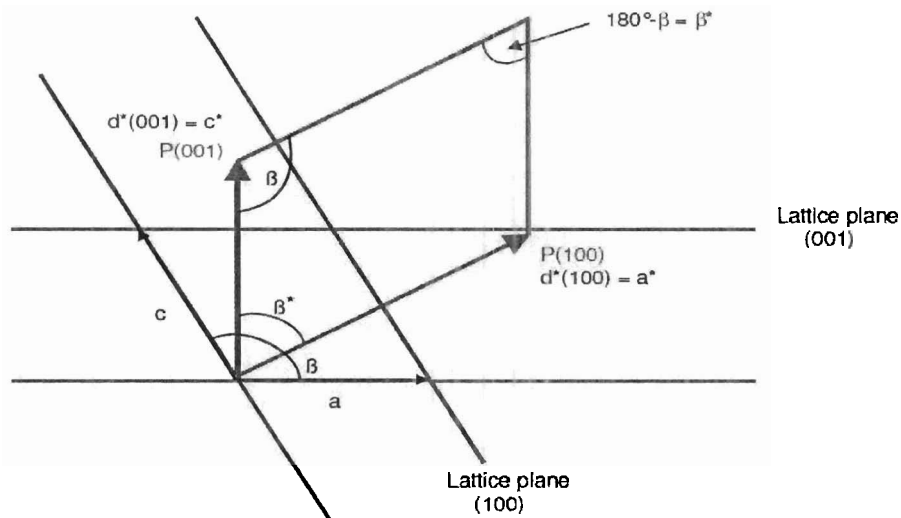
Tabel 2. Sudut theta dan kisi kristal untuk suatu atom

2θ	I/I_1	d_{hkl} (Å)	$\sin^2\theta$	Σ	$h k l$
12,61	10	7,02	0,01206	3	1 1 1
16,30	39	5,44	0,02010	5	2 1 0
17,78	20	4,96	0,02412	6	2 1 1
20,66	100	4,298	0,03216	8	2 2 0
21,93	47	4,053	0,03618	9	2 2 1
24,28	11	3,667	0,04422	11	3 1 1
27,45	54	3,250	0,05628	14	3 2 1
29,38	27	3,039	0,06432	16	4 0 0
30,31	19	2,950	0,06834	17	4 1 0
31,21	15	2,866	0,07236	18	4 1 1
32,09	36	2,789	0,07638	19	3 3 1
32,95	16	2,719	0,08040	20	4 2 0
33,78	12	2,654	0,08442	21	4 2 1
34,60	10	2,593	0,08844	22	3 3 2
36,19	7	2,482	0,09648	24	4 2 2
37,73	4	2,385	0,10452	26	4 3 1
38,47	9	2,340	0,10854	27	5 1 1
39,20	3	2,259	0,11656	29	4 3 2
40,64	7	2,220	0,12060	30	5 2 1
42,04	2	2,150	0,12864	32	4 4 0

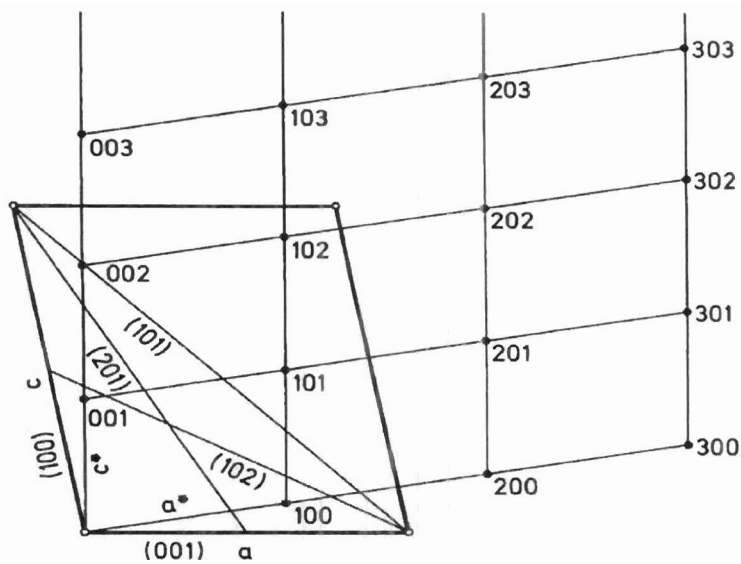
Tabel 3. Konsistensi harga $\sin^2\theta$, yang merujuk pada kisi

Zahl	$\sin^2\theta$ (1)	$\sin^2\theta$ (2)	$\sin^2\theta$ (3)
1	0,01206	0,02010	0,02412
2	0,00603	0,01005	0,01206
3	0,00402	0,00670	0,00804
4	0,00302	0,00503	0,00603
5	0,00241	0,00402	0,00482
6	0,00201	0,00335	0,00402

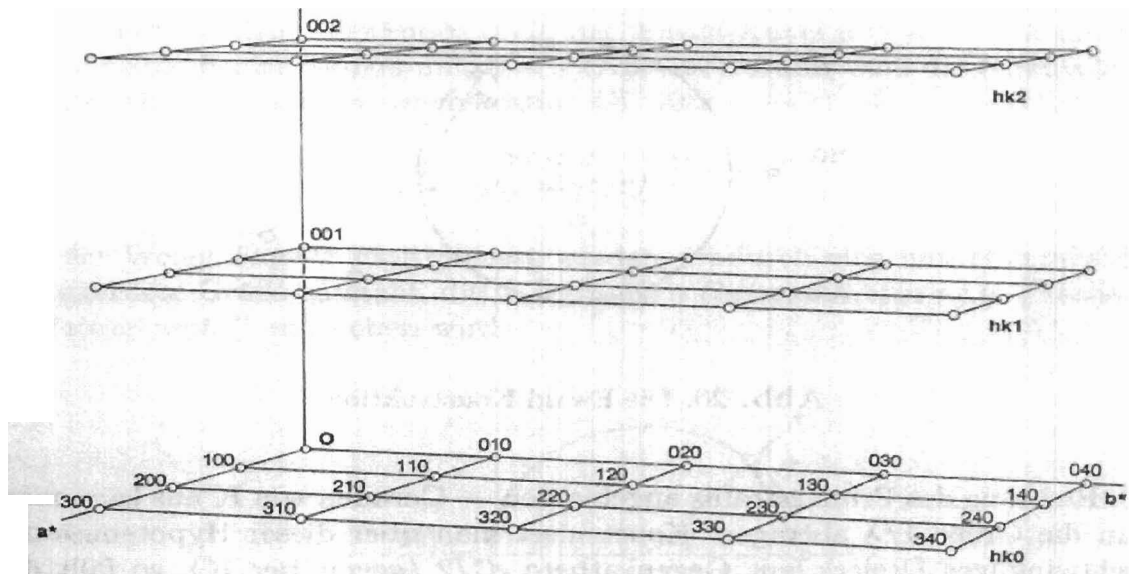
Kisi balik (reciprocal lattice) dan bidang balik (reciprocal plane)



Gambar 2. Perbandingan kisi balik dan kisi

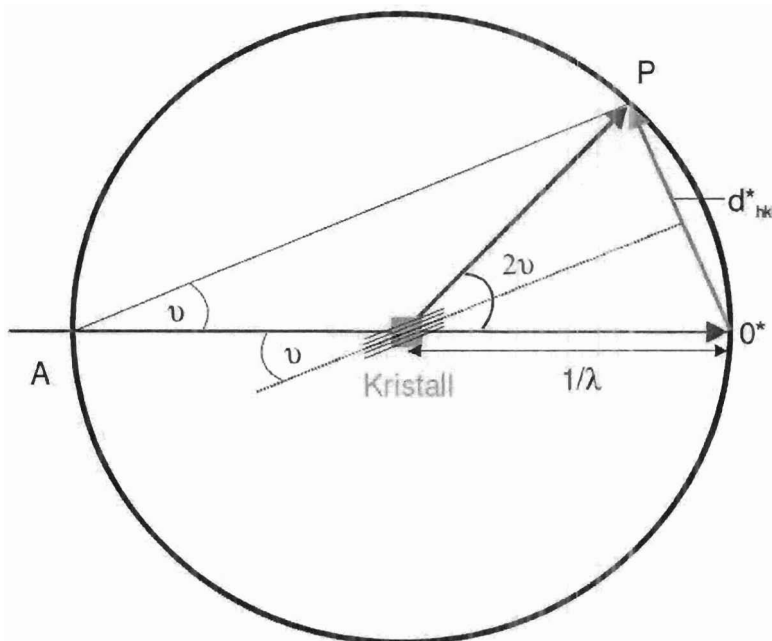


Gambar 3. Pembentukan bidang balik dari bidang kisi



Gambar 4. Konfigurasi ruang kisi balik

Ruang Ewald



Gambar 5. Pembentukan ruang Ewald dari kisi balik

Lecture Note #6

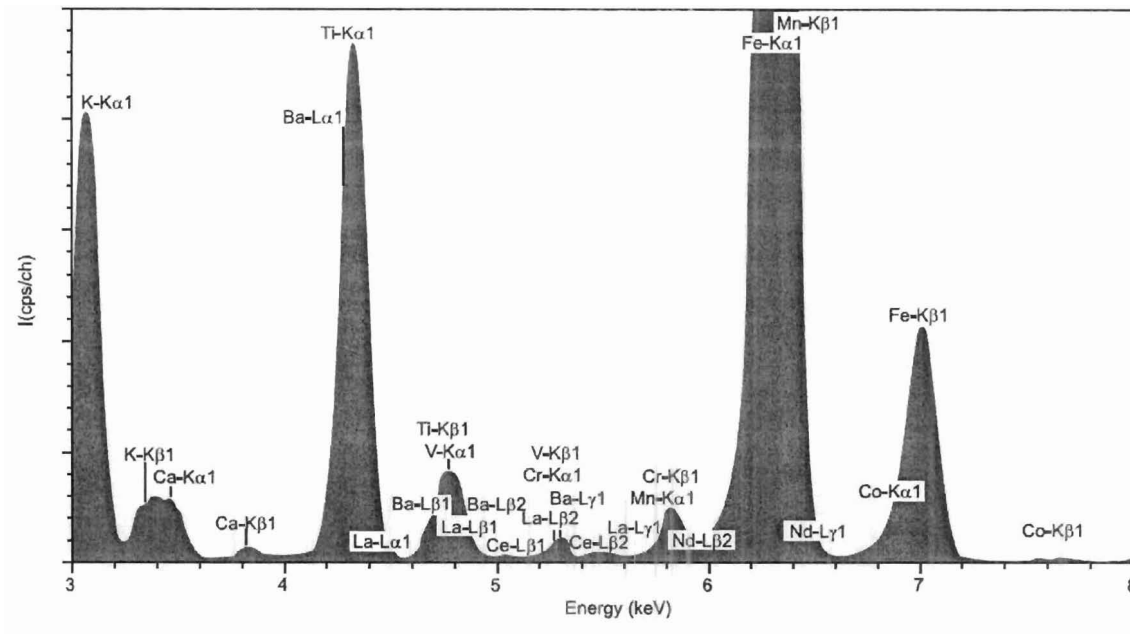
Floresensi Sinar-X

Pengertian

XRF merupakan metoda analisis untuk menentukan komposisi kimia dari semua jenis material. Material dapat berupa padat, cair, bubuk, atau dalam bentuk lain yang diinginkan.

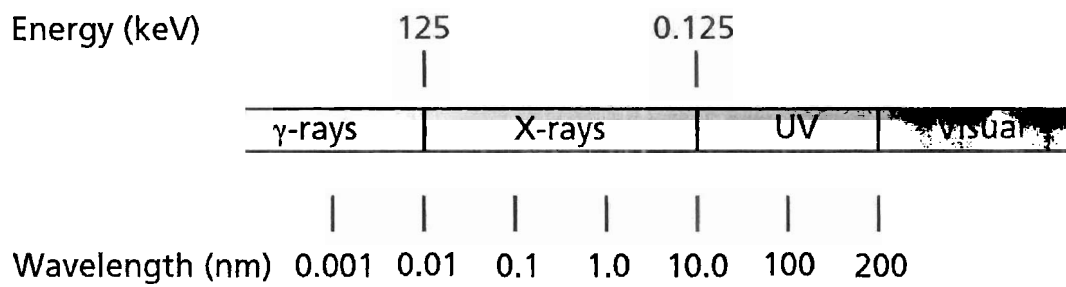
Metoda XRF sangat cepat, akurat dan tidak destruktif serta hanya memerlukan sampel yang sangat sedikit, (Brouwer 2010). Pemakaian peralatan ini sangat luas meliputi logam, semen, minyak bumi, polimer, plastik, dan industri makanan, pertambangan, mineralogi, geologi dan analisis air dan material sampah pada ilmu lingkungan. Xrf juga terpakai dalam riset analitik dan farmasi.

Sistem spektrometer dapat dibagi menjadi beberapa kelompok utama yaitu: sistem dispersi energi (EDXRF) dan sistem dispersi panjang gelombang (WDXRF). Unsur yang dapat dianalisa pada EDXRF mulai dari Na sampai U. Untuk WDXRF bahkan juga bisa pada unsur ringan seperti Be sampai ke unsur berat U. selang konsentrasi yang terukur sangat kecil mulai dari sub ppm sampai 100%. Secara umum unsur dengan nomor atom lebih banyak dapat lebih akurat dideteksi dibanding unsur yang lebih ringan, presisi sangat akurat dan tanpa diperlukan standar eksternal (pembantu).



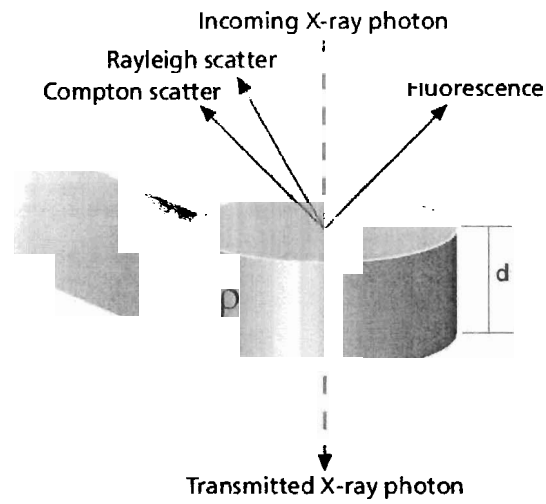
Gambar 1. Contoh hasil spektrum yang dihasilkan oleh alat XRF

Typical spektrum sinar-x

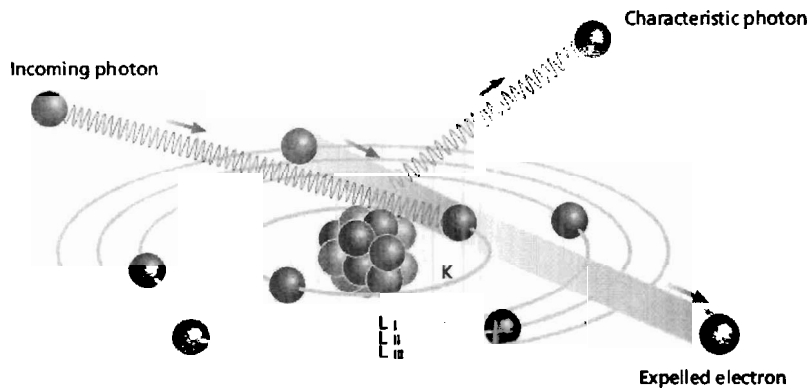


Gambar 2. Spektrum gelombang elektromagnetik

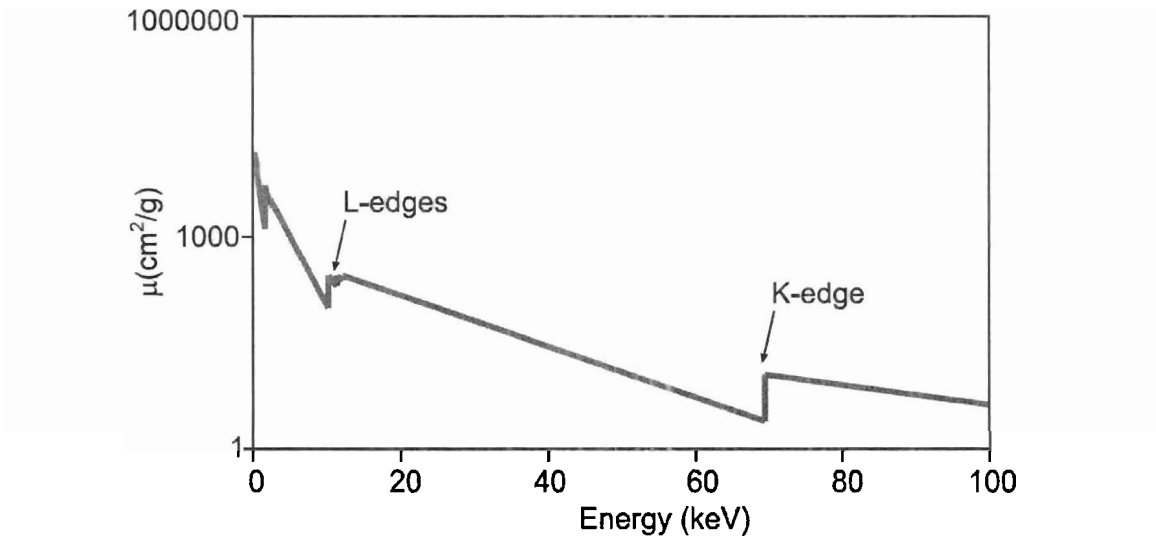
Interaksi materi dengan cahaya



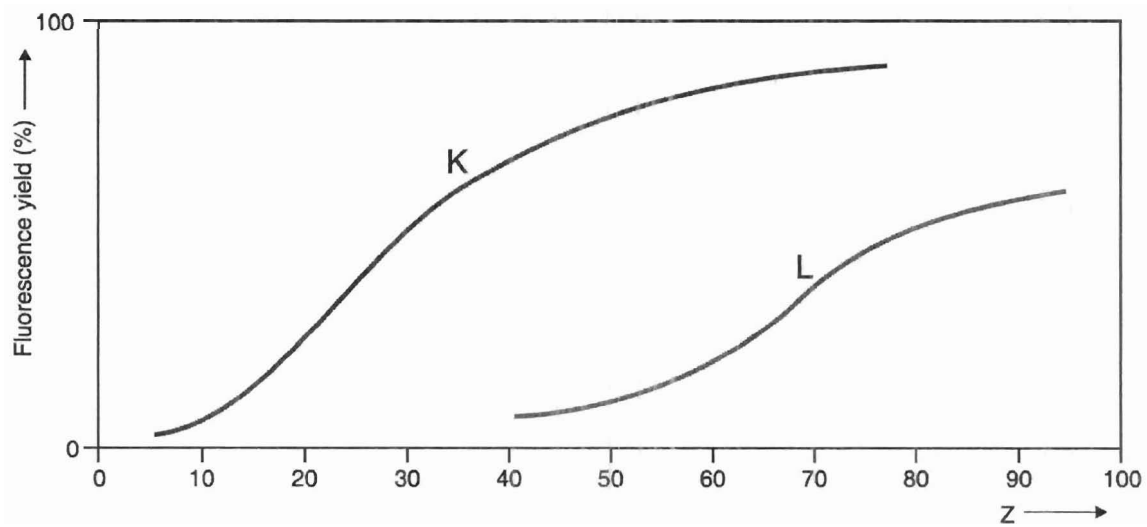
Gambar 3. Tipikal peristiwa yang mungkin terjadi hasil interaksi foton dengan materi



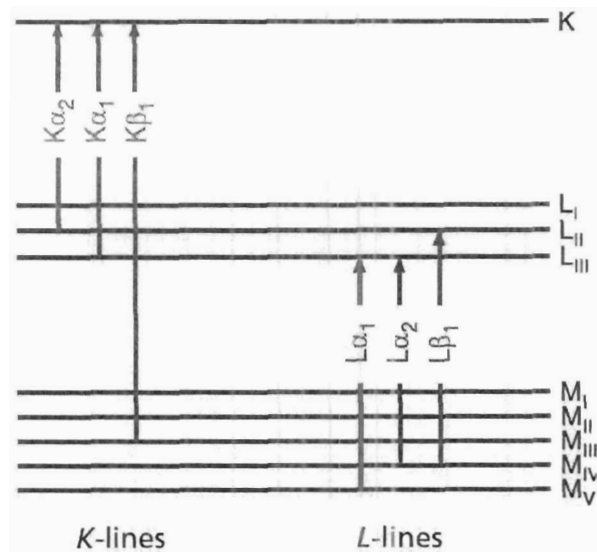
Gambar 4. Pembentukan radiasi penciri (karakteristik)



Gambar 5. Absorpsi kontra energi

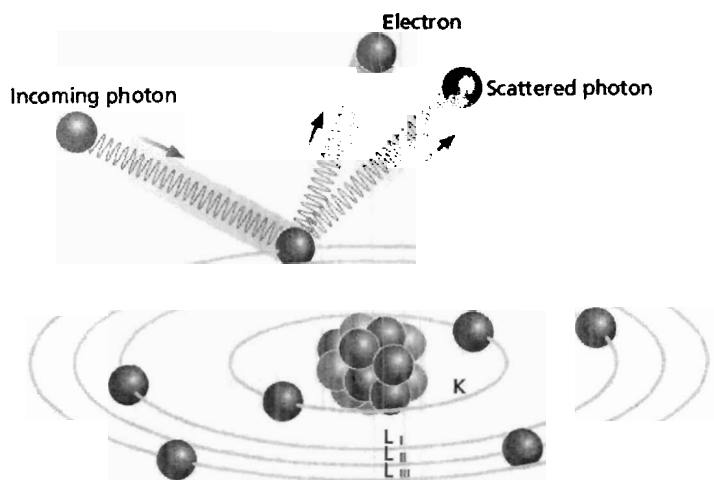


Gambar 6. Perolehan floresen dari kulit K dan L

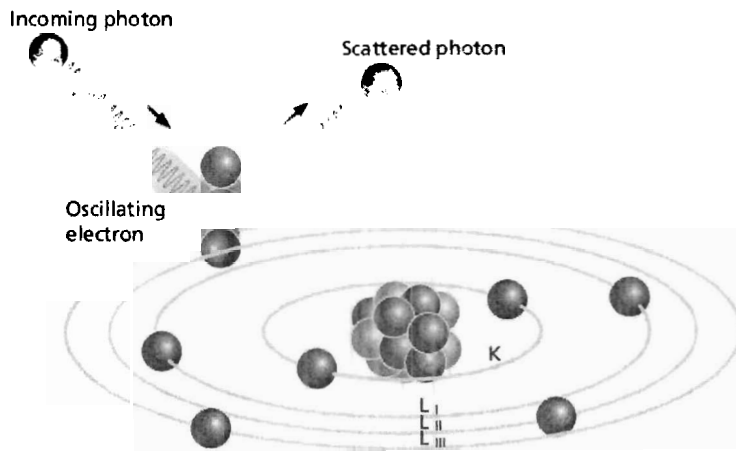


Gambar 7. Garis utama dan transisinya

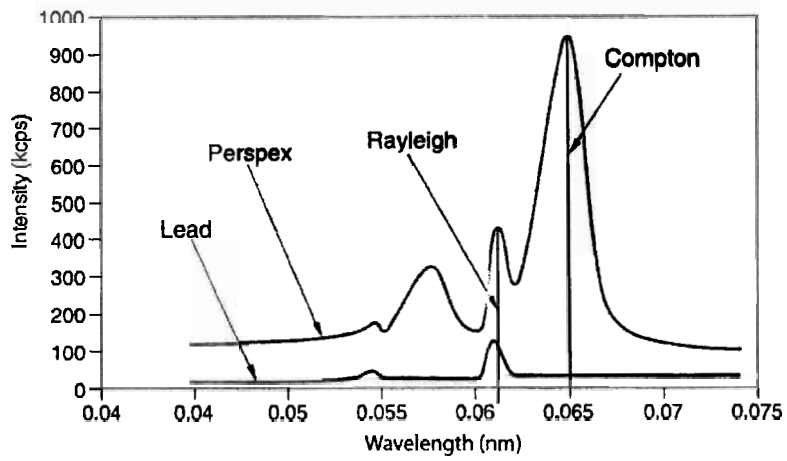
Skatering Cahaya



Gambar 8. Skatering Compton

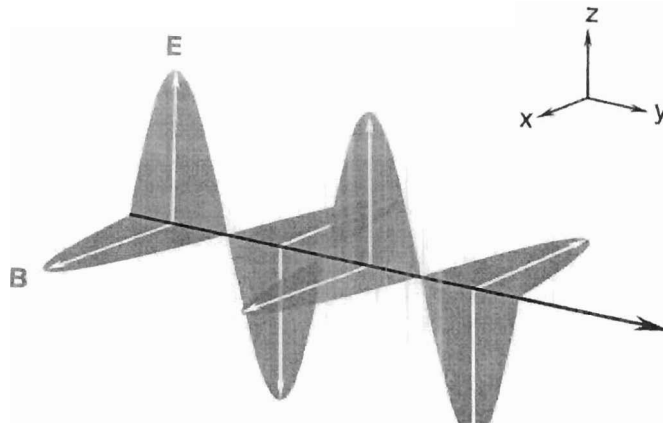


Gambar 9. Skatering Raleigh

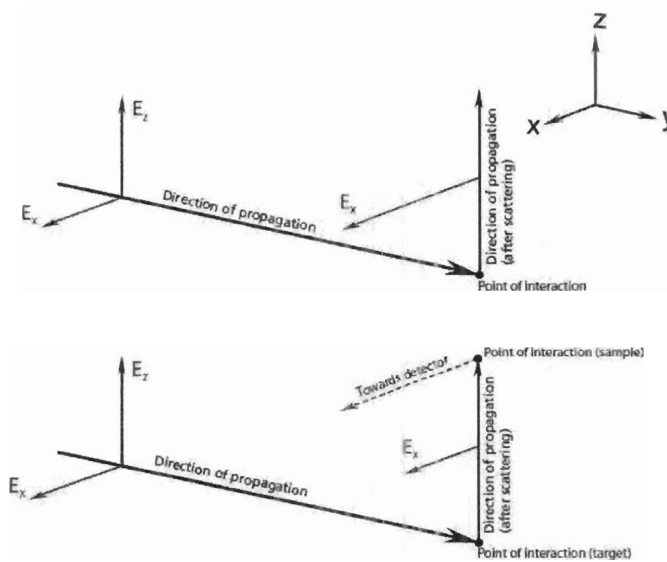


Gambar 10. Karakteristik skatering Rayleigh dan Compton untuk logam dengan nomor atom besar

Geometri



Gambar 11. Polarisasi sinar X

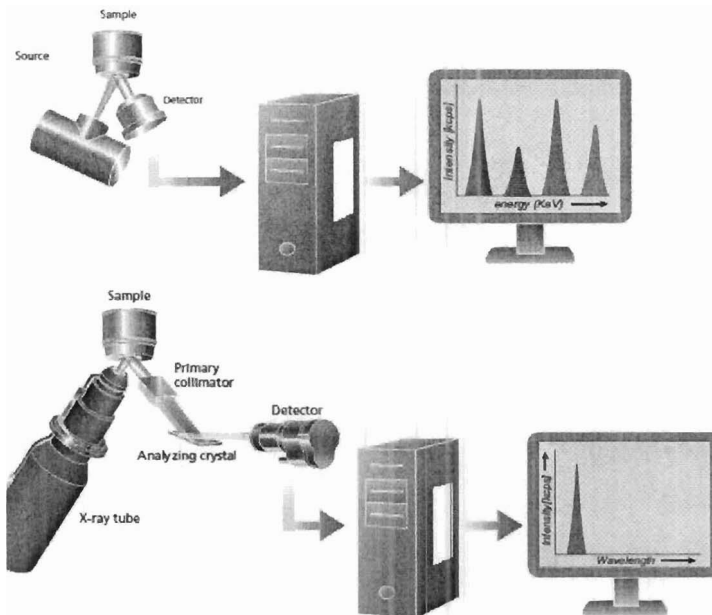


Gambar 12. Polarisasi sinar-x dan arah propagasi skatering yang terjadi

Lecture Note #7

Floresensi Sinar-X (sambungan)

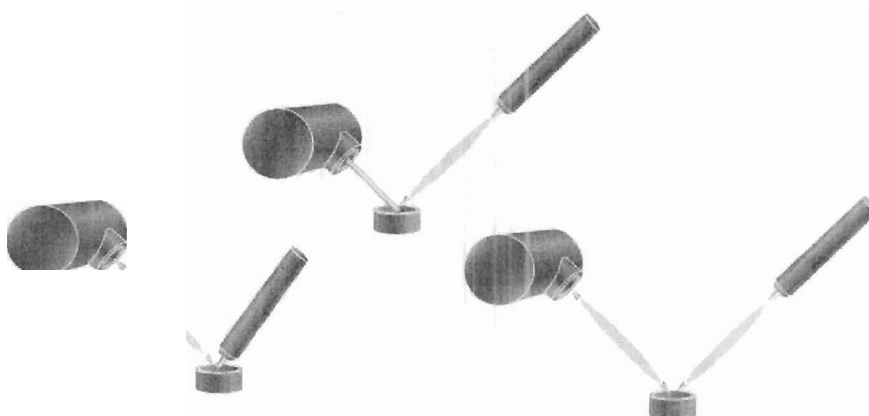
Peralatan



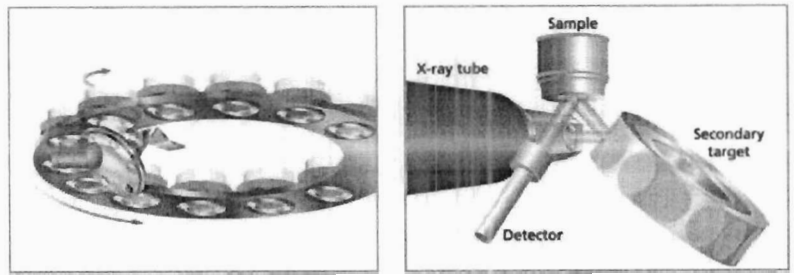
Gambar 1. Bagan susunan alat XRF

Spot kecil

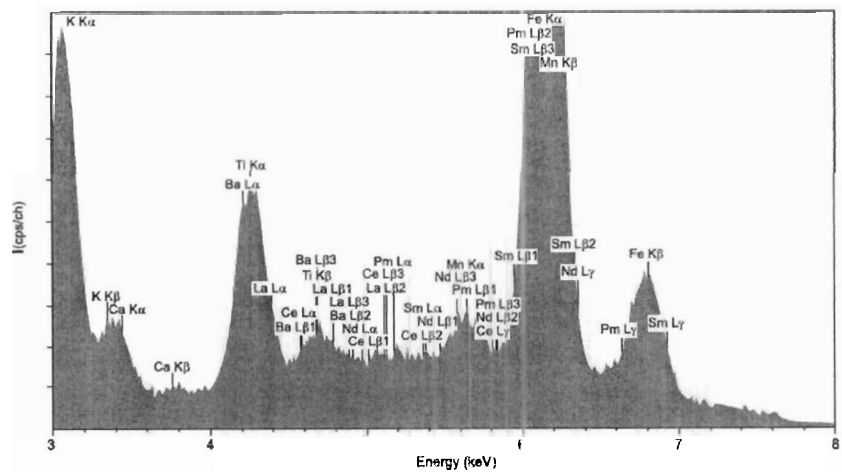
Spektrometer EDXRF



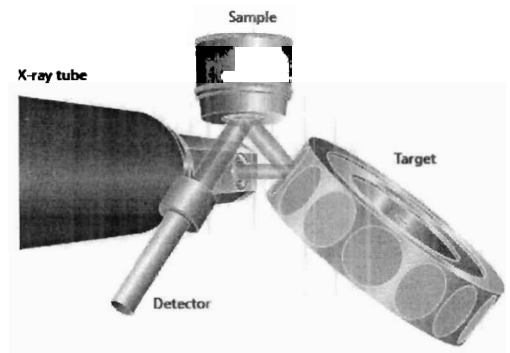
Gambar 2. Jalur optik XRF dengan pemakaian lensa



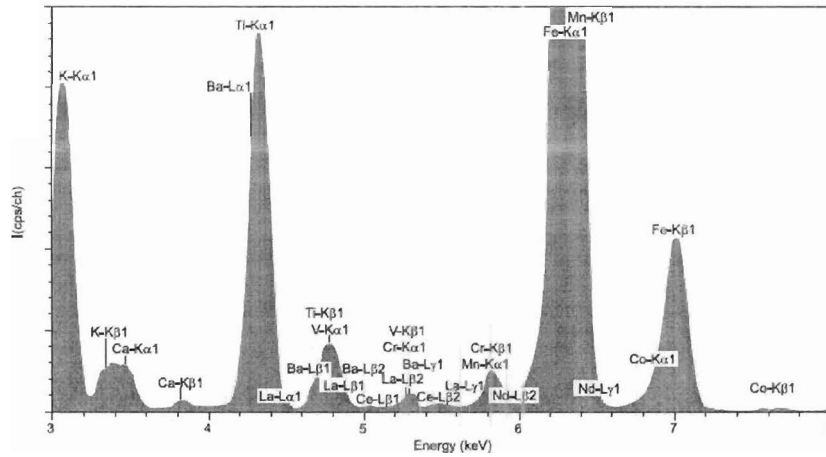
Gambar 3. Dispersi energi dengan opyik 2 dimensi



Gambar 4. Hasil spektrum dispersi optik dua dimensi

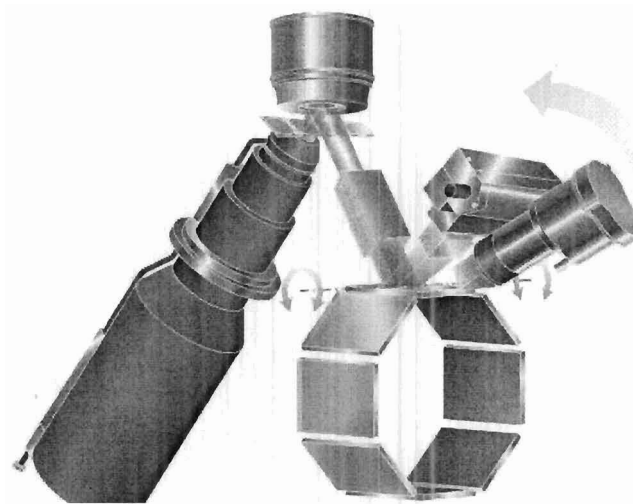


Gambar 5. Dispersi optik 3 dimensi

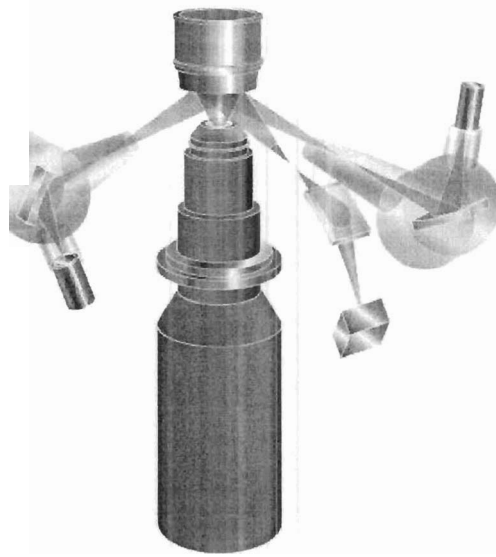


Gambar 6. Hasil spektrum yang diperoleh dengan menggunakan dispersi optik 3 dimensi

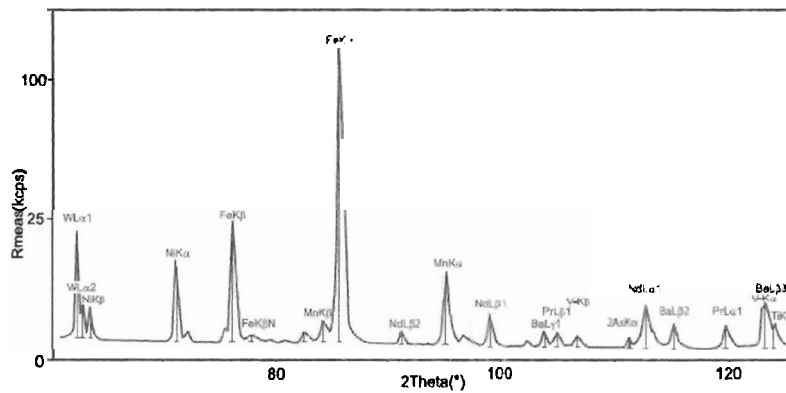
Spektrometer WDXRF



Gambar 7. Pembentukan panjang gelombang spektrometer dispersif dengan optik 2 dimensi



Gambar 8. Spectrometer WDXRF simultan dengan kristal dan detektor untuk berbagai unsur



Gambar 9. Spektrum yang diukur dengan spektrometer WDXRF dispersi optik 2 Dimensi dan eksitasi langsung

	EDXRF	WDXRF
Elemental range	Na .. U (sodium .. uranium)	Be .. U (beryllium .. uranium)
Detection limit	Less optimal for light elements Good for heavy elements	Good for Be and all heavier elements
Sensitivity	Less optimal for light elements Good for heavy elements	Reasonable for light elements Good for heavy elements
Resolution	Less optimal for light elements Good for heavy elements	Good for light elements Less optimal for heavy elements
Costs	Relatively inexpensive	Relatively expensive
Power consumption	5 .. 1000 W	200 .. 4000 W
Measurement	Simultaneous	Sequential/simultaneous
Moving parts	No	Crystal, goniometer

Gambar 10. Perbandingan EDXRF dan WDXRF

Lecture Note #8

Praktikum XRD dan XRF

XRD

Mahasiswa akan melakukan praktikum untuk menentukan struktur kristal dari CaF_2 , TiO_2 dan MgO .

Setelah melakukan praktikum mahasiswa melaporkan hasil praktikum dan melakukan analisis dan diskusi kelompok. Laporan ini kemudian diresponsikan di depan kelas.

XRF

Mahasiswa akan melakukan praktikum untuk unsur-unsur penyusun senyawa X (ditentukan oleh pembimbing praktikum), senyawa-X merupakan oksida dari bahan galian yang terdapat di Sumatera Barat

Setelah melakukan praktikum mahasiswa melaporkan hasil praktikum dan melakukan analisis dan diskusi kelompok. Laporan ini kemudian diresponsikan di depan kelas.

Lecture Note # 9

PENGANTAR SEM DAN TEM

Istilah mikroskop berasal dari bahasa Yunani, yaitu kata *micron* yang berarti kecil dan *scopos* yang artinya melihat. Dari dua pengertian tersebut, mikroskop dapat diartikan sebagai alat yang dibuat atau dipergunakan untuk melihat secara detail obyek yang terlalu kecil apabila dilihat oleh mata telanjang dalam jarak yang dekat.

Seorang berkebangsaan Belanda bernama Antony Van Leeuwenhoek (1632-1723) terus mengembangkan pembesaran mikroskopis. Leewenhoek menggunakan mikroskopnya yang sangat sederhana untuk mengamati air sungai, air hujan, air ludah, feses dan sebagainya. Penemuan ini membuatnya lebih antusias dalam mengamati benda-benda kecil dengan lebih meningkatkan mikroskopnya.

Macam-macam Mikroskop :

1. Mikroskop Cahaya

Keterbatasan pada mikroskop Leeuwenhoek adalah pada kekuatan lensa cembung yang digunakan. Untuk mengatasinya digunakan lensa tambahan yang diletakkan persis di depan mata pengamat yang disebut *eyepiece*, yang merupakan dasar dari pengembangan mikroskop modern yang kemudian disebut mikroskop cahaya atau *Light Microscope (LM)*. Bagian-bagian pada mikroskop cahaya adalah :

a. Kaki

Berfungsi untuk menopang dan memperkokoh kedudukan mikroskop. Pada kaki melekat lengan dengan semacam engsel, pada mikroskop sederhana (*model student*).

b. Lengan

Dengan adanya engsel antara kaki dan lengan, maka lengan dapat ditegakkan atau direbahkan. Lengan dipergunakan juga untuk memegang mikroskop pada saat memindah mikroskop.

c. Cermin

Cermin mempunyai dua sisi, sisi cermin datar dan sisi cermin cekung, berfungsi untuk memantulkan sinar dan sumber sinar. Cermin datar digunakan bila sumber sinar cukup terang, dan cermin cekung digunakan bila sumber sinar kurang. Cermin dapat lepas dan diganti dengan

sumber sinar dari lampu. Pada mikroskop model baru, sudah tidak lagi dipasang cermin, karena sudah ada sumber cahaya yang terpasang pada bagian bawah (kaki).

d. Kondensor

Kondensor tersusun dari lensa gabungan yang berfungsi mengumpulkan sinar.

e. Diafragma

Diafragma berfungsi mengatur banyaknya sinar yang masuk dengan mengatur bukaan iris. Letak diafragma melekat pada diafragma di bagian bawah. Pada mikroskop sederhana hanya ada diafragma tanpa kondensor.

f. Meja preparat

Meja preparat merupakan tempat meletakkan objek (preparat) yang akan dilihat. Objek diletakkan di meja dengan dijepit dengan oleh penjepit. Dibagian tengah meja terdapat lengan untuk dilewat sinar. Pada jenis mikroskop tertentu, kedudukan meja tidak dapat dinaik atau diturunkan. Pada beberapa mikroskop, terutama model terbaru, meja preparat dapat dinaik-turunkan.

g. Tabung.

Di bagian atas tabung melekat lensa okuler, dengan perbesaran tertentu (15X, 10X, dan 15 X). Dibagian bawah tabung terdapat alat yang disebut *revolver*. Pada revolver tersebut terdapat lensa objektif.

h. Lensa obyektif

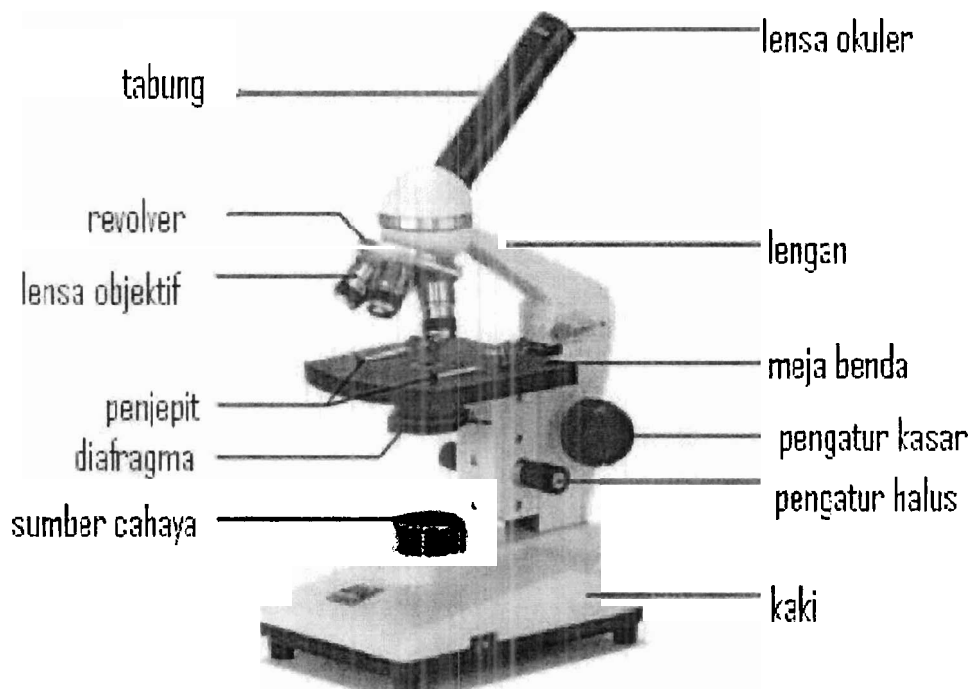
Lensa objektif bekerja dalam pembentukan bayangan pertama. Lensa ini menentukan struktur dan bagian renik yang akan terlihat pada bayangan akhir. Ciri penting lensa obyektif adalah memperbesar bayangan obyek dengan perbesaran beraneka macam sesuai dengan model dan pabrik pembuatnya, misalnya 10X, 40X, dan 100X dan mempunyai *nilai apertur* (*NA*). Nilai apertur adalah ukuran daya pisah suatu lensa obyektif yang akan menentukan daya pisah spesimen, sehingga mampu menunjukkan struktur renik yang berdekatan sebagai dua benda yang terpisah.

i. Lensa Okuler

Lensa mikroskop yang terdapat di bagian ujung atas tabung, berdekatan dengan mata pengamat. Lensa ini berfungsi untuk memperbesar bayangan yang dihasilkan oleh lensa obyektif. Perbesaran bayangan yang terbentuk berkisar antara 4 - 25 kali.

j. Pengatur Kasar dan Halus

Komponen ini letaknya pada bagian lengan dan berfungsi untuk mengatur kedudukan lensa objektif terhadap objek yang akan dilihat. Pada mikroskop dengan tabung lurus/tegak, pengatur kasar dan halus untuk menaikturunkan tabung sekaligus lensa objektif. Pada mikroskop dengan tabung miring, pengatur kasar dan halus untuk menaikturunkan meja preparat.



Gambar 1. Mikroskop cahaya dan bagian - bagiannya

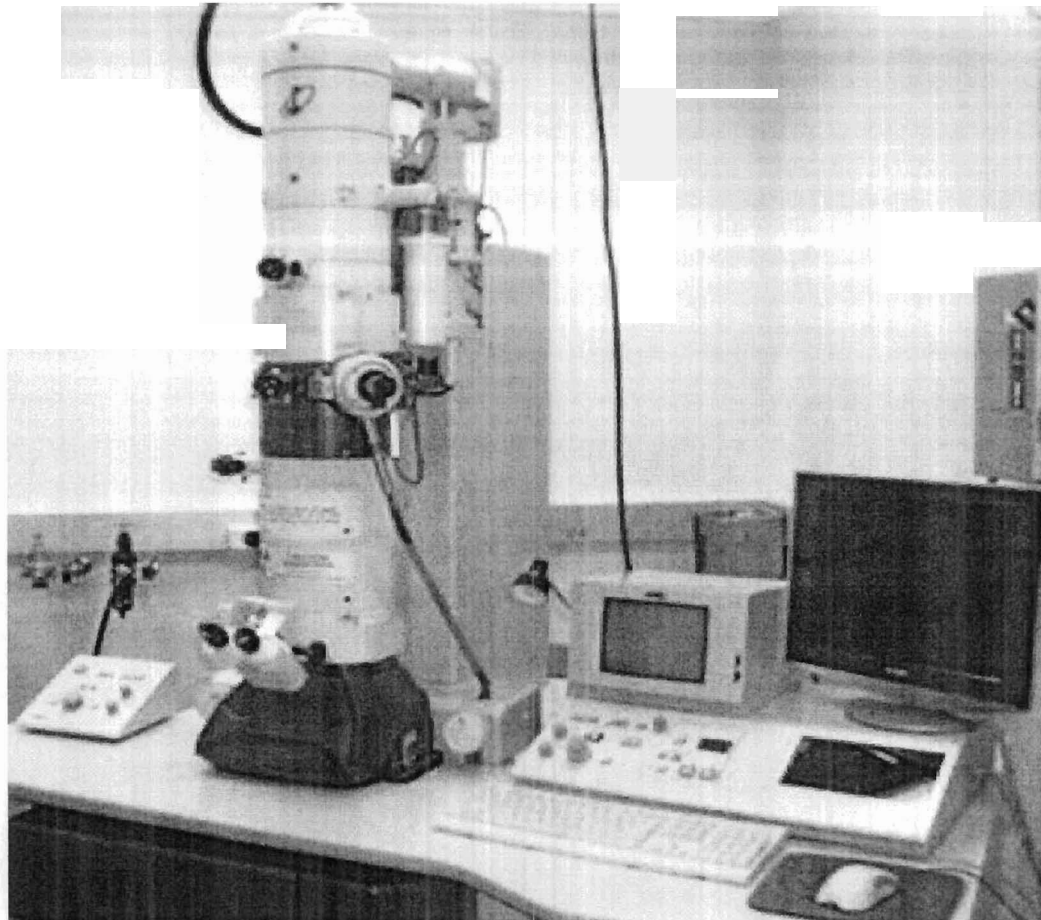
Pada pengembangan selanjutnya diketahui bahwa kemampuan lensa cembung untuk memberikan resolusi tinggi sudah sampai pada batasnya, meskipun kualitas dan jumlah lensanya telah ditingkatkan. Hal ini belum memuaskan peneliti pada masa itu, sehingga pencarian akan mode baru akan mikroskop terus dilakukan.

2. Mikroskop Elektron

Pada tahun 1920 ditemukan suatu fenomena di mana elektron yang dipercepat dalam suatu kolom elektromagnet, dalam suasana hampa udara (vakum) berkarakter seperti cahaya, dengan panjang gelombang yang 100.000 kali lebih kecil dari cahaya. Selanjutnya ditemukan juga bahwa medan listrik dan medan magnet dapat berperan sebagai lensa dan cermin terdapat elektron seperti pada lensa gelas dalam mikroskop cahaya.

Untuk melihat benda berukuran di bawah 200 nanometer, diperlukan mikroskop dengan panjang gelombang pendek. Dari ide inilah, di tahun 1932 mikroskop elektron semakin berkembang lagi. Sebagaimana namanya, mikroskop elektron menggunakan sinar elektron yang panjang gelombangnya lebih pendek dari cahaya. Karena itu, mikroskop elektron mempunyai kemampuan pembesaran obyek (resolusi) yang lebih tinggi dibanding mikroskop optik. Mikroskop elektron mampu pembesaran objek sampai 2 juta kali, yang menggunakan elektrostatik dan elektromagnetik untuk mengontrol pencahayaan dan tampilan gambar serta memiliki kemampuan pembesaran objek serta resolusi yang jauh lebih bagus daripada mikroskop cahaya. Mikroskop elektron ini menggunakan jauh lebih banyak energi dan radiasi elektromagnetik yang lebih pendek dibandingkan mikroskop cahaya.

Sebenarnya, dalam fungsi pembesaran obyek, mikroskop elektron juga menggunakan lensa, namun bukan berasal dari jenis gelas sebagaimana pada mikroskop optik, tetapi dari jenis magnet. Sifat medan magnet ini bisa mengontrol dan mempengaruhi elektron yang melaluinya, sehingga bisa berfungsi menggantikan sifat lensa pada mikroskop optik. Kekhususan lain dari mikroskop elektron ini adalah pengamatan obyek dalam kondisi hampa udara (*vacuum*). Hal ini dilakukan karena sinar elektron akan terhambat alirannya bila menumbuk molekul-molekul yang ada di udara normal. Dengan membuat ruang pengamatan obyek berkondisi *vacuum*, tumbukan elektron-molekul bisa dihindarkan.



Gambar 2. Mikroskop Elektron

Mikroskop elektron mempunyai dua tipe, yaitu *Transmission Electron Microscope* (TEM) dan *Scanning Electron Microscope* (SEM). Mikroskop tipe TEM dapat digunakan untuk mengamati struktur detail internal sel dan hasil pengamatan tampak secara dua dimensi. Sedangkan mikroskop elektron tipe SEM digunakan untuk mengamati detail arsitektur permukaan sel dan obyek yang diamati terlihat secara tiga dimensi.

Lecture Note # 10

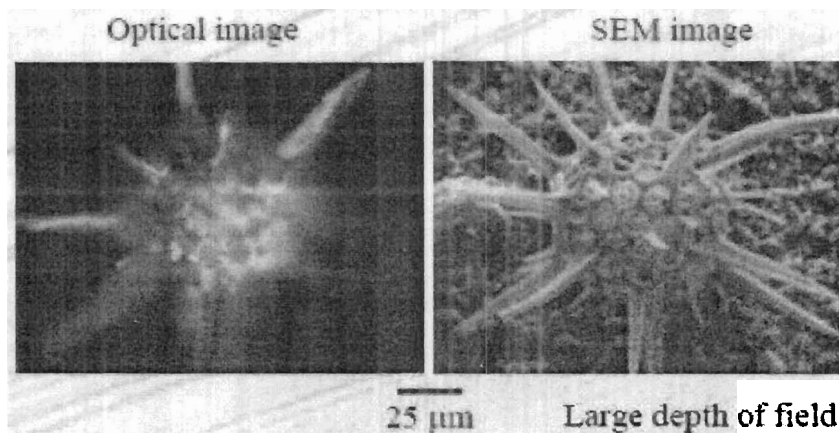
Scanning Electron Microscopy (SEM)

1. Sejarah SEM

Tidak diketahui secara persis siapa sebenarnya penemu mikroskop pemindai elektron ini. Publikasi pertama kali yang mendeskripsikan teori SEM adalah fisikawan Jerman Dr. Max Knoll pada 1935, meskipun fisikawan Jerman lainnya Dr. Manfred von Ardenne mengklaim dirinya telah melakukan penelitian suatu fenomena yang kemudian disebut SEM hingga tahun 1937. Mungkin karena itu, tidak satu pun dari keduanya mendapatkan hadiah nobel untuk penemuan itu. Pada 1942 tiga orang ilmuwan Amerika yaitu Dr. Vladimir Kosma Zworykin, Dr. James Hillier, dan Dr. Snijder, membangun sebuah mikroskop elektron metode pemindaian (SEM) dengan resolusi hingga 50 nm atau magnifikasi 8.000 kali. Sebagai perbandingan SEM modern sekarang ini mempunyai resolusi hingga 1 nm atau pembesaran 400.000 kali. Mikroskop elektron ini memfokuskan sinar elektron (*electron beam*) di permukaan obyek dan mengambil gambarnya dengan mendeteksi elektron yang muncul dari permukaan obyek.

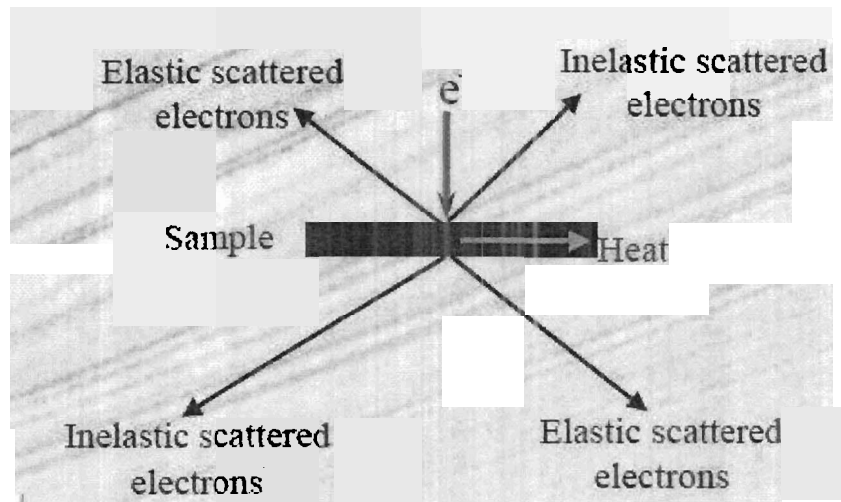
2. Perbandingan Mikroskop cahaya dengan SEM

Elektron memiliki resolusi yang lebih tinggi daripada cahaya. Cahaya hanya mampu mencapai 200nm sedangkan elektron bisa mencapai resolusi sampai 0,1 - 0,2 nm. Dibawah ini diberikan perbandingan hasil gambar mikroskop cahaya dengan elektron.



Gambar 1. Perbandingan Hasil Foto Mikroskop Cahaya dengan SEM

Disamping itu dengan menggunakan elektron kita juga bisa mendapatkan beberapa jenis pantulan yang berguna untuk keperluan karakterisasi. Jika elektron mengenai suatu benda maka akan timbul dua jenis pantulan yaitu pantulan elastis dan pantulan non elastis seperti pada gambar dibawah ini.



Gambar 2. Jenis - jenis pantulan elektron

3. Bagian - Bagian dan Prinsip Kerja SEM

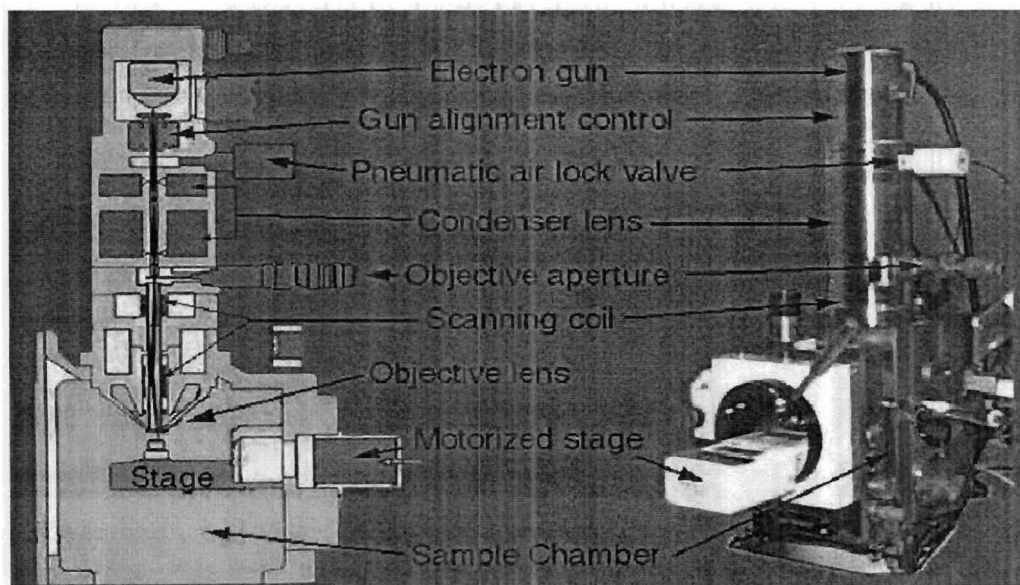
Pada sebuah mikroskop elektron (SEM) terdapat beberapa peralatan utama antara lain:

1. Pistol elektron, biasanya berupa filamen yang terbuat dari unsur yang mudah melepas elektron misal tungsten.
2. Lensa untuk elektron, berupa lensa magnetis karena elektron yang bermuatan negatif dapat dibelokkan oleh medan magnet.
3. Sistem vakum, karena elektron sangat kecil dan ringan maka jika ada molekul udara yang lain elektron yang berjalan menuju sasaran akan terpengaruh oleh tumbukan sebelum mengenai sasaran sehingga menghilangkan molekul udara menjadi sangat penting.

Prinsip kerja dari SEM adalah sebagai berikut:

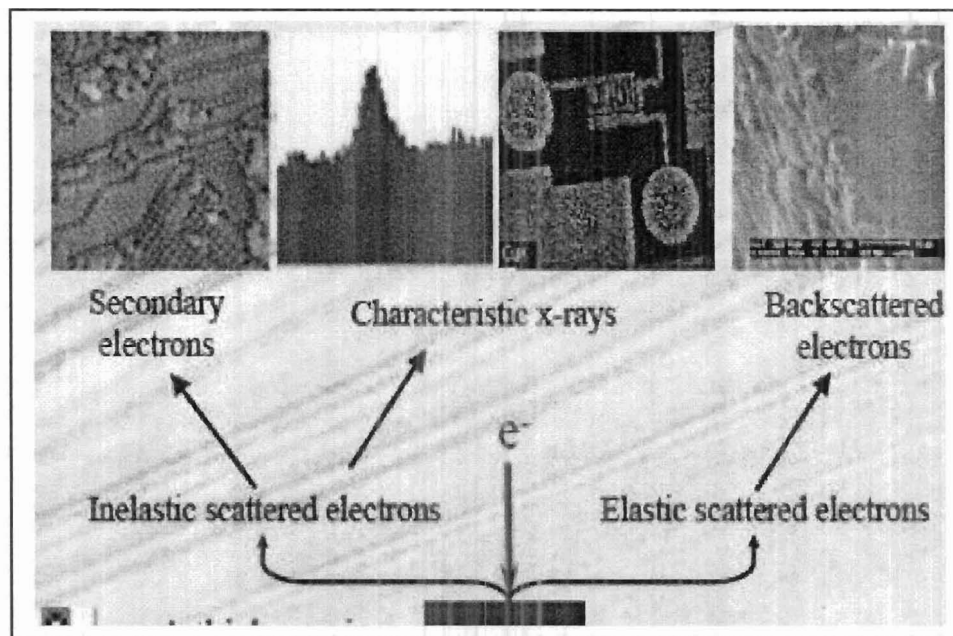
1. Sebuah pistol elektron memproduksi sinar elektron dan dipercepat dengan anoda.
2. Lensa magnetik memfokuskan elektron menuju ke sampel.
3. Sinar elektron yang terfokus memindai (scan) keseluruhan sampel dengan diarahkan oleh koil pemindai.
4. Ketika elektron mengenai sampel maka sampel akan mengeluarkan elektron baru yang akan diterima oleh detektor dan dikirim ke monitor (CRT).

Secara lengkap skema SEM dijelaskan oleh gambar dibawah ini:



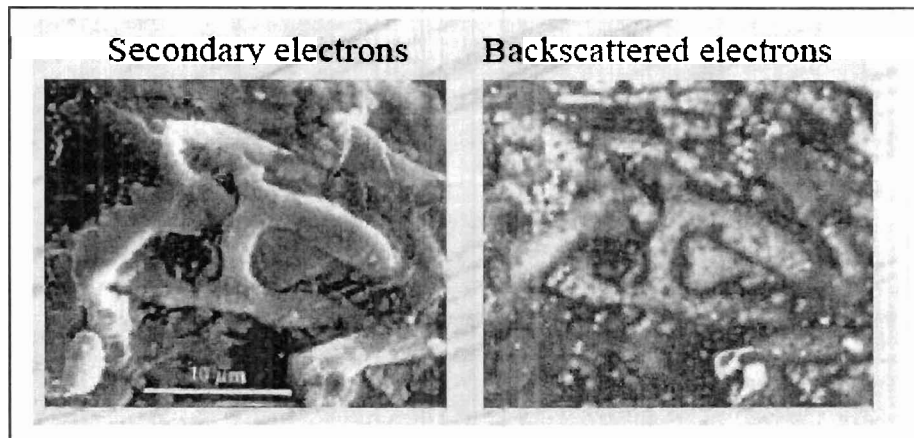
Gambar 3. Skema peralatan SEM

Ada beberapa sinyal yang penting yang dihasilkan oleh SEM. Dari pantulan inelastis didapatkan sinyal elektron sekunder dan karakteristik sinar X sedangkan dari pantulan elastis didapatkan sinyal backscattered electron. Sinyal -sinyal tersebut dijelaskan pada gambar dibawah ini.



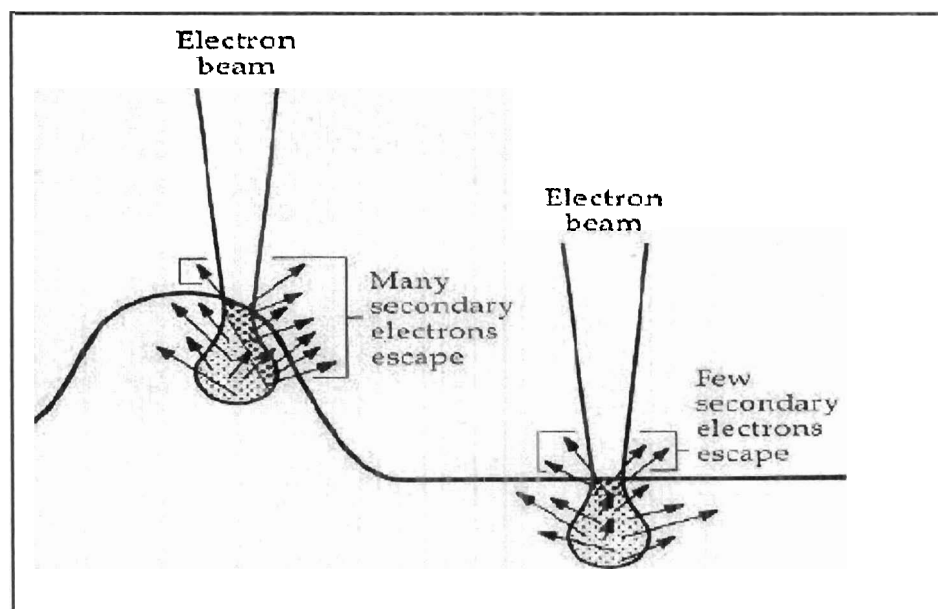
Gambar 4. Jenis - jenis sinyal yang dihasilkan oleh SEM

Perbedaan gambar dari sinyal elektron sekunder dengan backscattered adalah sebagai berikut: elektron sekunder menghasilkan topografi dari benda yang dianalisa, permukaan yang tinggi berwarna lebih cerah dari permukaan rendah. Sedangkan backscattered elektron memberikan perbedaan berat molekul dari atom - atom yang menyusun permukaan, atom dengan berat molekul tinggi akan berwarna lebih cerah daripada atom dengan berat molekul rendah. Contoh perbandingan gambar dari kedua sinyal ini disajikan pada gambar dibawah ini.



Gambar 5. Perbandingan foto yang dihasilkan oleh kedua sinyal SEM

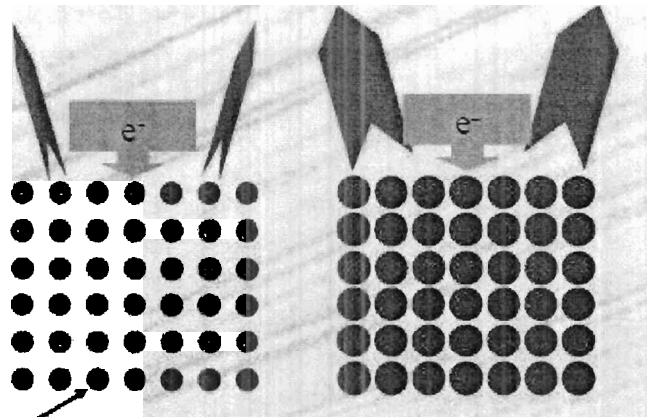
Mekanisme kontras dari elektron sekunder dijelaskan dengan gambar dibawah ini. Permukaan yang tinggi akan lebih banyak melepaskan elektron dan menghasilkan gambar yang lebih cerah dibandingkan permukaan yang rendah atau datar.



Gambar 6. Mekanisme kontras dari elektron sekunder

Sedangkan mekanisme kontras dari backscattered elektron dijelaskan dengan gambar dibawah ini yang secara prinsip atom - atom dengan

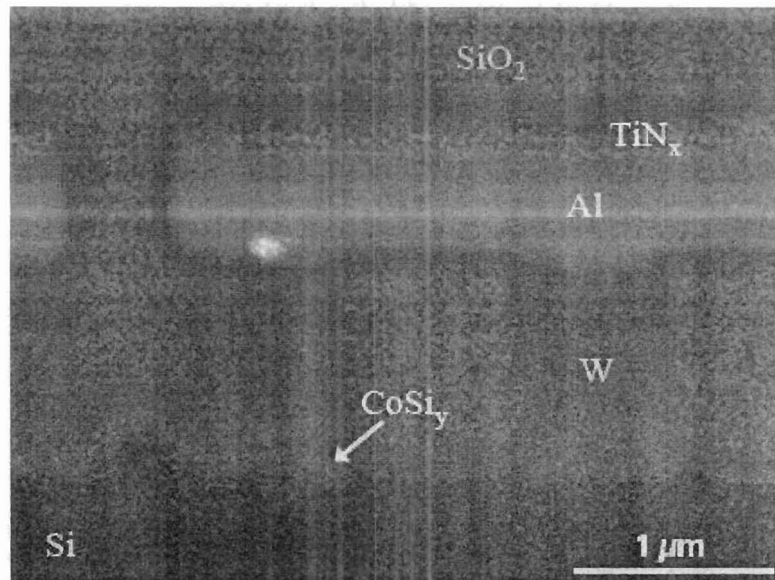
densitas atau berat molekul lebih besar akan memantulkan lebih banyak elektron sehingga tampak lebih cerah dari atom berdensitas rendah. Maka teknik ini sangat berguna untuk membedakan jenis atom.



Gambar 7. Mekanisme kontras dari backscattered elektron

4. SEM - EDS

Namun untuk mengenali jenis atom dipermukaan yang mengandung multi atom para peneliti lebih banyak menggunakan teknik EDS (Energy Dispersive Spectroscopy). Sebagian besar alat SEM dilengkapi dengan kemampuan ini, namun tidak semua SEM punya fitur ini. EDS dihasilkan dari Sinar X karakteristik, yaitu dengan menembakkan sinar X pada posisi yang ingin kita ketahui komposisinya. Maka setelah ditembakkan pada posisi yang diinginkan maka akan muncul puncak - puncak tertentu yang mewakili suatu unsur yang terkandung. Dengan EDS kita juga bisa membuat elemental mapping (pemetaan elemen) dengan memberikan warna berbeda - beda dari masing - masing elemen di permukaan bahan. EDS bisa digunakan untuk menganalisa secara kuantitatif dari persentase masing - masing elemen. Contoh dari aplikasi EDS digambarkan pada diagram dibawah ini.



Gambar 8. Contoh dari aplikasi EDS

Aplikasi dari teknik SEM - EDS dirangkum sebagai berikut:

1. Topografi: Menganalisa permukaan dan tekstur (kekerasan, reflektivitas dsb)
2. Morfologi: Menganalisa bentuk dan ukuran dari benda sampel
3. Komposisi: Menganalisa komposisi dari permukaan benda secara kuantitatif dan kualitatif.

Sedangkan kelemahan dari teknik SEM antara lain:

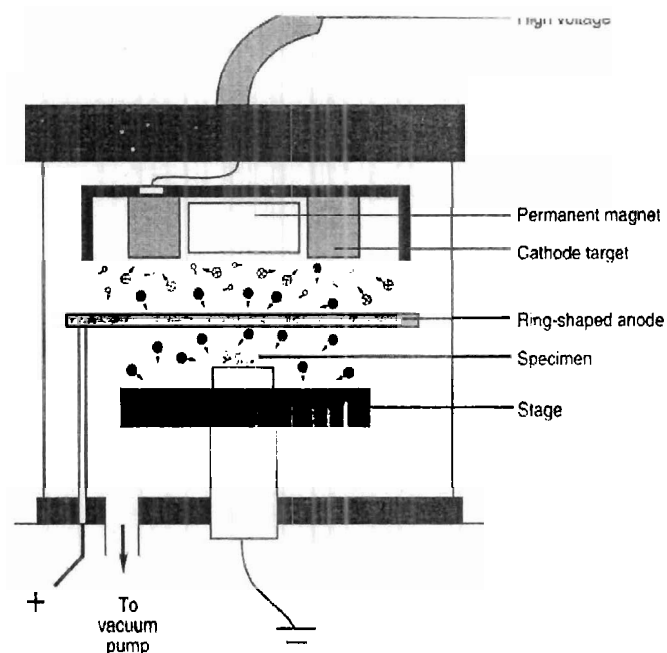
1. Memerlukan kondisi vakum
 2. Hanya menganalisa permukaan
 3. Resolusi lebih rendah dari TEM
 4. Sampel harus bahan yang konduktif, jika tidak konduktor maka perlu dilapis logam seperti emas.
5. Teknik Preparasi sampel dengan SEM
1. Bersihkan sample
 2. Keringkan; dg vakum kalau mungkin (Sample harus bebas dari H₂O)
 3. Tempatkan sample pada sample holder
 4. Sputter dg Au atau Pt
 5. Ukuran sample holder: 12 mm atau 25 mm

6. Untuk menempelkan sample diperlukan double-sided tape konduktif
7. Area yang dipelajari sebaiknya diletakan pada 45 degree
8. Kontak area yang luas akan menguntungkan

Sputtering

Untuk sample yang tidak bersifat konduktif, perlu dilakukan pelapisan dg Au. Cara kerja alat sputtering adalah sebagai berikut :

1. Logam (Au) sbg katoda
2. Sample ditempatkan pada anode
3. Gas Argon sbg atmospere
4. Diterapkan beda potensial
5. Cathode mengionisasi atom-atom Ar menjadi kation dan elektron
6. Ion Argon ions terakselearsi ke arah katoda (Au)



Gambar 9. Skema alat sputtering

Lecture Note # 11

Transmission Electron Microscopy (TEM)

1. Pengertian TEM

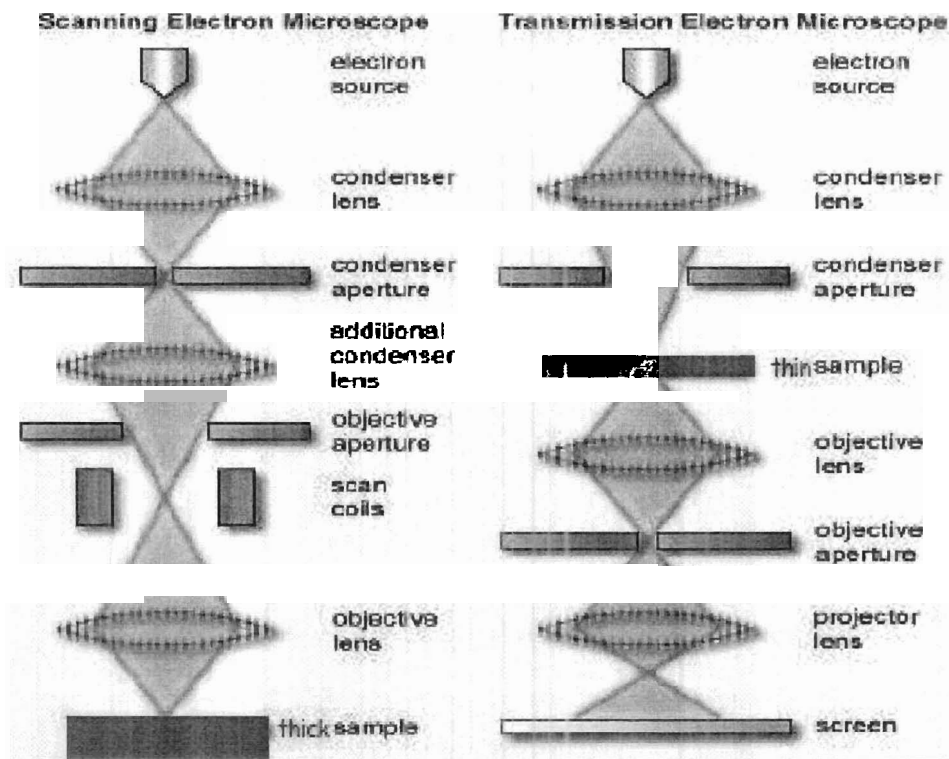
Mikroskop transmisi elektron (Transmission electron microscope-TEM) adalah salah satu jenis mikroskop yang memanfaatkan adanya penemuan electron. Sesuai dengan namanya, mikroskop ini memanfaatkan electron dengan cara mentransmisikan electron sehingga nantinya akan ditangkap oleh sebuah layar yang akan menghasilkan gambar dari struktur material tersebut. Secara mudahnya, TEM cara kerjanya mirip dengan cara kerja dari sebuah slide proyektor. Gambar tadi bisa terbentuk oleh karena adanya interaksi antara electron yang ditransmisikan melewati specimen, lalu gambar akan membesar dan akan difokuskan pada suatu alat pencitraan, biasanya dengan menggunakan layar flourescent atau dengan suatu sensor.

Dengan TEM, maka gambar yang kita hasilkan akan memiliki tingkat resolusi yang jauh lebih tinggi daripada mikroskop cahaya. Kita dapat melihat sesuatu yang memiliki ukuran 10.000 kali lebih kecil daripada ukuran objek terkecil yang bisa terlihat di mikroskop cahaya. Pada perbesaran kecil, gambar TEM akan kontras karena absorpsi elektron pada material akibat dari ketebalan dan komposisi material. Pada perbesaran tinggi, maka gambar yang dihasilkan akan menampilkan data yang lebih jelas pada analisa struktur kristal, dan lainnya.

2. Perbedaan TEM dengan SEM

Perbedaan mendasar dari TEM dan SEM adalah pada cara bagaimana elektron yang ditembakkan oleh pistol elektron mengenai sampel. Pada TEM, sampel yang disiapkan sangat tipis sehingga elektron dapat

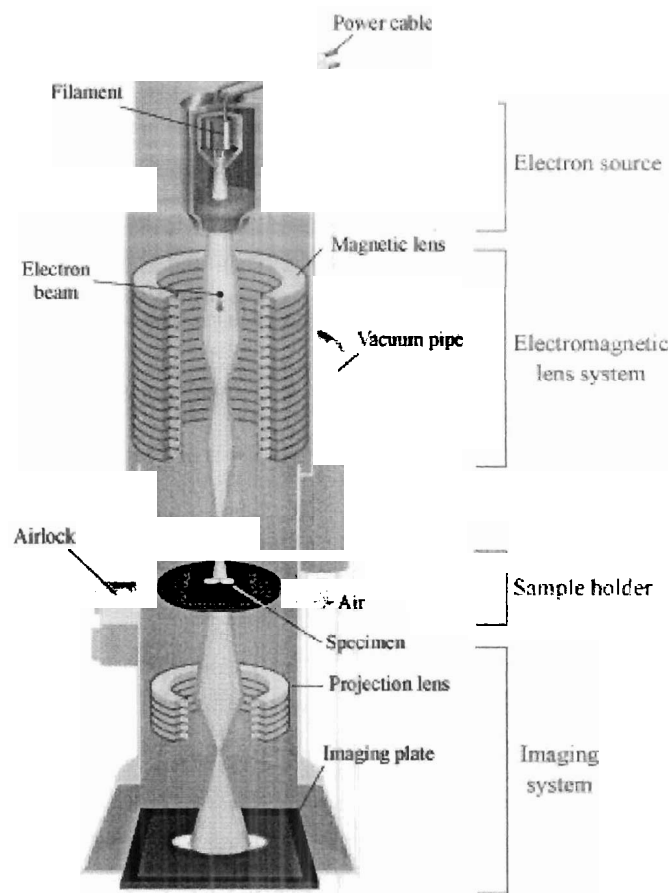
menembusnya kemudian hasil dari tembusan elektron tersebut yang diolah menjadi gambar. Sedangkan pada SEM sampel tidak ditembus oleh elektron sehingga hanya pendaran hasil dari tumbukan elektron dengan sampel yang ditangkap oleh detektor dan diolah. Skema perbandingan kedua alat ini disajikan oleh gambar dibawah ini.



Gambar 1. Perbedaan skema alat SEM dengan TEM

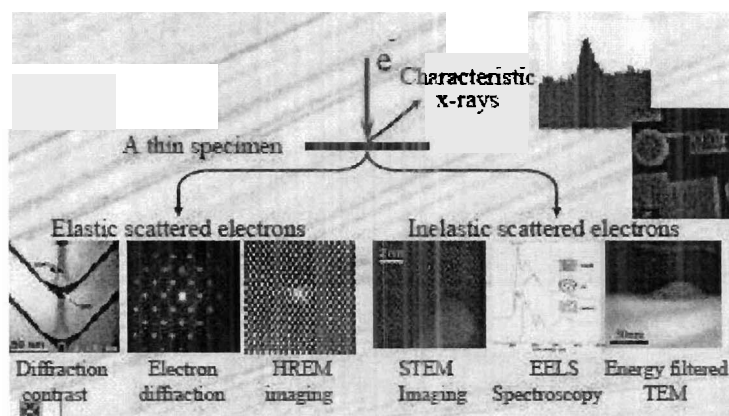
3. Prinsip kerja dan bagian- bagian TEM

Prinsip kerja dari TEM secara singkat adalah sinar elektron mengiluminasi spesimen dan menghasilkan sebuah gambar diatas layar pospor. Gambar dilihat sebagai sebuah proyeksi dari spesimen. Skema dari TEM lebih detail dapat dilihat pada gambar berikut ini.



Gambar 2. Skema peralatan TEM

Sedangkan sinyal utama yang dapat dihasilkan oleh TEM dideskripsikan pada gambar berikut.



Gambar 3. Jenis - jenis sinyal yang dihasilkan oleh TEM

Sinyal utama yang dapat ditangkap atau dihasilkan dari TEM cukup banyak antara lain:

1. Diffraction Contrast

Dipakai untuk mengkarakterisasi kristal biasa digunakan untuk menganalisa defek, endapan, ukuran butiran dan distribusinya.

2. Phase Contrast

Dipakai untuk menganalisa kristalin material (defek, endapan, struktur antarmuka, pertumbuhan kristal)

3. Mass/Thickness Contrast

Dipakai untuk karakterisasi bahan amorf berpori, polimer, material lunak (biologis)

4. Electron Diffraction

5. Characteristic X-ray (EDS)

6. Electron Energy Loss Spectroscopy (EELS + EFTEM)

7. Scanning Transmission Electron Microscopy (STEM)

Sehingga aplikasi utama TEM adalah sebagai berikut: analisis mikrostruktur, identifikasi defek, analisis antarmuka, struktur kristal, tatanan atom pada kristal, serta analisa elemental skala nanometer.

Sementara itu kelebihan dari analisa menggunakan TEM adalah:

1. Resolusi Superior 0.1~0.2 nm, lebih besar dari SEM (1~3 nm)
2. Mampu mendapatkan informasi komposisi dan kristalografi dari bahan uji dengan resolusi tinggi
3. Memungkinkan untuk mendapatkan berbagai signal dari satu lokasi yang sama.

Sedangkan kelemahannya adalah:

1. Hanya meneliti area yang sangat kecil dari sampel (apakah ini representatif?)
2. Perlakuan awal dari sampel cukup rumit sampai bisa mendapatkan gambar yang baik.
3. Elektron dapat merusak atau meninggalkan jejak pada sampel yang diuji.
4. Sebuah spesimen TEM tebalnya harus mendekati 1000Å

4. Preparasi Sampel untuk analisa dengan TEM :

Agar pengamat dapat mengamati preparat dengan baik, diperlukan persiapan sediaan dengan tahap sebagai berikut :

- a. melakukan fiksasi, yang bertujuan untuk mematikan sel tanpa mengubah struktur sel yang akan diamati. fiksasi dapat dilakukan dengan menggunakan senyawa glutaraldehida atau osmium tetroksida.
- b. pembuatan sayatan, yang bertujuan untuk memotong sayatan hingga setipis mungkin agar mudah diamati di bawah mikroskop. Preparat dilapisi dengan monomer resin melalui proses pemanasan, kemudian dilanjutkan dengan pemotongan menggunakan mikrotom. Umumnya mata pisau mikrotom terbuat dari berlian karena berlian tersusun dari atom karbon yang padat. Oleh karena itu, sayatan yang terbentuk lebih rapi. Sayatan yang telah terbentuk diletakkan di atas cincin berpetak untuk diamati.
- c. pelapisan/pewarnaan, bertujuan untuk memperbesar kontras antara preparat yang akan diamati dengan lingkungan sekitarnya. Pelapisan/pewarnaan dapat menggunakan logam berat seperti uranium dan timbal.

Analisis Thermal

1. Pengertian

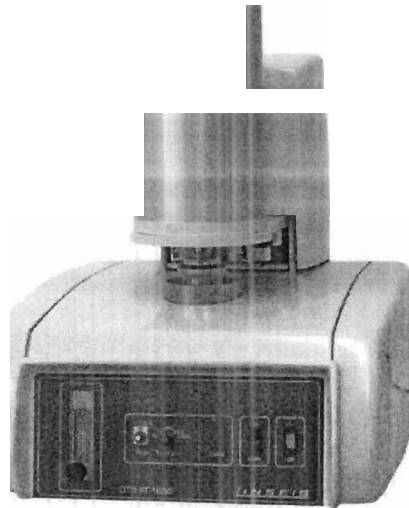
Analisa termal dapat didefinisikan sebagai pengukuran sifat-sifat fisik dan kimia material sebagai fungsi dari suhu. Pada prakteknya, istilah analisa termal seringkali digunakan untuk sifat-sifat spesifik tertentu. Misalnya entalpi, kapasitas panas, massa dan koefisien ekspansi termal. Pengukuran koefisien ekspansi termal dari batangan logam merupakan contoh sederhana dari analisa termal. Contoh lainnya adalah pengukuran perubahan berat dari garam-garam oksida dan hidrat pada saat mengalami dekomposisi akibat pemanasan. Dengan menggunakan peralatan modern, sejumlah besar material dapat dipelajari dengan metode ini. Penggunaan analisa termal pada ilmu mengenai zat padat telah demikian luas dan bervariasi, mencakup studi reaksi keadaan padat, dekomposisi termal dan transisi fasa dan penentuan diagram fasa. Kebanyakan padatan bersifat 'aktif secara termal' dan sifat ini menjadi dasar analisa zat padat menggunakan analisa termal.

2. Macam - Macam analisis thermal

Metoda yang umum digunakan adalah sebagai berikut :

a. Diferensial termal analisis (DTA)

Analisis termal Diferensial (atau DTA) adalah thermoanalytic teknik mirip dengan pemindaian diferensial kalorimetri. Dalam DTA, bahan yang diteliti dan referensi inert dibuat untuk menjalani siklus termal identik, ketika sedang merekam perbedaan suhu antara sampel dan referensi. Suhu diferensial ini kemudian diplot terhadap waktu, atau terhadap suhu (kurva DTA atau termogram). Perubahan sampel, baik eksotermik atau endotermik, dapat terdeteksi relatif terhadap referensi inert. Dengan demikian, kurva DTA menyediakan data tentang perubahan yang terjadi, seperti transisi kaca, kristalisasi, pencairan dan sublimasi. Luas di bawah puncak DTA adalah perubahan entalpi dan tidak dipengaruhi oleh kapasitas panas dari sampel.



Gambar 1. Alat DTA

b. Diferensial pemindaian kalorimetri(DSC)

Kalorimetri pemindaian atau DSC Diferensial adalah suatu teknik analisa termal yang mengukur energi yang diserap atau diemisikan oleh sampel sebagai fungsi waktu atau suhu. Ketika transisi termal terjadi pada sampel DSC memberikan pengukuran kalorimetri dari energi transisi dari temperatur tertentu. DSC merupakan suatu teknik analisa yang digunakan untuk mengukur energi yang diperlukan untuk mengukur energi yang diperlukan untuk membuat perbedaan temperatur antara sampel dan pembanding mendekatinol, yang dianalisa pada daerah suhu yang sama, dalam lingkungan panas ataudingin dengan kecepatan yang teratur. Terdapat dua tipe sistem DSC yang umum digunakan, yaitu :

•Power - Compensation DSC

Pada Power - Compensation DSC , suhu sampel dan pembanding diatur secara manual dengan menggunakan tungku pembakaran yang sama dan terpisah. Suhu sampel dan pembanding dibuat sama dengan mengubah daya masukan dari kedua tungku pembakaran. Energi yang dibutuhkan untuk melakukan hal tersebut merupakan ukuran dari perubahan entalpi atau perubahan panas dari sampel terhadap pembanding.

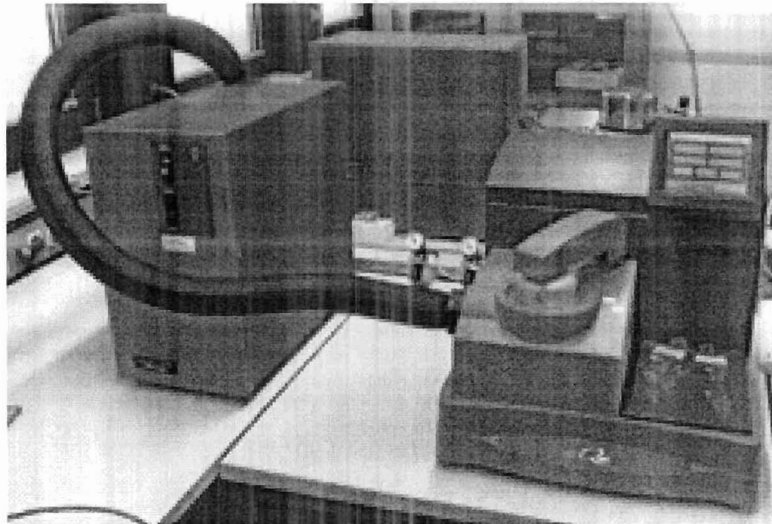


Gambar 2. Alat DSC type Power compensation

•Heat - flux DSC

Pada Heat - Flux DSC, sampel dan pembanding dihubungkan dengan suatu lempengan logam. Sampel dan pembanding tersebut ditempatkan dalam satu tungku pembakaran. Perubahan entalpi atau kapasitas panas dari sampel menimbulkan perbedaan temperatur sampel terhadap pembanding, laju panas yang dihasilkan nilainya lebih kecil dibandingkan dengan Differential Thermal Analysis (DTA). Hal ini dikarenakan sampel dan pembanding dalam hubungan termal yang baik. Perbedaan temperatur dicatat dan dihubungkan dengan perubahan entalpi dari sampel menggunakan percobaan kalibrasi.

Sistem Heat - Flux DSC merupakan sedikit modifikasi dari DTA, hanya berbeda pada wadah untuk sampel dan pembanding dihubungkan dengan lajur laju panas yang baik. Sampel dan pembanding ditempatkan didalam tungku pembakaran yang sama. perbedaan energi yang diperlukan untuk mempertahankannya pada suhu yang mendekati sama dipenuhi dengan perubahan panas dari sampel. Adanya energi yang berlebih disalurkan antara sampel dan pembanding melalui penghubung lempengan logam, merupakan suatu hal yang tidak dimiliki oleh DTA.

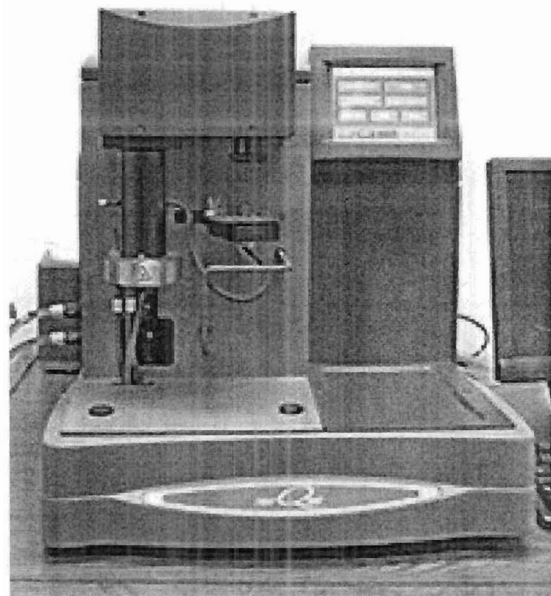


Gambar 3. Alat DSC Type Heat Flux

c. Thermogravimetri analisis (TGA)

Analisis gravimetri Termogravimetri atau termal (TGA) adalah jenis pengujian yang dilakukan pada sampel untuk menentukan perubahan bobot dalam kaitannya dengan perubahan suhu. Analisa tersebut bergantung pada tingkat tinggi presisi dalam tiga ukuran: berat, suhu, dan mengubah suhu. Seperti banyak kehilangan berat badan kurva terlihat seperti, kurva berat badan mungkin memerlukan transformasi sebelum hasilnya dapat ditafsirkan. Kurva derivatif kehilangan berat badan dapat digunakan untuk memberitahu titik di mana berat badan paling jelas. Sekali lagi, interpretasi terbatas tanpa modifikasi lebih lanjut dan dekonvolusi dari puncak tumpang tindih mungkin diperlukan.

TGA umumnya digunakan dalam penelitian dan pengujian untuk menentukan karakteristik bahan seperti polimer, untuk menentukan suhu degradasi, menyerap kadar air bahan, tingkat komponen organik dan anorganik dalam bahan, dekomposisi poin dari bahan peledak, dan pelarut residu. Hal ini juga sering digunakan untuk memperkirakan kinetika korosi dalam oksidasi temperatur tinggi.



Gambar 4. Alat TGA

Selain ketiga metoda tersebut ada lagi metoda - metoda analisa yang terkait dengan analisis thermal yaitu :

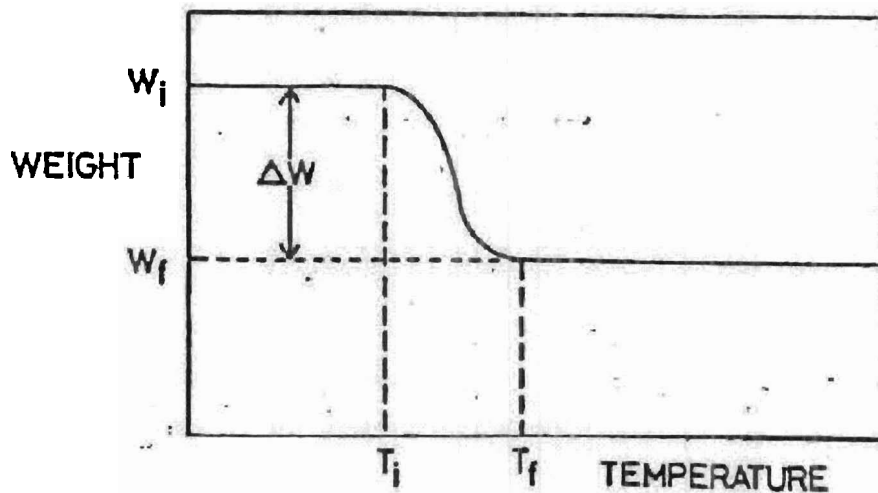
1. Termomekanis analisis (TMA)
pengukuran perubahan dari dimensi atau sifat mekanik sampel ketika sedang mengalami suhu ekstrim.
2. Dilatometry
instrumen ilmiah yang mengukur perubahan volume yang disebabkan oleh proses fisik atau kimia.
3. Dynamic Analisis Mekanik
teknik yang digunakan untuk mempelajari dan mengkarakterisasi bahan. Hal ini sangat berguna untuk mempelajari viskoelastik dari polimer.
4. Dielektrik Analisis Termal (DETA) atau Dielektrik Analisis (DEA)
Tekniknya sama dengan dynamic analisis mekanik namun disini osilasi medan listrik digunakan sebagai pengganti kekuatan mekanik.
5. Evolution Gas Analisis
metode yang digunakan untuk mempelajari gas yang berevolusi dari sampel air panas yang mengalami dekomposisi atau desorpsi.
6. Thermo optik analisis

Lecture Note # 13

Thermogravimetric Analysis (TGA)

1. Pengertian dan prinsip dasar

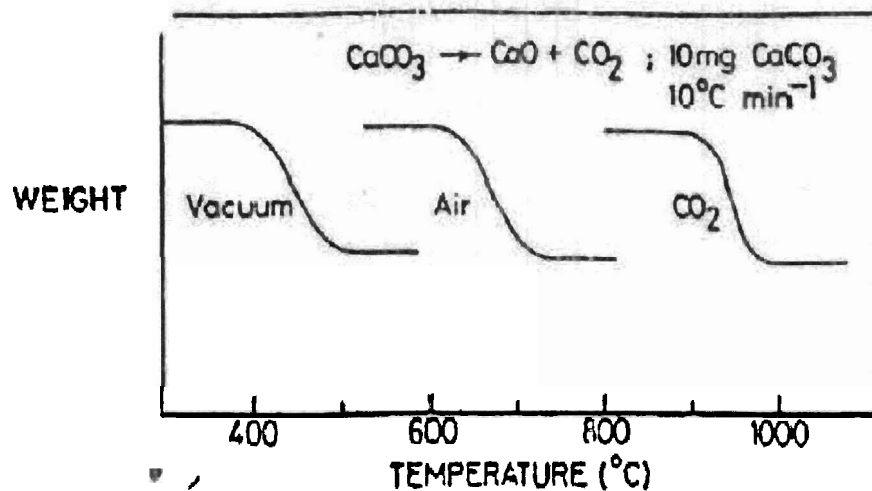
Thermogravimetri adalah teknik untuk mengukur perubahan berat dari suatu senyawa sebagai fungsi dari suhu ataupun waktu. TGA merupakan jenis pengujian yang dilakukan pada sampel untuk menentukan perubahan berat-susut (weight-loss) dalam kaitannya dengan perubahan suhu. Analisa tersebut bergantung pada tingkat presisi yang tinggi dalam tiga pengukuran: berat, suhu, dan perubahan suhu. Seperti jumlah kehilangan berat-susut (weight-loss) terlihat pada kurva, kurva berat-susut (weight-loss) mungkin memerlukan transformasi sebelum hasilnya dapat ditafsirkan. Kurva derivatif kehilangan berat-susut (weight-loss) dapat digunakan untuk memberitahu titik di mana berat-susut (weight-loss) paling jelas. Mungkin diperlukan Interpretasi terbatas tanpa modifikasi lebih lanjut dan dekonvolusi dari puncak overlapping. Hasilnya biasanya berupa rekaman diagram yang kontinu; reaksi dekomposisi satu tahap yang skematik diperlihatkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Skema thermogram bagi reaksi dekomposisi satu tahap sampel yang digunakan, dengan berat beberapa miligram, dipanaskan pada laju konstan, berkisar antara 1 - 20 OC /menit, mempertahankan berat

awalnya , W_i , sampai mulai terdekomposisi pada suhu T_i . Pada kondisi pemanasan dinamis, dekomposisi biasanya berlangsung pada range suhu tertentu, $T_i - T_f$, dan daerah konstan kedua teramati pada suhu diatas T_f , yang berhubungan harga berat residu W_f . Berat W_i , W_f , dan ΔW adalah harga-harga yang sangat penting dan dapat digunakan pada perhitungan kuantitatif dari perubahan komposisinya, dll. Bertolak belakang dengan berat, harga T_i dan T_f , merupakan harga yang bergantung pada beragam variabel, seperti laju pemanasan, sifat dari padatan (ukurannya) dan atmosfer di atas sampel.

Efek dari atmosfer ini dapat sangat dramatis, seperti yang diperlihatkan pada Gambar 2 untuk dekomposisi $CaCO_3$; pada kondisi vakum, dekomposisi selesai sebelum ~ 500 OC, namun dalam CO_2 tekanan atmosfer 1 atm, dekomposisi bahkan belum berlangsung hingga suhu di atas 900 OC. Oleh sebab itu, T_i dan T_f merupakan nilai yang sangat bergantung pada kondisi eksperimen, karenanya tidak mewakili suhu-suhu dekomposisi pada equilibrium.



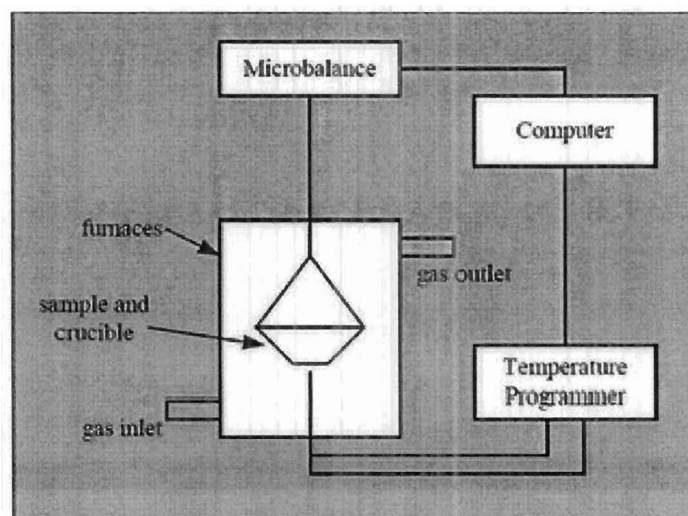
Gambar 2. Dekomposisi $CaCO_3$ pada atmosfer yang berbeda

Hasil analisa dengan thermogravmetri dapat memberikan informasi mengenai :

- a. Stabilitas thermal dari suatu bahan
- b. Stabilitas oksidatif dari suatu bahan
- c. Komposisi dari system multi komponen
- d. Memperkirakan daya tahan dari suatu bahan
- e. Kinetika penguaraian dari suatu bahan
- f. Pengaruh dari kondisi reaktif atau korosif terhadap suatu bahan
- g. Kelembaban dan kandungan atsiri dari suatu bahan

2. Skema Alat TGA

TGA terdiri dari sebuah *sample pan* yang didukung oleh sebuah *precision balance*. *Pan* tersebut ditempatkan dalam suatu *furnace* dan dipanaskan atau didinginkan selama eksperimen. Massa dari sampel dipantau selama eksperimen. Sampel dialiri oleh suatu gas untuk mengontrol lingkungan sampelnya. Gas yang digunakan dapat berupa gas inert atau gas reaktif yang mengalir melalui sampel dan keluar melalui *exhaust*.



Gambar 2. Skematis sistem kerja TGA

a. Furnace

Range suhu pada sebagian besar furnace adalah sampai 1500°C. Umumnya kecepatan rata-rata pemanasan atau pendinginan pada furnace dapat dipilih antara lebih dari 0°C/menit sampai 200°C/menit. Insulasi dan pendinginan pada bagian luar *furnace* dibuat untuk menghindari transfer panas pada *balance*. Nitrogen atau argon sering digunakan untuk melindungi *furnace* dan menghindari oksidasi cuplikan.

b. Timbangan (balance)

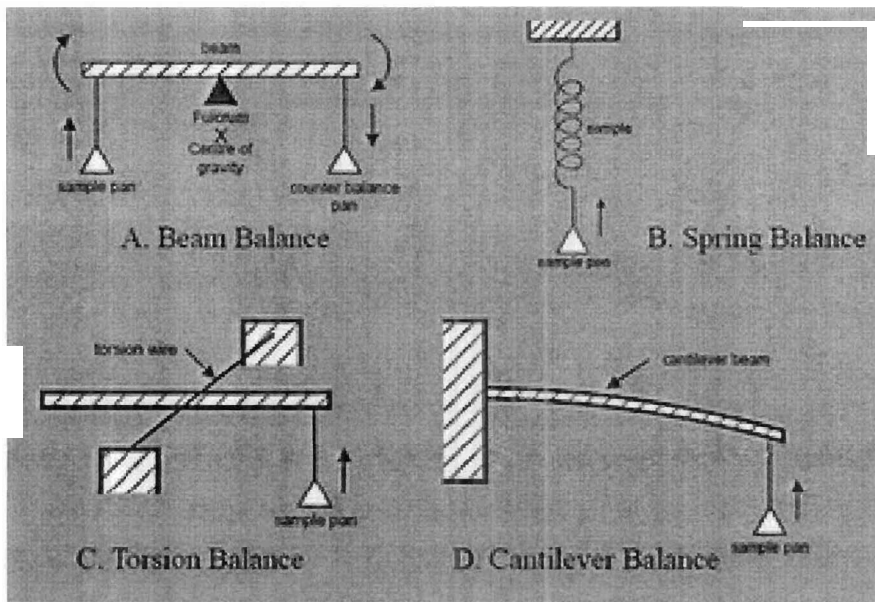
Berbagai jenis desain *thermobalance* dapat dijumpai secara komersil, jenis-jenisnya berdasarkan pada penyediaan informasi kuantitatif cuplikan dalam range massa, antara 1 mg - 100 g. Jenis balance yang umum digunakan adalah yang memiliki range antara 5-20 mg. Prinsip yang terjadi adalah adanya perubahan massa cuplikan menyebabkan defleksi pada beam yang terpapar sorotan cahaya antara lampu dan satu atau dua fotodiode. Ketidaksetimbangan pada fotodiode diamplifikasi dan masuk pada bagian E, dimana bagian ini berada diantara kutub dari magnet yang permanent oleh F. Adanya peningkatan medan magnet menyebabkan beam kembali pada kondisi awal. Peningkatan fotodiode dimonitor dan ditransformasi menjadi informasi dalam bentuk massa atau kehilangan massa oleh system akuisisi data.

Timbangan bekerja pada 3 prinsip :

1. *null-balance*: pada posisi nol sama dengan jumlah sinar yang memancar pada dua *photodiode*. Bila timbangan bergerak tidak sama dengan nol, maka terjadi ketidakseimbangan jumlah cahaya yang memancar pada dua *photodiode*. Arus dialirkan ke *meter movement* untuk mengembalikan timbangan pada posisi nol. Jumlah arus yang dialirkan sama dengan nilai kehilangan berat atau penambahan berat.
2. *Deflection balance*: Perpindahan dari sistem mekanik itu sendiri melawan perubahan berat dan menetapkan posisi kesetimbangan yang baru.

3. *Pseudo-null balance*: Gabungan kedua sistem. Perubahan berat 'sebagian' dinetralkan dengan gaya pemulih, kemudian defleksi sisa dari posisi null (posisi '0') ditentukan. Perubahan berat total adalah jumlah dari dua efek.

Mekanisme timbangan pada TGA

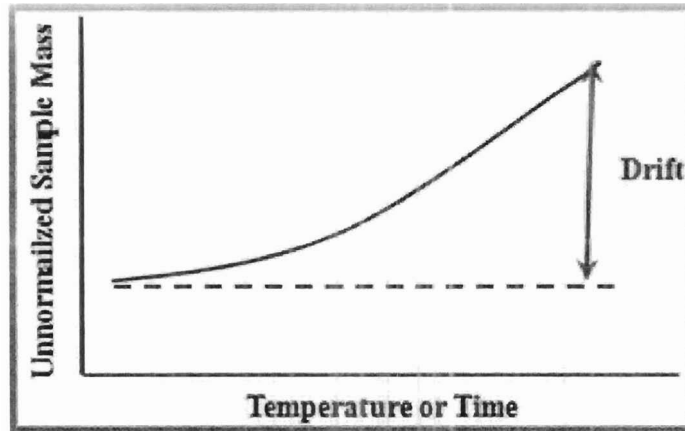


Gambar 3. Berbagai mekanisme timbangan TGA

Preparasi sampel TGA

Memaksimalkan luas permukaan dari sampel untuk meningkatkan resolusi kehilangan berat dan reproduktibilitas temperatur.

Berat sampel : 10-20 mg untuk aplikasi pada umumnya, 50-100 mg untuk pengukuran zat-zat mudah menguap. Kebanyakan TGA memiliki *baseline drift* 0.25% dari 10 mg sampel.



Gambar 1. Penampilan kuantifikasi TGA *baseline*

3. Aplikasi TGA

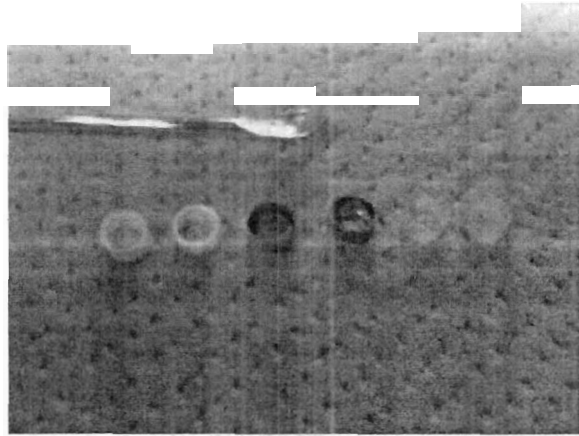
Analisa TGA banyak digunakan untuk mengkarakterisasi dan menentukan material. TGA dapat digunakan pada banyak industri seperti pada lingkungan, makanan, farmasi, petrokimia dan biasanya dengan *evolved gas analysis*.

Kebanyakan pengujian TGA menggunakan sampel yang dialiri gas inert. Hal tersebut dilakukan agar sampel hanya bereaksi terhadap suhu selama dekomposisi. Saat sampel dipanaskan pada atmosfer inert proses terjadi suatu proses yang biasanya disebut pirolisis. Pirolisis merupakan dekomposisi kimia dari material organik dengan pemanasan saat tidak adanya oksigen atau reagen lainnya. Berikut ini merupakan beberapa aplikasi penggunaan TGA:

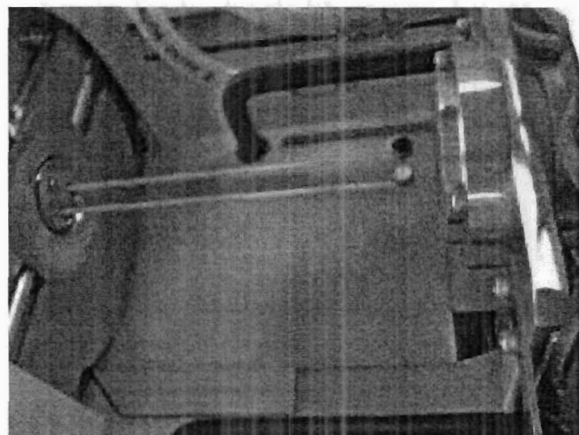
- a. Menentukan perubahan temperatur dan berat karena adanya reaksi dekomposisi yang biasanya memungkinkan untuk menentukan analisa komposisi kuantitatif.
- b. Menentukan kelembaban, kandungan solvent atau filler.
- c. Mengetahui peristiwa reduksi atau oksidasi.

- d. Memungkinkan menganalisa reaksi dengan air, oksigen, atau gas reaktif lainnya.
 - e. Dapat digunakan untuk mengukur laju penguapan, seperti pengukuran emisi yang mudah menguap pada campuran liquid.
 - f. Memungkinkan penentuan temperatur curie pada transisi magnetik dengan mengukur temperatur dimana kekuatan yang diberikan oleh sebuah magnet didekatnya akan menghilang pada saat dipanaskan dan akan muncul kembali saat didinginkan.
 - g. Membantu mengidentifikasi material plastik dan organik dengan menentukan temperatur dari bond scissions pada atmosfer inert atau oksidasi di udara atau oksigen
 - h. Mengukur berat dari *fiberglass* dan isi material inorganik di plastik, laminat, cat ,primer dan material komposit dengan membakar resin dari polimer. Kemudian isi dari material tersebut dapat diidentifikasi dengan XPS dan atau mikroskop. Isi material tersebut dapat berupa *carbon black*, TiO_2 , $CaCO_3$, $MgCO_3$, Al_2O_3 , $Al(OH)_3$, $Mg(OH)_2$, bubuk, tanah liat kaolin, silika, dan lain - lain.
4. Cara penggunaan alat TGA

Cara pemakaian alat ini sangatlah mudah. Material yang berupa serbuk cukup dimasukkan kedalam cawan kecil dari bahan platina, atau alumina ataupun teflon seperti pada gambar dibawah ini. Pemilihan bahan dari cawan ini perlu disesuaikan dengan bahan uji. Pastikan bahan uji tidak bereaksi dengan bahan cawan serta tidak lengket ketika dipanaskan.



Analisa memerlukan juga bahan standar sebagai referensi dan penyeimbang dari timbangan mikro. Biasanya dipakai alumina sebagai standar yang juga perlu dimasukkan dalam cawan. Alumina dan bahan uji kemudian dimasukkan kedalam alat TGA seperti gambar dibawah ini.

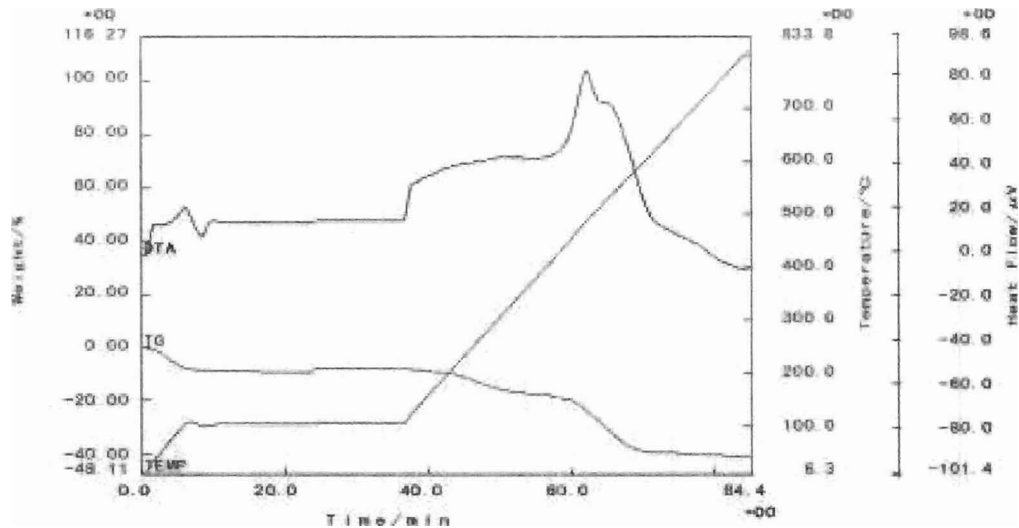


Yang perlu dilakukan dengan sangat hati - hati adalah ketika meletakkan cawan - cawan diatas pan timbangan. Karena lengan dari pan timbangan sangat mudah patah sehingga dalam menempatkan dan mengambil kontainer perlu dilakukan dengan hati - hati.

Setelah sampel dimasukkan maka kita bisa memprogram urutan pemanasannya. Pemanasan bisa diprogram sesuai dengan kebutuhan misalkan kita bisa mengatur memanaskan sampel sampai 110 C dan ditahan 10 menit kemudian pemanasan dengan cepat dilanjutkan sampai 900 C kemudian suhu diturunkan menjadi 600 C ditahan selama 30 menit. Kita dapat memprogram temperatur dan juga kecepatan pemanasan, alat ini

bisa memanaskan sampai sekitar 1000 C dengan kecepatan sampai 100 C/menit atau lebih tergantung tipe alat.

Dibawah ini contoh hasil analisa TGA dari sampel yang mengandung karbon.



Untuk garis hijau adalah grafik weight loss (TG) fungsi waktu, sedangkan merah adalah temperatur fungsi waktu sedangkan biru adalah DTA fungsi waktu. Bisa dilihat pada grafik TG pada suhu sekitar 100 C, 200 C dan 500 C terjadi penurunan berat yg signifikan yg kemungkinan besar dikarenakan kehilangan air, unsur volatil dan karbon secara berurutan.

Lecture Note # 14

DTA (Differential Thermal Analysis)

1. Pengertian dan prinsip dasar

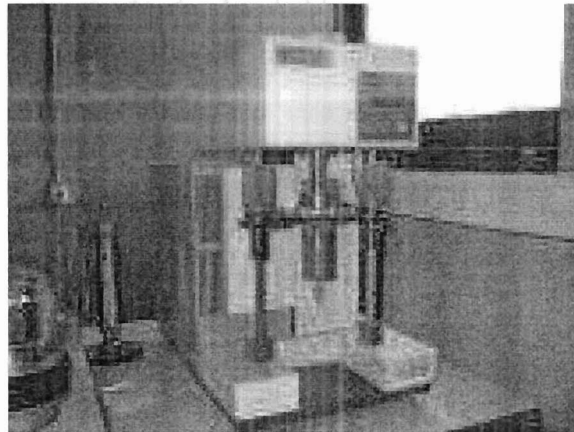
Differential Thermal Analysis (DTA) adalah suatu teknik analisis termal dimana perubahan material diukur sebagai fungsi temperatur. DTA digunakan untuk mempelajari sifat thermal dan perubahan fasa akibat perubahan entalpi dari suatu material. Selain itu, kurva DTA dapat digunakan sebagai *finger print* material sehingga dapat digunakan untuk analisis kualitatif. Metode ini mempunyai kelebihan antara lain instrument dapat digunakan pada suhu tinggi, bentuk dan volume sampel yang fleksibel, serta dapat menentukan suhu reaksi dan suhu transisi sampel.

Prinsip analisis DTA adalah pengukuran perbedaan temperatur yang terjadi antara material sampel dan pembanding sebagai hasil dari reaksi dekomposisi. Sampel adalah material yang akan dianalisis, sedangkan material referensi adalah material dengan substansi yang diketahui dan tidak aktif secara termal. Dengan menggunakan DTA, material akan dipanaskan pada suhu tinggi dan mengalami reaksi dekomposisi. Dekomposisi material ini diamati dalam bentuk kurva DTA sebagai fungsi temperatur yang diplot terhadap waktu. Reaksi dekomposisi dipengaruhi oleh efek spesi lain, rasio ukuran dan volume, serta komposisi materi.

Suhu dari sampel dan pembanding pada awalnya sama sampai terdapat kejadian yang mengakibatkan perubahan suhu seperti pelelehan, penguraian, atau perubahan struktur kristal sehingga suhu pada sampel berbeda dengan pembanding. Bila suhu sampel lebih tinggi daripada suhu pembanding maka perubahan yang terjadi adalah eksotermal. Begitu pula sebaliknya, bila suhu sampel lebih rendah daripada suhu pembanding maka perubahan yang terjadi disebut endotermal (West, 1984).

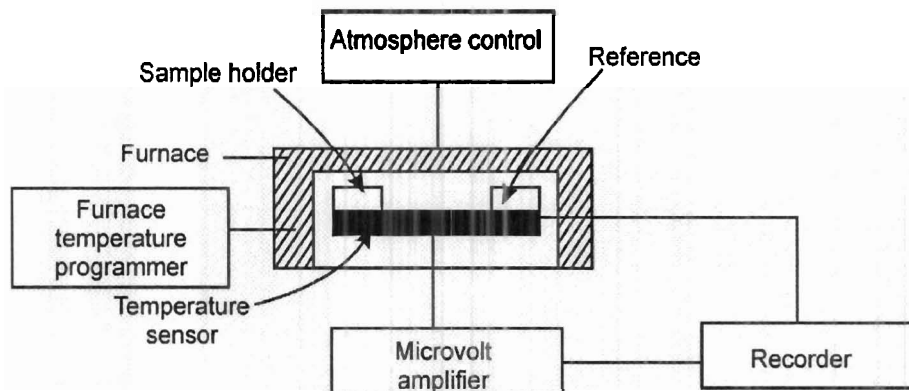
Umumnya, DTA digunakan pada range suhu 190 - 1600 °C. Sampel yang digunakan sedikit, hanya beberapa miligram. Hal ini dilakukan untuk

mengurangi masalah gradien termal akibat sampel terlalu banyak yang menyebabkan berkurangnya sensitivitas dan akurasi instrumen.



Gambar 1. Peralatan DTA

2. Skema Alat DTA



Gambar 2. Skema alat DTA

Komponen dasar dari peralatan DTA adalah :

a. Rangkaian Furnace

Nikrom (alloy Nikel dan Chromium) Furnace bisa digunakan untuk menghasilkan temperatur hingga 1300°C , alloy Platinum menghasilkan temperatur 1750°C dan Molybdenum (Mo) untuk menghasilkan temperatur yang lebih dari 2000°C serta untuk menghasilkan temperatur yang lebih tinggi lagi digunakan spesial tipe pemanas induksi berfrekuensi tinggi.

b. Temperature Regulating systems

Untuk mengatur temperatur yang dihasilkan furnace digunakan regulator elektronik.

c. Specimen holder

Tempat sampel dan pembanding didesign agar bisa menampung material yang berukuran sangat kecil dan memberikan efek panas yang baik. Tempat ini bisa berupa Pt, Ni, stainless steel, Ag dan Alloys seperti Pt-Rh. Selain itu juga bisa digunakan material keramik seperti : alumina buatan, silika, fire-clay, gelas tahan panas, dan graphite.

d. Pengukur temperatur

Alloys Pt-Rh sering digunakan sebagai thermocouple untuk mengukur temperatur. Sedangkan untuk suhu diatas 2000°C digunakan Alloys W-Mo sebagai thermocouple. Thermocouple yang berupa lapisan tipis dimasukan kedalam tempat sampel dan pembanding.

e. Temperatur Recording Systems

Berfungsi untuk mencatat perbedaan temperatur antara sampel dan pembanding

f. Amplifier

Peningkat daya panas digunakan microvolt amplifier

g. Atmosfir control

Berfungsi untuk mengatur kondisi atmosfer.

Tahap kerja DTA adalah sebagai berikut :

- Memanaskan heating block
- Ukuran sampel dengan ukuran material referensi sedapat mungkin identik dan dipasangkan pada sampel holder
- Thermocouple harus ditempatkan berkontak secara langsung dengan sampel dan material referensi
- Temperatur di heating block akan meningkat, diikuti dengan peningkatan temperatur sampel dan material referensi
- Apabila pada thermocouple tidak terdeteksi perbedaan temperatur antara sampel dan material referensi, maka tidak terjadi perubahan fisika dan kimia pada sampel. Apabila ada perubahan fisika dan kimia, maka akan terdeteksi adanya ΔT .

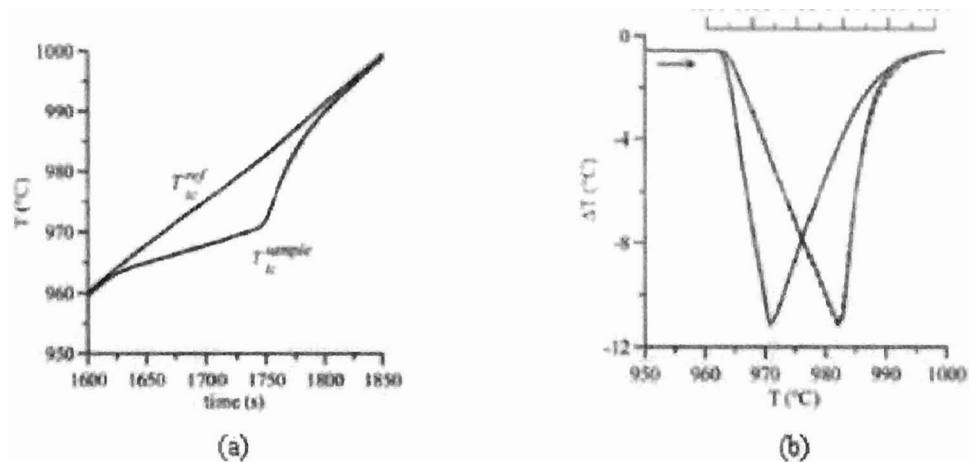
3. Aplikasi DTA

Differential thermal analysis merupakan analisis termal yang menggunakan referensi sebagai acuan perbandingan hasilnya, material referensi ini biasanya material inert. Sampel dan material referensi dipanaskan secara bersamaan dalam satu dapur. Perbedaan temperatur sampel dengan temperatur material referensi direkam selama siklus pemanasan dan pendinginan.

DTA melibatkan pemanasan atau pendinginan dari sampel pengujian dan sampel referensi dibawah kondisi yang identik saat dilakukan perekaman dalam berbagai perbedaan temperatur antara sampel dan referensi. Perbedaan temperatur ini lalu di plot berdasarkan waktu atau temperatur.

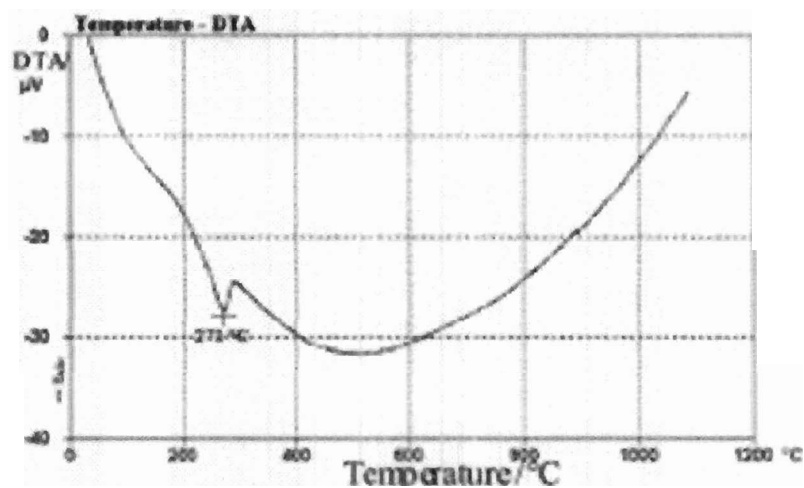
Differential temperatur juga dapat meningkat diantara dua sampel inert saat respon mereka ke perlakuan panas yang diberikan tidak identik. DTA digunakan untuk studi sifat termal dan perubahan fasa yang tidak mengakibatkan perubahan entalpi. Hasil pengujian DTA ini merupakan kurva yang menunjukkan diskontinuitas pada temperatur transisi dan kemiringan kurva pada titik tertentu akan tergantung pada konstitusi mikrostruktur sampel pada temperatur tersebut.

Kurva DTA secara garis besar adalah kurva perbedaan temperatur antara material sampel dengan material referensi. Kurva DTA dapat digunakan sebagai *finger print* untuk tujuan identifikasi. Area dibawah peak kurva DTA dapat diidentifikasi sebagai perubahan entalpi dan tidak dipengaruhi oleh kapasitas panas sampel. Pada Gambar 3 ditunjukkan contoh kurva DTA dari perak murni



Gambar 3. Kurva DTA dari analisa perak murni

DTA banyak digunakan untuk mengkarakterisasi sampel yang terbuat dari clay atau material karbonat. Keterbatasan dari DTA ini adalah sensitivitasnya yang cukup rendah. Seperti contoh pada Gambar 4, peak kurva DTA dari mineral limonite yang ditunjukkan hanya satu, hal ini diakibatkan oleh kecilnya kuantitas panas yang dikeluarkan sehingga sulit untuk dideteksi.



Gambar 4. Kurva DTA dari Limonite

Meskipun begitu, kurva DTA dapat merekam transformasi apakah panas didalam chamber itu diserap atau dikeluarkan. DTA sangat membantu untuk memahami hasil dari XRD, analisis kimia dan mikroskopi. Keuntungan dari DTA adalah :

- dapat menentukan kondisi eksperimental sampel (baik dengan tekanan tinggi atau vakum)
- instrument dapat digunakan dalam temperatur tinggi
- karakteristik transisi dan reaksi pada temperatur tertentu dapat dideteksi dengan baik

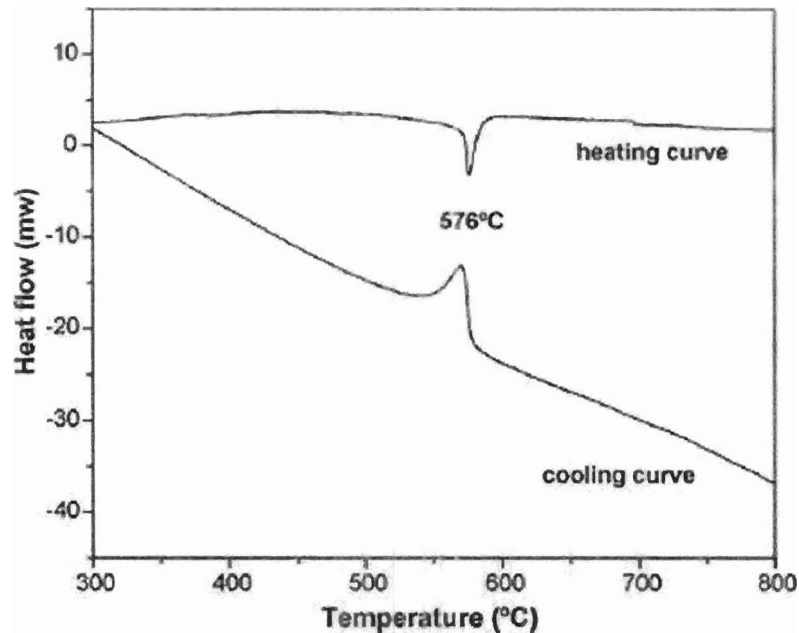
DTA juga dapat digunakan untuk menghitung ukuran kuantitatif seperti pengukuran entalpi. DTA dapat mendeteksi perubahan yang instan pada massa sampel. Perhitungan entalpi oleh DTA adalah dengan menggunakan metode perbedaan massa. Karena DTA memungkinkan sampel mengalami kehilangan berat saat pengukuran, DTA sangat berguna untuk material dengan dekomposisi yang cukup intensif seperti elastomer, material eksotermik, dll. Berikut faktor-faktor yang mempengaruhi hasil pengujian DTA :

- Berat sampel
 - Ukuran partikel
 - Laju pemanasan
- Kondisi atmosfer
 - Kondisi material itu sendiri

Jadi dapat didefinisikan kalau DTA adalah teknik untuk merekap perbedaan temperatur antara sampel material dengan material referensi terhadap waktu atau temperatur, dimana kedua spesimen diperlakukan dibawah temperatur yang identik didalam lingkungan pemanasan atau pendinginan pada laju yang dikontrol.

Contoh Pembacaan Termogram pada DTA :

Pembentukan $MgAl_2O_4$ dan MgO dari Al-Mg alloy/quartz (>99% silika kristalin) dapat diamati dengan teknik DTA :



Gambar 5. Kurva DTA Al-MgO

Puncak endotermis yang tajam pada 576°C menunjukkan terjadinya transformasi fase dari a menjadi b-quartz. a-quartz memiliki struktur trigonal dengan ikatan yang kuat antar silika tetrahedron dalam jaringan strukturnya dan menunjukkan simetri kristalografi rendah. Pada temperatur yang lebih tinggi, tetrahedron akan terpisah dan membentuk simetri tinggi dan struktur kristal heksagonal (b-quartz). Transisi fase ini tampak mulai terjadi pada temperatur 550°C dan akan berjalan dengan sempurna hingga temperatur 590°C seperti yang tampak pada kurva di atas.

Karakterisasi dengan menggunakan DTA banyak dilakukan oleh banyak peneliti karena perbedaan karakteristik material terhadap perilaku panas yang unik. Misalnya pada penelitian yang telah dilakukan oleh A. Schilling dan M. Reibeltl, DTA memiliki kegunaan untuk mengukur variasi entropi. Differential-thermal analysis (DTA) banyak digunakan pada bidang kimia dan material untuk mengetahui termodinamika dari sebuah reaksi dan transisi fasa. Pada banyak kasus, pengukuran metode DTA digunakan untuk mengetahui secara kualitatif sifat termodinamika suatu material di atas temperature.

Pada penelitian yang dilakukan oleh Grega Klancnik dkk, *differential-thermal analysis* (DTA) digunakan untuk mengetahui sifat termodinamika, dimana sifat tersebut akan dapat memberitahui mengenai perilaku material pada proses pemanasan yang berbeda, pada kondisi inert atau tidak, lingkungan oksidasi atau reduksi serta pada tekanan gas yang berbeda.

Differential Thermal Analysis (DTA) merupakan suatu teknik di mana suhu dari suatu sampel dibandingkan dengan material inert. Suhu dari sampel dan pembanding pada awalnya sama sampai ada kejadian yang mengakibatkan perubahan suhu seperti pelelehan, penguraian, atau perubahan struktur kristal sehingga suhu pada sampel berbeda dengan pembanding. Bila suhu sampel lebih tinggi daripada suhu pembanding maka perubahan yang terjadi adalah eksotermal, dan endotermal bila sebaliknya. Pada penelitian yang telah dilakukan oleh Djulia Onggo dan Hamzah Fansuri, ternyata DTA juga dapat digunakan untuk menentukan aktivitas dan suhu di mana reaksi oksidasi CO mulai terjadi dengan adanya katalis.

DTA dapat digunakan untuk mengidentifikasi sidik jari (finger print), namun pada aplikasinya DTA lebih banyak digunakan untuk menentukan diagram fasa, pengukuran perubahan panas dan dekomposisi pada tingkat atmosphere yang berbeda. Seperti pada penelitian yang dilakukan oleh Jiaqian Qin dkk yang menggunakan metode DTA untuk mendeteksi temperatur dekomposisi fasa dan kestabilan thermal pada material Ti_2AlC dalam keadaan tekanan tinggi yaitu pada tekanan hidrostatik sampai dengan 5 Gpa. Penggunaan DTA juga dilakukan pada penelitian oleh Zhiqiang Zhang dkk untuk mencari mekanisme reaksi yang terjadi pada sistem Fe-Ti- B_4C . Pada penelitian tersebut, data yang dihasilkan oleh DTA akan dibandingkan dengan semua kemungkinan reaksi yang dapat terjadi, sehingga ditemukan reaksi yang terjadi pada sistem tersebut. Selain itu, DTA juga telah secara luas digunakan pada bidang farmasi dan industry makanan.

DTA juga banyak digunakan untuk menentukan temperatur sintering dan dipadukan dengan *thermo-gravimetric analysis* (TGA) dapat menentukan atmosfer yang digunakan untuk cukup melindungi proses sintering. Alat tersebut juga dapat digunakan untuk menentukan kinetika reaksi,

termasuk kinetika kristalisasi dari paduan Fe-B amorf. Dengan menggunakan DTA, mekanisme reaksi dari aluminium borat dengan aluminium nitrit dan mekanisme oksidasi dari material keramik (seperti $\text{AlN-TiB}_2\text{-TiSi}_2$) dapat diketahui. Secara umum, DTA digunakan untuk karakterisasi intermetalik.

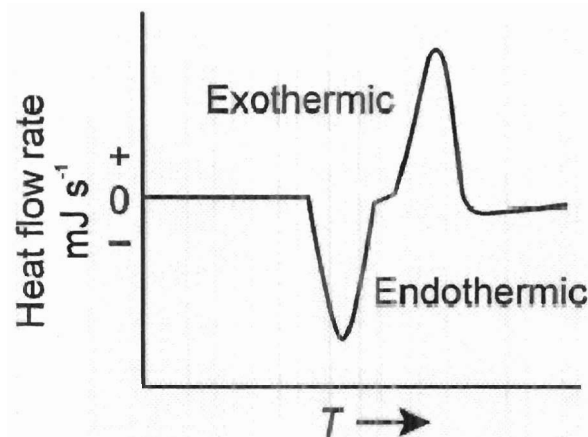
DTA juga digunakan pada ilmu kimia dari pencampuran bahan baku cement, penelitian mineralogi dan studi mengenai lingkungan. Selain itu DTA juga dapat digunakan untuk mengetahui umur dari fosil yang ditemukan atau untuk studi material archeological.

Lecture Note # 15

DSC (Differential Scanning Calorimetry)

1. Pengertian dan Prinsip dasar

DSC adalah suatu teknik analisa termal yang mengukur energi yang diserap atau diemisikan oleh sampel sebagai fungsi waktu atau suhu. Ketika transisi termal terjadi pada sampel, DSC memberikan pengukuran kalorimetri dari energi transisi dari temperatur tertentu.



Gambar 1. Tipe Kurva DSC

DSC merupakan suatu teknik analisa yang digunakan untuk mengukur energi yang diperlukan untuk mengukur energi yang diperlukan untuk membuat perbedaan temperatur antara sampel dan pembanding mendekati nol, yang dianalisa pada daerah suhu yang sama, dalam lingkungan panas atau dingin dengan kecepatan yang teratur. Terdapat dua tipe sistem DSC yang umum digunakan, yaitu :

- Power - Compensation DSC
- Heat - flux DSC
- Hyper DSC

Power - Compensation DSC

Pada *Power - Compensation DSC*, suhu sampel dan pembanding diatur secara manual dengan menggunakan tungku pembakaran yang sama dan terpisah. Suhu sampel dan pembanding dibuat sama dengan mengubah daya masukan dari kedua tungku pembakaran. Energi yang dibutuhkan untuk melakukan hal tersebut merupakan ukuran dari perubahan entalpi atau perubahan panas dari sampel terhadap pembanding.

Heat - Flux DSC

Sampel dan referensinya dihubungkan dengan jalur aliran panas dengan tahanan yang rendah. Sampel dan referensi berada pada furnace yang sama atau satu. Perubahan entalpi atau kapasitas panas pada sampel menyebabkan perbedaan temperatur relatif terhadap referensi. Perbedaan temperatur ini direkam dan dihubungkan dengan perubahan entalpi pada sampel menggunakan hasil uji kalibrasi. Ini merupakan modifikasi dari DTA dengan perbedaan hanya pada sampel dan referensi yang memiliki jalur aliran panas yang bagus. Kelebihan energi yang terjadi antara sampel dan referensi dihindarkan menggunakan penghubung dari metal sehingga hanya terjadi sedikit perbedaan temperatur antara keduanya. Perbedaan temperatur sampel dan referensi proporsional terhadap aliran panas antara keduanya.

Karena termokopel tidak menempel langsung pada spesimen maka akan terdapat perbedaan antara panas pada spesimen dengan yang terukur sehingga ΔT tidak sama dengan $T_s - T_r$ dimana T_s adalah temperatur sampel dan T_r adalah temperatur referensi. Cara mengatasinya dengan mempertahankan pada temperatur T' (temperatur transisi) dan direkam dengan kurva DSC terhadap kesetimbangan. Cara ini membutuhkan alat yang lebih rumit atau dengan cara referensi yang dibiarkan kosong pada percobaan pertama dan mengisinya dengan referensi pada percobaan kedua sehingga selisih antara yang pertama dengan kedua adalah ΔT_r .

Pada dasarnya heat flux DSC ada tiga jenis, yaitu:

a. The Disk type measuring system

Karakteristik utamanya adalah aliran panas dari furnace melewati disk yang memiliki konduktivitas termal medium. Crucible material adalah Al, Al₂O₃, grafit, Y₂O₃, Pt/Rh dengan Al₂O₃ didalamnya atau emas dan lain-lain. Kecepatan pendinginan 10 K/menit. Konstanta waktu 3 detik dan 10 detik.

b. The Cylinder type measuring system

Menggunakan dua aluminium silinder yang diletakkan paralel dan simetris pada furnace. Crucible yang digunakan adalah dari stainless steel. Tipe silinder ini memiliki volume yang lebih besar sehingga mempunyai konstanta waktu yang lebih lama yaitu 4 menit. Pengukuran yang dilakukan pada range temperatur yang lebar yaitu -196 s.d 1500°C. Maksimum kecepatan panas 1K/menit.

c. The Turret type measuring system

Sampel menggunakan silinder kecil yang berlubang. Sangat ideal digunakan untuk mengetahui kemurnian logam. Sejauh ini Turrent measureing system yang paling baik dan bersaing dengan kompensasi DSC dan mikro DSC karena panas berpindah melalui dinding tipis silinder sehingga jalur konduktivitas sangat pendek tercapai. Tipe crucible disebut sebagai T zero sensor memiliki peralatan yang hampir sama dengan DSC klasik. Kecepatan panas 200 K/menit. Waktu konstan hampir sama dengan nol.

Hyper Disk DSC

Merupakan tipe power kompensasi DSC terbaru dengan resolusi yang tinggi. Memiliki sensitifitas yang tinggi dan memiliki kecepatan panas 500K/menit.

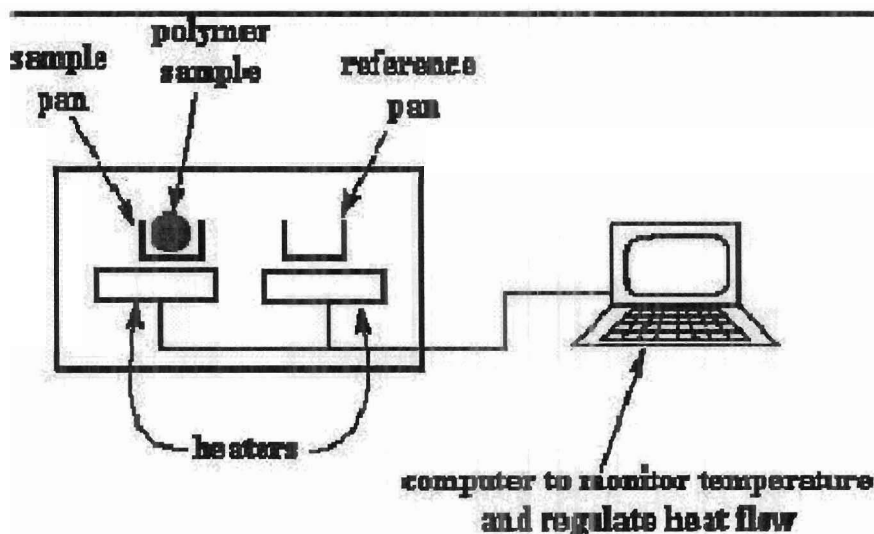
2. Prinsip Kerja

Prinsip kerjanya sangat sederhana dimana satu pan diisi dengan sampel uji, sedangkan pan yang lain diisi dengan material referensi. Kedua pan berada diatas heater. Kemudian dengan memberikan perintah melalui komputer, heater akan dinyalakan dan sekaligus menentukan specific heat yang diinginkan. Melalui pemograman komputer, kecepatan panas akan

dikendalikan yang tentu saja panas yang ada dideteksi dengan sensor temperatur yang kemudian sinyalnya diterima oleh komputer dan komputer akan memberi perintah pada heater untuk mempertahankan specific heatnya. Pada dasarnya heat flux DSC dan power compensation DSC memiliki persamaan prinsip. Perbedaannya hanya pada sistem pengukuran diferensial energi, dimana pada power compensation DSC menggunakan heater kedua (secondary heater) untuk mengkompensasi perbedaan temperatur antara sampel dan referensi. Sedangkan pada heat flux DSC teknik, flux panas akan melalui sampel dan referensi dipantau pada output.

DSC mirip dengan DTA. Sampel dan referen inert juga digunakan pada DSC namun sel-nya didisain secara berbeda. Pada beberapa sel DSC, sampel dan referen dipertahankan pada suhu sama selama program pemanasan. Dalam hal ini, input panas ekstra ke sampel (atau ke referen bila sampel mengalami perubahan eksotermik) yang diperlukan untuk menjaga keseimbangan, akan diukur. Pada sel DSC lain, perubahan suhu antara sampel dan referen diukur, seperti halnya DTA, namun dengan pengaturan tertentu pada desain sel, respon yang dihasilkan adalah kalorimetrik.

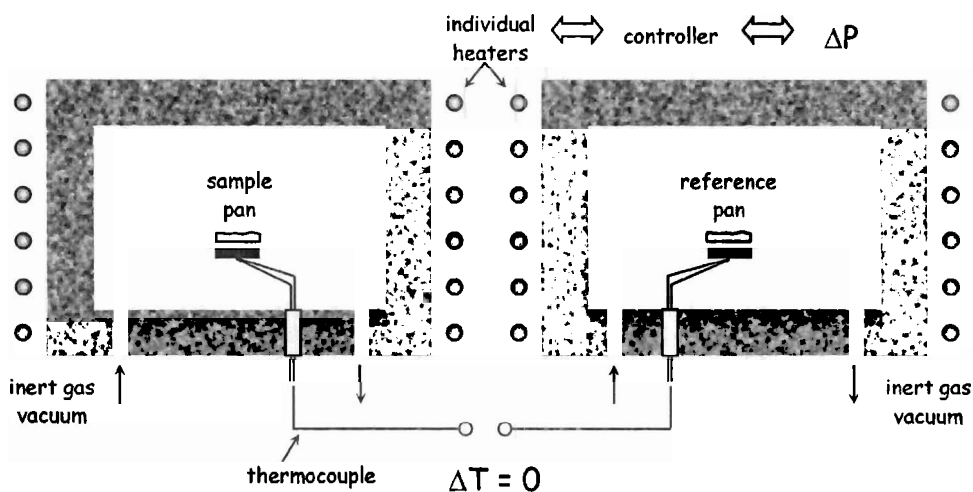
3. Skema alat DSC



Gambar 3. Skema sederhana DSC

Power Compensation DSC :

- sample holder : Al or Pt pans
- sensors : Pt resistance thermocouples
separate sensors and heaters for the sample and reference
- furnace : separate blocks for sample and reference cells
- temperature controller : differential thermal power is supplied to the heaters to maintain the temperature of the sample and reference at the program value



Heat Flux DSC :

Sample holder:

- sample and reference are connected by low-resistance heat flow path
- Al or Pt pans placed on constantan disc

Sensors:

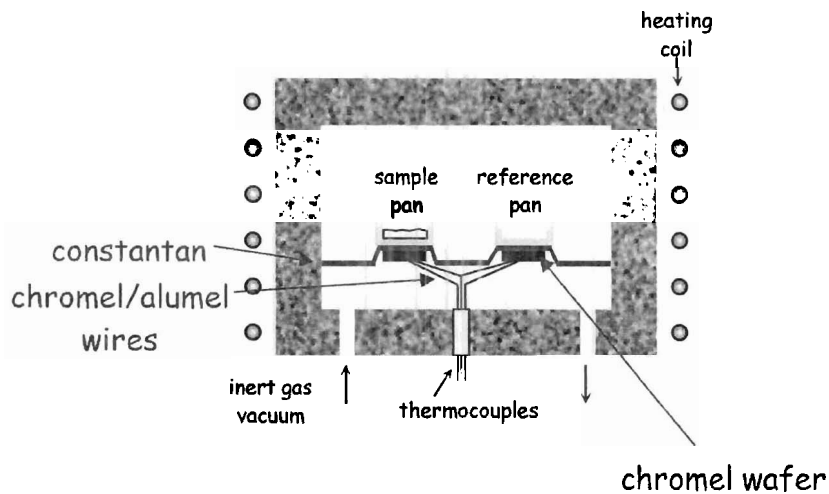
- chromel®-constantan area thermocouples (differential heat flow)
- chromel®-alumel thermocouples (sample temperature)

furnace:

- one block for both sample and reference cells

temperature controller:

- the temperature difference between the sample and reference is converted to differential thermal power, dDq/dt , which is supplied to the heaters to maintain the temperature of the sample and reference at the program value



4. Aplikasi DSC

Teknik ini banyak digunakan di berbagai aplikasi, baik sebagai uji kualitas rutin dan sebagai alat penelitian. Peralatan ini mudah untuk dikalibrasi dengan menggunakan indium leleh rendah pada 156.5985°C , dan merupakan metode yang cepat dan dapat diandalkan dalam analisis termal. Bidang aplikasi DSC antara lain :

a. Polimer

DSC digunakan secara luas untuk menguji polimer guna memeriksa komposisinya. Titik leleh dan temperatur transisi kaca untuk banyak polimer tersedia dari kompilasi standar, dan metode yang dapat menunjukkan degradasi polimer dimungkinkan oleh penurunan titik leleh (T_m). T_m tergantung pada berat molekul polimer, sehingga nilai yang lebih rendah akan memiliki titik lebur yang lebih rendah dari yang diharapkan. Persentase kristalinitas dari polimer dapat ditemukan dari puncak kristalisasi pada grafik DSC dimana fusi panas dapat dihitung dari daerah di bawah puncak penyerapan. DSC juga dapat digunakan untuk mempelajari degradasi termal polimer. Impuritis dalam polimer dapat ditentukan dengan memeriksa termogram untuk puncak anomali, dan plasticizer dapat dideteksi pada titik-titik karakteristik ketika mendidih.

b. Kristal cair

DSC digunakan dalam penelitian kristal cair. Ketika beberapa bentuk materi berubah dari padat ke cair dimana melalui kondisi ketiga yang menampilkan sifat-sifat dari kedua fase. Cairan anisotropic dikenal

sebagai kristalin cair atau kondisi mesomorphous. Dengan menggunakan DSC menjadi hal yang mungkin untuk mengamati perubahan energi kecil yang terjadi sebagai materi transisi suatu kristal dari padat ke cair dan dari kristal cair ke cairan isotropik.

c. Stabilitas oksidasi

Menggunakan DSC untuk mempelajari stabilitas oksidasi sampel umumnya membutuhkan ruang sampel kedap udara. Biasanya, uji tersebut dilakukan secara isothermal (pada temperatur konstan) dengan mengubah atmosfer sampel. Pertama, sampel dibawa ke temperatur uji yang diinginkan di bawah atmosfer inert, biasanya berupa nitrogen. Kemudian, oksigen ditambahkan ke dalam sistem. Setiap oksidasi yang terjadi diamati sebagai penyimpangan (deviasi) dalam baseline. Analisis tersebut dapat digunakan untuk menentukan stabilitas dan kondisi penyimpanan yang optimal untuk bahan atau senyawa.

d. Penyaring keamanan

DSC membuat alat penyaring keamanan dini. Dalam mode ini sampel akan ditempatkan di wadah non-reaktif (biasanya dari emas atau baja berlapis emas), yang akan mampu menahan tekanan (~100 bar). Kehadiran suatu peristiwa eksoterm dapat digunakan untuk menilai stabilitas zat terhadap panas. Namun, karena kombinasi dari sensitivitas yang relatif rendah, laju pemindaian yang lebih lambat dari biasanya (biasanya 2-3°/menit dikarenakan wadah jauh lebih berat), dan energi aktivasi yang tidak diketahui, sehingga perlu untuk mengurangi sekitar 75-100°C dari kondisi mula dari eksoterm yang diamati untuk menyarankan temperatur maksimum suatu material. Data lebih akurat dapat diperoleh dari kalorimeter adiabatik, tetapi uji dapat memakan waktu 2-3 hari dari ambient pada laju kenaikan 3°C per-setengah jam.

e. Analisis obat

DSC banyak digunakan dalam industri farmasi dan polimer. Untuk ahli kimia polimer, DSC adalah alat yang berguna untuk mempelajari proses curing, yang memungkinkan fine tuning sifat polimer. Molekul polimer cross-linking yang terjadi dalam proses curing bersifat eksotermis, menghasilkan puncak positif dalam kurva DSC yang biasanya muncul setelah transisi gelas. Dalam industri farmasi perlu memiliki senyawa obat yang baik, dimana untuk menentukan parameter proses. Misalnya, jika perlu untuk memberikan obat dalam bentuk

amorf, maka dilakukan memproses obat pada dibawah temperatur dimana kristalisasi dapat terjadi.

f. Analisa kimia umum

Penurunan titik beku dapat digunakan sebagai alat analisis kemurniandimana dianalisis dengan DSC. Hal ini dimungkinkan karena temperatur dimana campuran senyawa mencair tergantung pada jumlah relatif. Akibatnya, senyawa kurang murni akan menunjukkan puncak mencair yang diperluas, yang dimulai pada temperatur lebih rendah dari senyawa murni.

g. Ilmu Pangan

Dalam penelitian ilmu pangan, DSC digunakan dalam hubungannya dengan teknik analisis termal lainnya untuk menentukan dinamika air. Perubahan distribusi air mungkin berkorelasi dengan perubahan tekstur. Serupa dengan studi ilmu material, efek curing pada produk panganan juga dapat dianalisis.

h. Logam

Dalam beberapa dekade terakhir, teknologi ini telah terlibat dengan studi bahan logam. Bahan leleh rendah seperti solder mudah diuji. Hal ini diketahui bahwa adalah mungkin untuk menggunakan DSC untuk menemukan temperatur solidus dan liquidus dari paduan logam, tetapi saat ini aplikasi terluas adalah studi tentang precipitate dan zona Guiner-Preston.

Lecture Note # 16

PRAKTIKUM SEM

Pada Praktikum ini mahasiswa akan dibagi menjadi empat kelompok dimana masing - masing kelompok akan menganalisa satu sampel oksida logam dengan menggunakan instrument SEM. Adapun oksida logam yang akan dianalisa adalah :

1. TiO_2
2. ZnO
3. CuO
4. SnO

Setelah menganalisa oksida logam tersebut mahasiswa harus melaporkan hasil praktikumnya secara berkelompok dan mempersentasikannya didepan kelas agar bisa didiskusikan dengan teman-temannya yang lain.