

---

**UNIVERSITI SAINS MALAYSIA**

Peperiksaan Semester Pertama  
Sidang Akademik 2004/2005

Oktober 2004

**KAA 507 – Analisis Permukaan dan Terma**

Masa : 3 jam

---

Sila pastikan bahawa kertas peperiksaan ini mengandungi LIMA muka surat yang bercetak sebelum anda memulakan peperiksaan ini.

Jawab LIMA soalan.

Jika calon jawab lebih daripada lima soalan, hanya lima soalan pertama mengikut susunan dalam skrip jawapan akan diberi markah.

1. (a) Sebutkan prinsip asas analisis terma yang membolehkan dianggap sama dengan sistem analisis kimia. (5 markah)
- (b) (i) Sebutkan perbezaan asas antara analisis termogravimetri (TGA) dengan analisis kalorimeter kebezaan imbasan (DSC). Apakah kelebihan dan kelemahan masing-masingnya?  
(ii) Berikan jenis-jenis relau yang sering digunakan dalam kedua-dua sistem ini.  
(iii) Apakah kelebihan dan kelemahan sistem relau menegak dengan mendatar bagi TGA ? (8 markah)
- (c) Jika anda diminta untuk menentukan ketulenan sesuatu sampel, apakah kaedah terma yang akan anda gunakan. Terangkan mengapa dan bagaimana harus anda memilih kaedah analisis ini. (7 markah)
2. (a) Apakah yang membezakan antara Analisis Kebezaan Terma (DTA) dengan DSC dari segi penggunaan dan interpretasi keluk data? Nyatakan dua jenis relau bagi masing-masing alat. (5 markah)
- (b) Antara DTA dan DSC, mana satu yang paling sesuai untuk membezakan fasa hablur cecair dan berikan bentuk keempat-empat fasa hablur cecair yang anda kenal. (5 markah)
- (c) Pelbagai interaksi berlaku apabila alur elektron bertenaga tinggi dipancarkan pada permukaan sampel pepejal yang nipis ( $<200 \mu\text{m}$ ) yang berada pada keadaan vakum yang tinggi.  
(i) Terangkan EMPAT hasil interaksi tersebut dan jelaskan bagaimana hasil interaksi itu dianalisis serta maklumat analisis yang dapat diperoleh daripada interaksi tersebut.  
(ii) Jelaskan kepentingan keadaan vakum yang tinggi dalam analisis permukaan moden.  
(iii) Nyatakan faktor yang mempengaruhi isipadu interaksi dan tunjukkan bahagian isipadu tersebut yang memberikan isyarat bagi elektron sekunder, elektron Auger dan sinar-X. (10 markah)

3. (a) Apakah prinsip asas termodilatometri (TD) dan apakah perbezaan antara pengukuran mutlak dengan pengukuran kebezaan?  
(3 markah)
- (b) Dalam pengukuran terma dialometri masalah yang utama ialah mengesan pengembangan yang sangat sukar diperolehi dengan jitu. Sebutkan tiga jenis transduser yang boleh diguna dan bincangkan kebaikan dan kelemahan masing-masingnya.  
(7 markah)
- (c) Kaedah mikroanalisis prob elektron (EPMA) menggunakan pengesan hablur tunggal (WDS) sedangkan kaedah analisis mikroskop elektron imbasan pada mod serakan tenaga sinar-X (SEM-EDS) menggunakan pengesan keadaan pepejal (SSD).
- (i) Jelaskan prinsip pengesanan sinar-X pada kedua-dua jenis pengesan tersebut.
- (ii) Terangkan EMPAT kelebihan dan kekurangan kaedah analisis EPMA berbanding dengan analisis SEM-EDS.
- (iii) Sekiranya anda ingin menganalisis permukaan sampel keluli, kaedah analisis yang manakah yang akan anda gunakan?  
(10 markah)
4. (a) Berikan prinsip asas Analisis Dinamik Mekanik (DMA) dan apakah kelebihan penggunaan kaedah DMA berbanding dengan Analisis Termomekanik (TMA)? Berikan dua contoh penggunaan bagi masing-masingnya.  
(5 markah)
- (b) Kebanyakan bahan berkoloid mempunyai nisbah keluasan terhadap isipadunya yang tinggi. Salah satu kaedah penentuan luas permukaan bahan ini adalah menggunakan gas nitrogen sebagai molekul penduga.
- (i) Sebutkan prasyarat yang patut ada pada nitrogen dan zat penjerap supaya mendapat nilai luas permukaan yang jitu.
- (ii) Berikan alasan mengapa gas nitrogen lebih umum digunakan berbanding gas-gas lain seperti helium atau argon.  
(7 markah)

- (c) *Atomic force microscopy* (AFM) dan *Scanning tunnelling microscopy* (STM) merupakan dua kaedah nanoanalisis terkini.
- (i) Jelaskan dengan ringkas prinsip analisis dan perbezaan antara AFM dan STM.
  - (ii) Terangkan peranan vakum dalam analisis AFM.
  - (iii) Nyatakan kelebihan dan kekurangan analisis STM dan AFM berbanding dengan mikroskop elektron imbasan (SEM)

(8 markah)

5. (a) Dengan menggunakan data daripada suatu eksperimen penjerapan gas nitrogen ke atas suatu zeolit, dapatkan:

$P/P^{\circ}$	Isipadu $\text{cm}^3 \text{g}^{-1}$ , STP
0.001	9.206
0.0048	11.4714
0.0156	13.7428
0.0411	16.0967
0.0616	17.3011
0.0773	18.0694
0.1195	19.7713
0.1496	20.817
0.251	23.9085
0.2707	24.5141
0.3112	25.7484
0.3513	26.9894
0.3895	28.1978
0.4493	30.1919
0.6127	36.9336
0.7953	49.4185
0.8991	64.1551
0.9461	79.7776
0.9797	115.7609
0.9887	143.1338
0.9802	140.4958
0.9667	126.2431
0.9063	77.6127
0.7498	50.8009
0.5463	38.1059
0.4958	35.7224
0.4318	30.209
0.4135	29.3494
0.3862	28.3165
0.3381	26.7375

...5/-

- (i) Keluk isoterma dan nyatakan jenisnya.
- (ii) Luas permukaannya secara BET dan titik tunggal.
- (iii) Bincangkan secara ringkas mengenai sifat zeolit ini.

(20 markah)

6. (a) Apakah berbezaan prinsip asas antara penentuan luas permukaan secara gas atau wap dengan penusukan merkuri? Bincangkan.

- (i) Terangkan batas-batas kejituan kedua-dua kaedah ini.
- (ii) Nyatakan dua kaedah lain yang juga sering digunakan dalam pengukuran luas permukaan sesuatu sampel.

(9 markah)

(b) Jika anda ingin menentukan sifat permukaan sesuatu pepejal, selain menggunakan kaedah penjerap gas atau wap, elektron mikroskopi dan terma analisis, terangkan secara ringkas dua kaedah lain yang boleh anda lakukan bagi melengkapi atau membantu anda menerangkan sifat permukaan pepejal tersebut. Jelaskan mengapa anda memilih kaedah tersebut.

(6 markah)

(c) Spektroskopi kehilangan tenaga elektron (EELS) merupakan pelengkap kepada kaedah mikroskopi elektron transmisi (TEM).

- (i) Jelaskan prinsip dan maklumat analisis EELS tersebut.
- (ii) Terangkan dengan ringkas bagaimana EELS dapat digunakan untuk menentukan struktur dan komposisi suatu hablur.

(5 markah)