

Oktober 2003

KAA 507 – Analisis Permukaan dan Terma

Masa: 3 jam

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

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

1. (a) Pelbagai interaksi berlaku apabila suatu alur elektron bertenaga 20 keV dipancarkan kepada suatu sampel pepejal pukal yang berada pada tekanan 10^{-6} torr.
 - (i) Nyatakan TIGA jenis interaksi yang berlaku dan nyatakan jenis maklumat yang boleh diperolehi daripada setiap interaksi tersebut.
 - (ii) Nyatakan faktor yang mempengaruhi isipadu interaksi dan nyatakan bahagian isipadu tersebut yang memberikan isyarat bagi elektron sekunder, elektron Auger dan sinar-X.
 - (iii) Apakah kepentingan vakum yang tinggi dalam analisis permukaan moden?

(10 markah)
- (b) Salah satu kaedah dalam menentukan sifat permukaan pepejal adalah berdasarkan penjerapan gas. Dengan bantuan rajah, tunjukkan secara kuantitatif bagaimana anda dapat menentukan luas permukaan tentu suatu pepejal tak berliang, pepejal berliang mikro dan berliang meso.

(10 markah)
2. (a) Pertimbangkan kaedah analisis mikroanalisis prob elektron (EPMA) dan kaedah spektroskopi fotoelektron sinar-X (XPS).
 - (i) Jelaskan dengan ringkas perbezaan utama antara kedua-dua kaedah analisis tersebut.

- (ii) Apakah yang dimaksudkan dengan anjakan kimia dalam analisis XPS? Jelaskan dengan ringkas kepentingan anjakan kimia dalam menentukan struktur suatu sampel.
- (iii) Sekiranya anda ingin memastikan sama ada suatu sampel silikon itu tulen atau tercemar dengan silikon dioksida, kaedah analisis yang manakah yang akan anda gunakan? Jelaskan dengan ringkas jawapan anda.

(10 markah)

- (b) Analisis termogravimetri (TGA) merupakan suatu kaedah penentuan sifat kesan suhu terhadap sesuatu bahan.

- (i) Namakan komponen asas bagi peralatan termogravimetri.
- (ii) Jelaskan kedudukan susunan alternatif bagi relau, sampel dan perlindungan bagi sebuah alat termoimbangan yang umum.
- (iii) Apakah ciri-ciri terbaik bagi sebuah relau moden?

(6 markah)

- (c) Penggunaan TGA adalah terbatas. Jika anda diminta membuat analisis terhadap suatu sampel $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ menggunakan TGA, bagaimana anda boleh pastikan yang bahan itu adalah kuprum sulfat bukannya bahan lain?

(4 markah)

3. (a) Data berikut adalah dirujuk kepada penjerapan n-butana pada 273 K ke atas suatu sampel serbuk tungsten yang memiliki luas permukaan tentu $6.5 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ (diperolehi daripada pengukuran penjerapan nitrogen pada 77 K).

Tekanan relatif, P/P_0	0.04	0.10	0.16	0.25	0.30
Isipadu gas terjerap (cm^3 (STP) g^{-1})	0.33	0.46	0.54	0.64	0.70

Dengan menggunakan persamaan BET, hitunglah luas permukaan satu molekul n-butana yang terjerap ke atas liputan ekalapisan dan bandingkan dengan nilai $32.1 \times 10^{-20} \text{ m}^2$ yang dianggarkan daripada ketumpatan n-butana cecair. Seterusnya, anggarkan haba penjerapan net di dalam lapisan pertama molekul terjerap.

[Tekanan wap tepu n-butana, $P_0 = 810 \text{ mm Hg}$ pada 273 K]

(10 markah)

- (b) *Atomic force microscopy* (AFM) dan *Scanning tunneling microscopy* (STM) merupakan dua kaedah analisis permukaan yang terkini.
- (i) Jelaskan dengan ringkas prinsip analisis dengan kaedah AFM dan STM.
 - (ii) Apakah kelebihan dan kekurangan analisis STM berbanding dengan mikroskop elektron imbasan (SEM)?
 - (iii) Apakah yang dimaksudkan dengan resolusi atom, resolusi imej dan resolusi tenaga dalam analisis permukaan moden?
- (10 markah)
4. (a) Apakah perbezaan dan kesamaan bagi Analisis Termal Kebezaan (DTA) dan Kalorimeter Imbasan Kebezaan (DSC). Jelaskan secara ringkas.
(4 markah)
- (b) Penggunaan DSC bagi analisis sifat-sifat polimer dan kesan anti-oksidan banyak digunakan dalam industri. Maklumat apakah yang selalunya dapat diperolehi daripada analisis DSC ke atas suatu polimer.
(6 markah)
- (c) Salah satu kriteria untuk mencirikan sifat permukaan suatu pepejal ialah taburan saiz liangnya. Dengan bantuan rajah tunjukkan dengan lengkap cara bagi menentukan taburan saiz liang bagi suatu pepejal berliang dengan kaedah penjerapan gas dan kaedah porosimetri merkuri. Nyatakan kelebihan dan kekurangan masing-masing kaedah.
(10 markah)
5. (a) Sinar-X yang dihasilkan dalam analisis permukaan pepejal dapat dikesan dan dianalisis dengan menggunakan pengesanan hablur tunggal (WDS) dan pengesanan keadaan pepejal (SSD). Bincangkan dengan ringkas kelebihan dan kekurangan SSD berbanding dengan WDS.
(10 markah)
- (b) Apakah perbezaan antara pengukuran secara mutlak dan pengukuran secara kebezaan bagi termodilatometri? Jelaskan prinsip-prinsip yang terdapat pada dilatometer laser.
(4 markah)

- (c) Jika anda diminta menganalisis satu sampel tentang beberapa sifatnya seperti penusukan, pengembangan, keterikan dan kilasan peralatan manakah yang lebih sesuai digunakan antara TMA atau DMA? Jelaskan mengapa?
(6 markah)
6. (a) Suatu larutan yang terdiri daripada zat terlarut A dan pelarut B telah mengalami penjerapan saingan ke atas suatu pepejal. Dengan bantuan rajah, tunjukkan bagaimana menentukan luas permukaan pepejal tersebut berdasarkan penjerapan di atas.
(10 markah)
- (b) Terangkan secara ringkas tentang penggunaan termodilatometri berserta DUA contoh yang lazim digunakan dalam industri.
(4 markah)
- (c) Spektroskopi kehilangan tenaga elektron (EELS) merupakan pelengkap kepada kaedah mikroskopi elektron transmisi (TEM). Jelaskan dengan ringkas dengan bantuan gambar rajah, prinsip analisis EELS tersebut.
(6 markah)