

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Semester Pertama
Sidang Akademik 2001/2002

Sepetember 2001

KAA 507 – Analisis Permukaan Dan Terma

Masa: 3 Jam

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

Jawab sebarang LIMA soalan.

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

1. (a) Penjerapan gas adalah salah satu kaedah dalam mengkaji sifat permukaan pepejal. Terangkan dengan terperinci bagaimanakah anda dapat menentukan luas permukaan tentu pepejal tak berliang dan pepejal berliang?

(10 markah)

- (b) Peralatan analisis permukaan moden terutamanya yang menggunakan sumber elektron dan ion memerlukan keadaan vakum yang sangat tinggi yakni 10^{-4} hingga 10^{-10} torr.

- (i) Jelaskan mengapakah keadaan vakum yang tinggi ini diperlukan?
- (ii) Jika suatu sampel mengandungi air, terangkan apakah ianya boleh dianalisis dengan kaedah mikroskop elektron imbasan (SEM)?
- (iii) Apakah kesan vakum terhadap tempoh hayat sumber elektron yang digunakan?

(10 markah)

.../2-

-2-

2. (a) Pertimbangkan kaedah analisis mikroskop elektron imbasan pada mod serakan tenaga sinar-x (EDX) dan kaedah mikroanalisis prob elektron (EPMA).
- (i) Nyatakan TIGA persamaan dan TIGA perbezaan utama di antara kedua-dua kaedah analisis tersebut.
 - (ii) Dalam analisis EPMA menggunakan pengesanan hablur tunggal (WDS), jelaskan fungsi pengesanan ini dan nyatakan kelebihan dan kekurangannya berbanding dengan pengesanan keadaan pepejal (SSD).

(10 markah)

- (b) Kajian penjerapan gas nitrogen ke atas suatu pepejal mesoliat pada -195°C menghasilkan isoterma jenis IV berdasarkan pengelasan oleh BET. Daripada plot BET didapati nilai pemalar, c , dan kapasiti ekalapisan, V_m , masing-masing ialah 250 dan 150 cm^3 . Luas yang ditempati oleh satu molekul nitrogen ialah 16.2 \AA^2 .

- (i) Tentukan luas permukaan tentu pepejal tersebut.
- (ii) Anggarkan haba penjerapan lapisan pertama. Haba pendam kondensasi ialah $1.35\text{ kcal mol}^{-1}$.
- (iii) Jika jejari liang pepejal adalah $2.30 \times 10^{-7}\text{ cm}$, hitunglah tekanan relatif apabila penyejatan rerambut berlaku. Nyatakan anggapan yang digunakan.

Diberi: tegangan permukaan, γ , dan ketumpatan, ρ , nitrogen pada -195°C masing-masing adalah 8.85 dyne cm^{-1} dan 0.808 g cm^{-3} .

(10 markah)

.../3-

-3-

3. (a) Spektroskopi Jisim Ion Sekunder (SIMS) merupakan kaedah analisis yang penting dalam analisis sesuatu permukaan pepejal.

(i) Apakah yang dimaksudkan dengan ion sekunder dan bagaimanakah ianya dihasilkan?

(ii) Jelaskan prinsip analisis SIMS dan nyatakan TIGA perbezaan yang utama antara analisis SIMS dengan kaedah analisis Spektroskopi Elektron untuk Analisis Kimia (ESCA).

(iii) Terangkan kelebihan dan kekurangan kaedah analisis SIMS.

(10 markah)

(b) Analisis terma merupakan salah satu kaedah pelengkap dalam kimia peralatan.

(i) Berikan perbezaan asas antara Analisis Termagravimetri (TGA) dan Analisis Perbezaan Terma (DTA). Jawapan anda boleh disertakan dengan lakaran graf.

(ii) Apakah kelebihan DTGA berbanding dengan DTA? Bincang secara ringkas berserta dengan contoh.

(iii) Bincangkan dengan ringkas langkah yang patut diambil untuk mendapat data TGA atau DTA yang boleh diterima.

(10 markah)

4. (a) Jika anda dikehendaki membezakan antara produk tulen dan tiruan, peralatan yang manakah akan anda gunakan antara kalorimetri imbasan perbezaan (DSC) dan TGA? Berikan alasan anda.

(5 markah)

(b) Sebuah kilang pengeluaran kertas berlapis polimer menghantarkan sampelnya kepada anda untuk menguji suhu kedutan produknya. Jika di tempat anda terdapat semua jenis kemudahan peralatan terma, kaedah peralatan mana yang akan anda gunakan dan apakah maklumat dan carta data yang akan anda serahkan kepada mereka?

(7 markah)

.../4

-4-

- (c) Taburan saiz liang adalah salah satu kriteria dalam mencirikan sifat permukaan suatu pepejal. Tunjukkan dengan lengkap cara bagi menentukan taburan saiz liang bagi suatu pepejal berliang dengan kaedah penjerapan gas dan kaedah porosimeter merkuri. Nyatakan kelebihan dan kekurangan masing-masing kaedah.

(8 markah)

5. (a) Sebuah syarikat pengimpot bahan kimia telah merasa ragu mengenai sejenis barangan kimia yang dihantar oleh salah satu pembekalnya. Bahan itu ialah kobalt tartarat hidrat, $\text{Co}(\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6) \cdot 2.5\text{H}_2\text{O}$. Dengan menggunakan kaedah terma bagaimana anda ingin menyakinkan pengimpot bahan itu bahan yang tulen?

(10 markah)

- (b) Bagi penjerapan larutan yang terdiri daripada zat terlarut, A, dan pelarut B, ke atas suatu pepejal, terjadi suatu penjerapan saingan di antara kedua komponen ini. Tunjukkan penyelesaian bagi menentukan luas permukaan pepejal tersebut berdasarkan penjerapan di atas.

(10 markah)

6. (a) Suatu permukaan silikon dipercayai tercemar dengan SiO_2 , jelaskan kaedah analisis permukaan yang sesuai bagi memastikan kehadiran SiO_2 pada permukaan silikon.

(6 markah)

- (b) Litar bersepadu yang mengalami kakisan dipercayai mengandungi Cl^- , Fe_3O_4 , NiO dan FeCO_3 . Jelaskan dengan ringkas kaedah-kaedah analisis permukaan yang perlu digunakan bagi menentukan komposisi dan struktur hasil kakisan tersebut.

(10 markah)

- (c) Sebutkan kesamaan dan perbezaan antara analisis termodilatometri (TD) dengan termomekanikal dilatometri (TMA). Jelaskan jawapan anda dengan memberikan contoh.

(4 markah)

-oooOooo-