
UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Semester Pertama
Sidang Akademik 2005/2006

November 2005

KAA 507 – Analisis Permukaan dan Terma

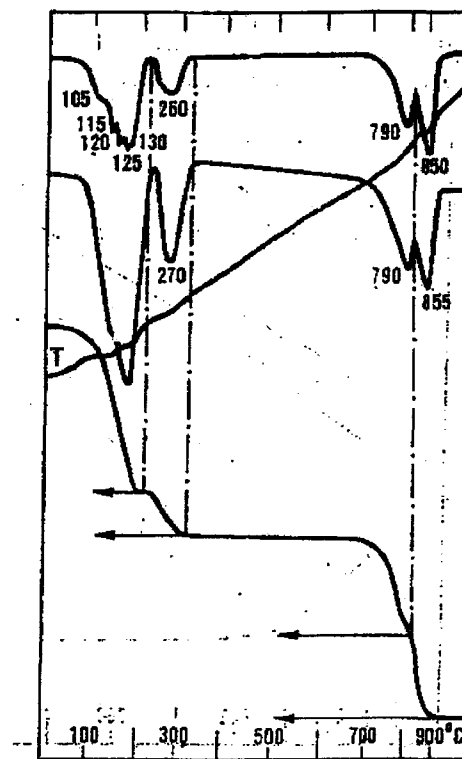
Masa : 3 jam

Sila pastikan bahawa kertas peperiksaan ini mengandungi **EMPAT BELAS** 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) (i) Apakah yang dimaksudkan analisis terma dan terangkan bagaimana teknik ini boleh dianggap sebagai satu kaedah analisis?
- (ii) Namakan komponen asas bagi peralatan analisis termogravimetri (TGA) dan namakan jenis maklumat yang boleh anda perolehi dari pada keluk TG dan keluk terbitannya (DTG) (5 markah)
- (b) Rajah di bawah menunjukkan tiga termogram berkaitan dengan TG, DTGA dan analisis terma pembezaan (DTA) bagi kupram sulfat hidrat ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$). Tanda dan jelaskan setiap termogram serta terangkan mengapa DTGA lebih peka berbanding DTA?



Suhu

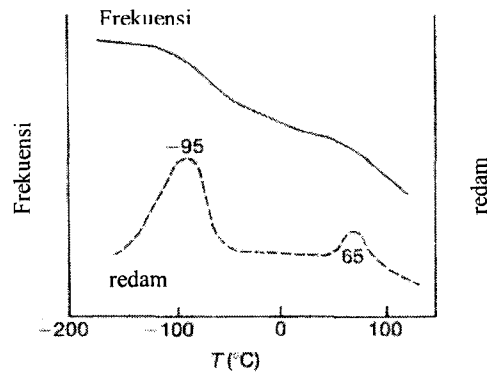
(5 markah)

- (c) Spektroskopi fotoelektron sinar-X (XPS) adalah teknik analisis permukaan yang mampu mengukur perubahan tenaga ikatan suatu atom dalam persekitaran kimianya.
- (i) Jelaskan dengan ringkas prinsip asas teknik analisis XPS dengan menyatakan sumber pancaran, jenis sampel, pengecaman isyarat yang terhasil dan bentuk spektrum XPS.

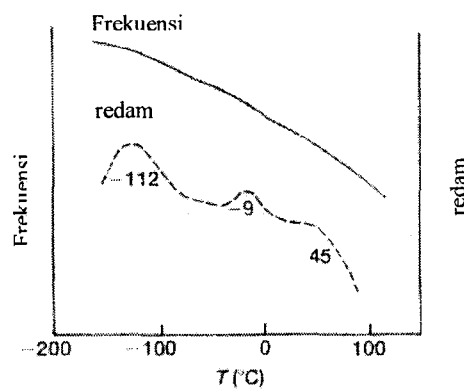
...3/-

- (ii) Apakah yang dimaksudkan dengan anjakan kimia dalam XPS? Jelaskan dengan memberikan contoh bagaimana nilai anjakan kimia ini dapat digunakan dalam penentuan struktur molekul.
- (iii) Bincangkan dengan ringkas kelebihan XPS berbanding dengan spektroskopi elektron Auger (AES).
- (10 markah)
2. (a) Apakah yang membezakan antara DTA dengan DSC dari segi peralatan dan menginterpretasi keluk data? Terangkan beberapa faktor yang mungkin menyumbang kepada perolehan data yang berulang.
- (6 markah)
- (b) Terangkan secara ringkas perbezaan antara DSC fluks-haba dengan DSC kuasa berpampasan? Nyatakan semua maklumat yang akan anda perolehi daripada termogram DSC bagi sesuatu organik polimer.
- (4 markah)
- (c) Analisis komposisi dengan menggunakan mikroskop elektron imbasan pada mod serakan tenaga sinar-X (SEM-EDX) amnya dianggap sebagai analisis kualitatif.
- (i) Jelaskan dengan ringkas bagaimana sinar-X itu dihasilkan, dikesan dan dianalisis pada SEM.
- (ii) Terangkan dengan bantuan gambar rajah, TIGA jenis artifak atau kekeliruan isyarat sinar-X yang biasanya berlaku semasa analisis menggunakan SEM-EDX.
- (iii) Jelaskan kenapa teknik mikroanalisis prob elektron (EPMA) dianggap lebih kuantitatif berbanding dengan SEM-EDX.
- (10 markah)
3. (a) (i) Terangkan perbezaan antara pengukuran secara mutlak dan pengukuran secara perbezaan bagi termodilatometri (TD). Jelaskan perbezaan prinsip asas dan kebaikan antara transduser laser dilatometer dan transduser optoelektronik bila digunakan sebagai transduser dalam TD.
- (ii) Jelaskan secara ringkas penggunaan termodilatometri yang banyak digunakan dalam industri berserta dengan dua contoh.

- (iii) Di bawah diberikan dua data (hasil) analisis mekanik dinamik (DMA) bagi dua sampel polietilena yang berbeza. Terangkan sifat kedua-dua polietilena berikut.



(a) Polietilena linear



(b) Polietilena bercabang

(10 markah)

- (c) Suatu sampel pepejal polihablur mengandungi campuran oksida besi (Fe_3O_4 , Fe_2O_3 dan FeOOH).
- Jelaskan dengan ringkas teknik analisis permukaan yang perlu digunakan untuk menentukan struktur hablur bagi setiap oksida besi dalam sampel tersebut.
 - Apakah teknik analisis permukaan yang perlu digunakan untuk menentukan komposisi sampel secara kuantitatif?

(10 markah)

...5/-

4. (a) Data berikut menyenaraikan isipadu nitrogen yang terjerap (diturunkan ke S.T.P) ke atas 0.92 gram arang yang diaktifkan pada 0°C.

Tekanan/ kPa	3.7	8.5	15.2	23.6	38.2
Isipadu/cm ³ g ⁻¹	82	106	124	142	173

Tentu wap tepu (P_0) = 101.3 kPa

Tunjukkan bahawa data ini sesuai dengan suatu pernyataan isoterma penjerapan Langmuir dan taksirkan pemalar-pemalarnya. Hitunglah luas permukaan sesifik sampel arang yang diaktifkan itu, jika luas keratan rentas molekul nitrogen ialah 16.2 \AA^2 .

(6 markah)

- (b) Nyatakan lima kriteria yang digunakan dalam membezakan penjerapan fizik dan penjerapan kimia. Lukiskan dalam gambarajah yang sama keluk tenaga keupayaan yang skemats bagi (i) penjerapan fizik (ii) penjerapan kimia bagi suatu gas dwiatom X_2 atas suatu permukaan logam M. Tunjukkan tenaga pengaktifan serapan kimia. Berikan justifikasi mengenai rupa bentuk dan kedudukan relatif keluk-keluk tersebut.

(4 markah)

- (c) Spektroskopi jisim ion sekunder (SIMS) merupakan teknik analisis permukaan yang sangat sensitif dan spesifik.

- (i) Terangkan dengan ringkas prinsip asas SIMS dengan menyatakan bagaimana ion sekunder itu dihasilkan, dianalisis dan bentuk spektum SIMS yang terhasil.
- (ii) Bincangkan kenapa kuantifikasi spektrum SIMS sukar dilakukan.
- (iii) Bagaimanakah analisis profil ketebalan dilakukan dengan SIMS dan apakah kelebihan analisis ketebalan ini berbanding dengan XPS?

(10 markah)

5. (a) Berdasarkan teori BET (Brunauer, Emmett dan Teller), model jerapan bagi penyerapan yang apabila bilangan lapisan molekul terjerap dihadkan kepada bilangan tertentu n , pada takat tepu, BET akan menghasilkan persamaan berikut:

$$\frac{X}{X_m} = \frac{c(p/p_0)}{1 - p/p_0} \cdot \frac{1 - (n+1)(p/p_0)^n + n(p/p_0)^{n+1}}{1 + (c-1)(p/p_0) - c(p/p_0)^{n+1}}$$

X adalah jumlah terjerap pada tekanan relatif p/p_0 , X_m adalah jumlah terjerap untuk muatan monolapisan, n adalah bilangan lapisan molekul terjerap dan c ialah suatu pemalar.

Tunjukkan bahawa persamaan ini boleh disederhanakan bagi menunjukkan jenis isoterma jerapan Langmuir.

(7 markah)

- (b) Data berikut ialah merujuk kepada jerapan gas nitrogen ke atas karbon diaktif daripada sekam padi pada -196°C :

Tekanan relatif	Isipadu terjerap ($\text{cm}^3 \text{g}^{-1}$)
0.001	61.869
0.005	66.336
0.015	70.235
0.041	73.371
0.102	76.072
0.200	77.829
0.311	79.120
0.430	80.103
0.700	81.714
0.900	84.101
0.967	86.623
0.994	88.928
0.944	87.352
0.735	84.668
0.491	83.024
0.411	81.904
0.300	81.151
0.241	80.723
0.109	79.054

- (i) Hitung nilai muatan monolapisan (X_m) secara kaedah titik B, BET dan kaedah titik tunggal.

...7/-

- (ii) Dengan menggunakan nilai X_m secara BET, kiralah luas permukaan spesifik bagi karbon diaktifkan di atas. Bandingkan nilai-nilai permukaan spesifik ini dengan nilai daripada dua kaedah lain tersebut. Dengan mengambil nilai keratan rentas nitrogen ialah 16.2 \AA^2 .
- (iii) Nyatakan jenis isoterma yang diperoleh. Terangkan secara ringkas tentang sifat dan jenis bentuk liang bagi karbon diaktifkan ini.

(13 markah)

6. (a) Apakah berbezaan prinsip asas antara penentuan luas permukaan secara gas atau wap dengan penusukan merkuri? Terangkan batas-batas kejituan kedua-dua kaedah ini. Sebutkan dua kaedah lain yang juga sering digunakan dalam pengukuran luas permukaan sesuatu sampel.

(6 markah)

- (b) Dengan memberikan dua contoh, terangkan secara ringkas keperluan Pegesan gas terbebas (EGD) dan Analisis gas terbebas (EGA) dalam analisis terma. Jelaskan kelebihan dan kelemahan masing-masing kaedah tersebut.

(7 markah)

- (c) (i) Terangkan secara ringkas apa yang dimaksudkan dengan pelakuan kenyalikat/viskoelastik?
- (ii) Dengan bantuan contoh terangkan kesan suhu terhadap keluk tegasan-terikan bagi sampel yang bersifat kenyalikat.

(7 markah)