

---

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

First Semester Examination  
Academic Session 2008/2009

**KAA 507 – Surface and Thermal Analysis**  
*[Analisis Permukaan dan Terma]*

Duration : 3 hours  
*[Masa : 3 jam]*

---

Please check that this examination paper consists of FOURTEEN pages of printed material before you begin the examination.

**Instructions:**

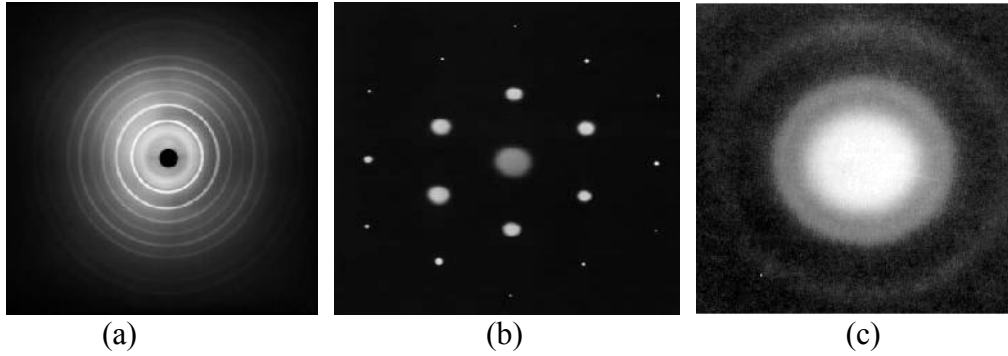
Answer **FIVE** (5) questions. If a candidate answers more than five questions only the first five questions in the answer sheet will be graded.

Answer each question on a new page.

You may answer the questions either in Bahasa Malaysia or in English.

In the event of any discrepancies, the English version shall be used.

1. (a) Three diffraction patterns of electron obtained from a transmission electron microscope (TEM) are given below:

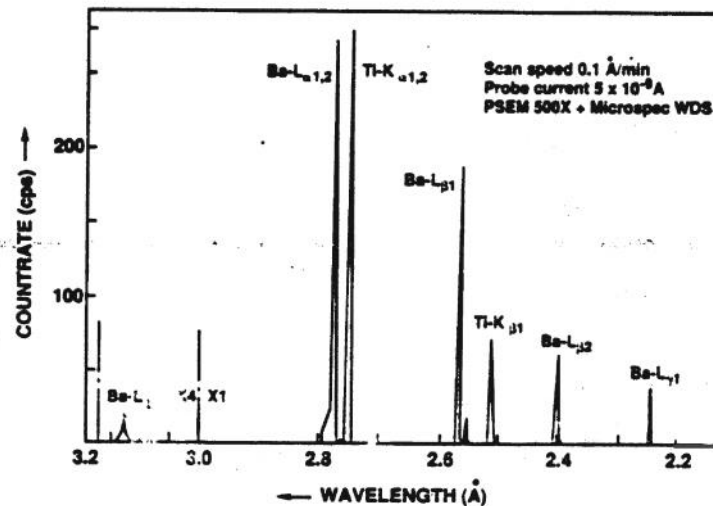
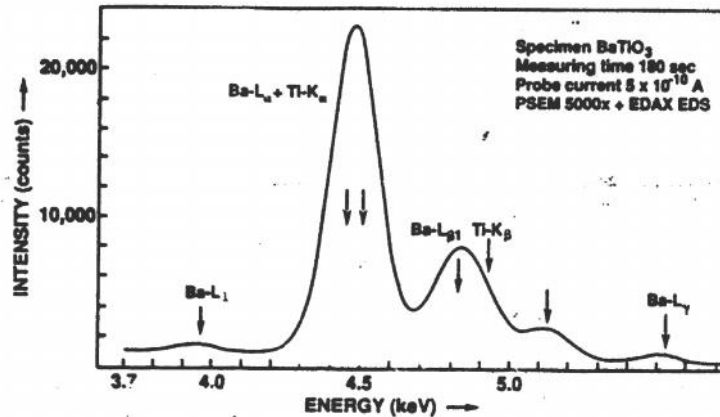


- (i) Specify the type of materials that contribute to the formation of the above patterns.
- (ii) Describe clearly the formation of electron diffraction and how inter-planer spacing can be calculated for each material specified in (i).
- (iii) What are the major advantages and disadvantages of electron diffraction technique compared to the X-ray diffraction technique.

(10 marks)

- 3 -

- (b) A barium titanate ( $\text{BaTiO}_3$ ) sample was analysed by using energy dispersive spectrometer (EDS) and wavelength dispersive spectrometer (WDS). The spectra obtained are given below:



Briefly compare the above spectra based on the resolution and effectiveness of both techniques for surface analysis.

(5 marks)

- (c) What is meant by interaction volume when a specimen is being bombarded with an electron beam? Sketch the region of interaction volume by indicating all possible generated secondary electrons. Briefly discuss the factors affecting the interaction volume.

(5 marks)

...4/-

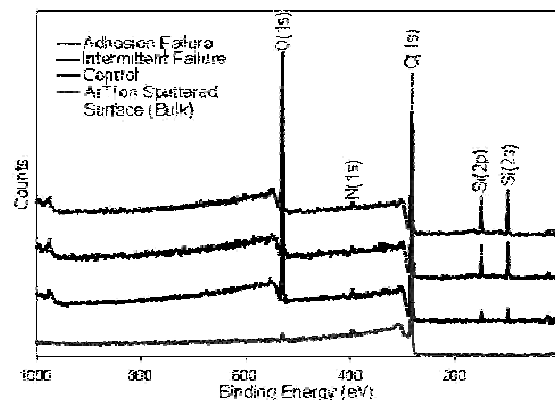
- 4 -

2. (a) An atomic force microscope (AFM) is one of the latest and powerful 3-dimension microscopy for surface analysis.
- Describe briefly how the AFM image is generated.
  - Explain briefly the modes of operation of AFM and compare the advantages and disadvantages of one mode to another.

(10 marks)

- (b) Auger electron spectroscopy (AES) is one of the technique for surface analysis.

- What is an Auger electron and how it is generated?
- Sketch the Auger electron for titanium at  $L_2M_{4,5}M_{2,3}$  and  $KL_1M_1$ .
- Both Auger electrons and X-ray radiation are produced during bombardment of electron onto a sample. Briefly explain how to minimize the effect of X-ray in Auger analysis?
- AES spectra from a failure analysis of a painted surface sample is given below:



Explain briefly why the sample is fails.

(10 marks)

...5/-

3. (a) For an adsorption of a gas on a solid, show that the overall interaction energy,  $\phi(z)$ , of a molecule at a distance  $z$  from the surface may be represented by the general expression

$$\phi(z) = \phi_D + \phi_P + \phi_{F\mu} + \phi_R$$

where  $\phi_D$  is the dispersion energy,  $\phi_P$  the energy due to both solid and gas which are polar,  $\phi_{F\mu}$  the energy due to dipole induced dipole, and  $\phi_R$  the repulsion energy.

(10 marks)

- (b) Suitable gas for surface area determination is limited. Discuss the conditions which are required for a gas to be used in this determination.

(10 marks)

4. (a) Show how to determine the pore size distribution of a porous solid using the mercury porosimetry. Compare the method with the gas adsorption. State the advantages and weaknesses of each method.

(10 marks)

- (b) The following data refer to the adsorption of argon at 77 K on the powdered tungsten sample with a specific surface area of  $3.32 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$  (obtained from nitrogen adsorption measurement at 77 K).

Pressure (mmHg)	8.8	22	35.2	55.0	66.0
Volume of adsorbed gas [ $\text{cm}^3$ (STP) $\text{g}^{-1}$ ]	0.33	0.46	0.54	0.64	0.70

- (i) By using the BET equation, calculate the area of one molecule of argon adsorbed on the monolayer coverage.
- (ii) Compare and comment on the value obtained in (i) with the value of  $16.6 \times 10^{-20} \text{ m}^2$  estimated from the density of liquid argon.
- (iii) Estimate the net heat of adsorption in the first layer of adsorbed molecule.

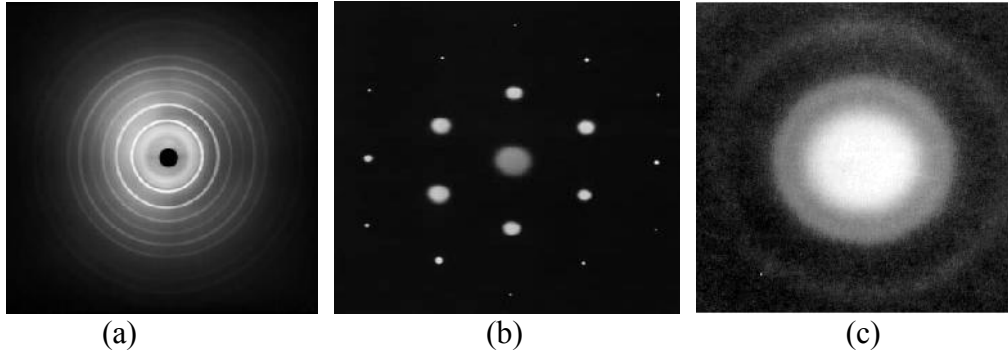
Given: Saturated vapour pressure of argon,  $p^0 = 220 \text{ mm Hg}$  at 77 K.

(10 marks)

...6/-

5. Describe the following for a Differential Scanning Calorimetry (DSC) technique.
- (a) Principles of the technique. (5 marks)
  - (b) Thermal effects or properties measured, giving examples of typical output. (5 marks)
  - (c) Three applications, giving an example of each. (10 marks)
6. Combination of thermal and spectroscopic techniques enables studies of thermal stability, decomposition characteristics, composition, and characterization of evolved gases.
- (a) Name the technique and describe (i) its main components and function, (ii) a typical experimental procedure, and (iii) the main data analysis that can be carried out. (8 marks)
  - (b) The technique has been applied to study the thermal decomposition of poly(vinyl chloride) (PVC) compounded with filler and additive under nitrogen atmosphere.
    - (i) How many major thermal events are expected to be seen if the PVC sample is heated from room temperature to 700 °C at 10°C/min? State the number of events and explain a possible process with respect to each of them.
    - (ii) Sketch a typical Gram-Schmidt profile characteristic of the above PVC decomposition. State the useful information obtainable from it and describe briefly the procedure to determine each of the stated information.
    - (iii) Name the evolved gases and describe their possible origins associated with the components in the PVC resin. (12 marks)

1. (a) Rajah di bawah menunjukkan tiga pola belauan elektron yang diperoleh daripada suatu mikroskop transmisi elektron (TEM).

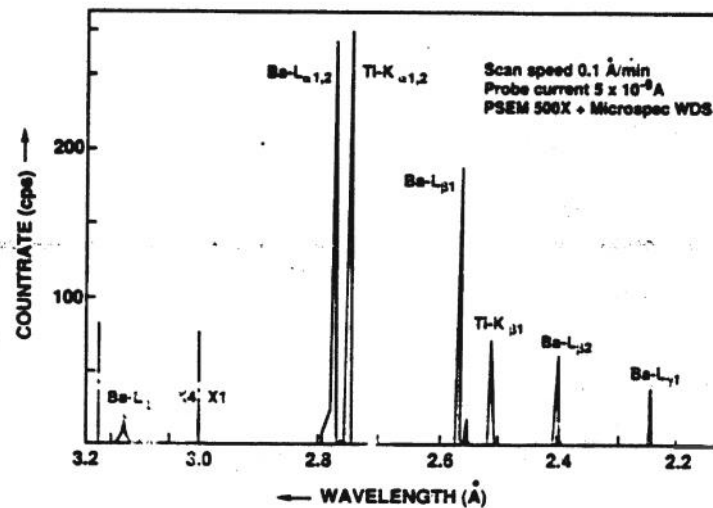
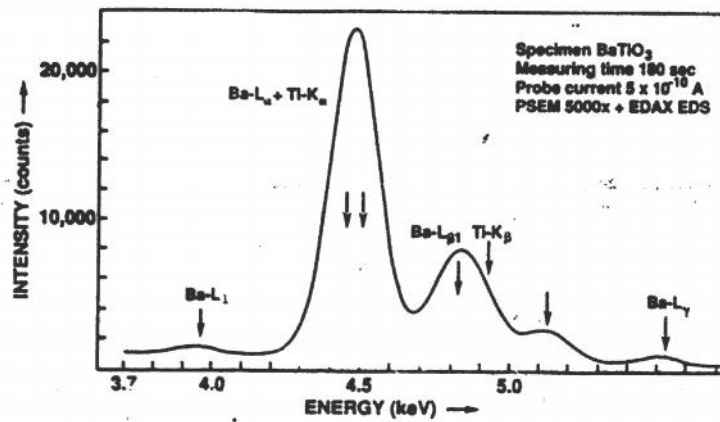


- (i) Tentukan jenis bahan yang menyebabkan pembentukan pola tersebut di atas.
- (ii) Bincangkan dengan jelas pembentukan belauan elektron dan jarak antara satah boleh dikira bagi setiap bahan yang ditentukan di (i).
- (iii) Apakah kebaikan dan keburukan utama teknik pembelauan elektron berbanding dengan teknik pembelauan sinar-X.

(10 markah)

- 9 -

- (b) Suatu sample barium titanat ( $\text{BaTiO}_3$ ) telah dianalisis dengan menggunakan spectrometer sebaran tenaga (EDS) dan spectrometer sebaran jarak gelombang (WDS). Spektra yang diperoleh adalah seperti berikut:



Bandingkan secara ringkas spectra tersebut berdasarkan resolusi dan keberkesanan kedua-dua teknik dalam analisis permukaan.

(5 markah)

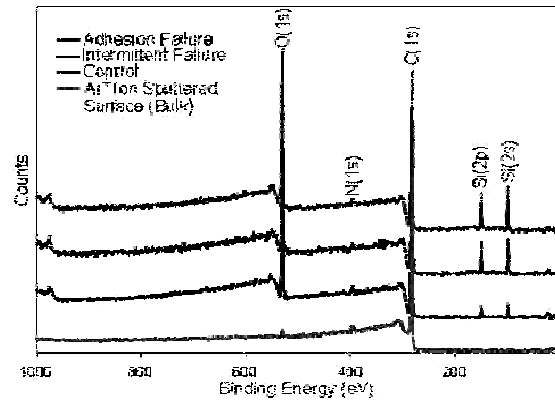
...10/-



- (c) Apakah yang dimaksudkan dengan isipadu interaksi apabila suatu sampel dibedil dengan suatu alur elektron? Lukis skema kawasan isipadu interaksi dengan menunjukkan semua electron yang mungkin terhasil. Bincangkan secara ringkas faktor yang memberi kesan kepada isipadu interaksi.
- (5 markah)
2. (a) Mikroskop daya atom (AFM) adalah suatu mikroskop 3-dimensi terkini dan berkuasa dalam analisis permukaan.
- (i) Bincangkan dengan ringkas bagaimana imej AFM dijanakan.
- (ii) Terangkan secara ringkas mod-mod operasi AFM dan bandingkan kebaikan dan keburukan mod-mod tersebut.
- (10 markah)
- (b) Mikroskop elektron Auger (AES) adalah suatu teknik analisis permukaan.
- (i) Apakah elektron Auger dan bagaimana ia dijanakan?
- (ii) Lukis transisi elektron Auger bagi titanium pada  $L_2M_{4,5}M_{2,3}$  dan  $KL_1M_1$ .
- (iii) Kedua-dua elektron Auger dan sinar-X dihasilkan semasa pembetulan elektron ke atas sample. Terangkan secara ringkas bagaimana untuk meminimumkan sinar-X dalam analisis Auger?

- 11 -

- (iv) Spektra AES daripada analisis kegagalan permukaan sampel dicat adalah seperti dibawah:



Terangkan secara ringkas kenapa sampel tersebut gagal.

3. (a) Bagi suatu penjerapan gas ke atas suatu pepejal, tunjukkan keseluruhan tenaga saling tindak,  $\phi(z)$ , bagi suatu molekul pada jarak  $z$  dengan permukaan dapat diberikan oleh ungkapan umum berikut: (10 markah)

$$\phi(z) = \phi_D + \phi_P + \phi_{F\mu} + \phi_R$$

bagi  $\phi_D$  ialah tenaga penyebaran,  $\phi_P$  tenaga oleh kedua-dua pepejal dan gas berkutub,  $\phi_{F\mu}$  tenaga oleh dwikutub teraruh dwikutub, dan  $\phi_R$  tenaga penolakan.

(10 markah)

- (b) Gas yang sesuai digunakan untuk penentuan luas permukaan pepejal adalah terhad. Bincangkan keadaan yang diperlukan oleh suatu gas dapat digunakan untuk penentuan ini.

(10 markah)

4. (a) Tunjukkan bagaimana cara untuk menentukan taburan saiz liang suatu pepejal berliang dengan menggunakan merkuri porosimetri. Bandingkan kaedah ini dengan penjerapan gas. Nyatakan kelebihan dan kelemahan setiap kaedah.
- (b) Data berikut dirujuk kepada penjerapan argon pada 77 K ke atas sampel serbuk tungsten yang luas permukaannya adalah  $3.23 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$  (diperoleh daripada pengukuran penjerapan gas nitrogen pada 77 K)

Tekanan (mmHg)	8.8	22	35.2	55.0	66.0
Isipadu gas terjerap [ $\text{cm}^3$ (STP) $\text{g}^{-1}$ ]	0.33	0.46	0.54	0.64	0.70

- (i) Dengan menggunakan persamaan BET, hitunglah luas satu molekul argon terjerap pada lapisan ekalapisan.
- (ii) Bandingkan serta beri ulasan terhadap nilai yang diperoleh dalam (i) dengan nilai  $16.6 \times 10^{-20} \text{ m}^2$  yang dianggarkan daripada ketumpatan cecair argon.
- (iii) Anggarkan haba penjerapan net di dalam lapisan pertama molekul terjerap.

Diberi: Tekanan wap tepu argon,  $p^\circ = 220 \text{ mm Hg}$  pada 77 K.

(10 markah)

5. Huraikan perkara berikut mengenai teknik Kalorimetri Imbasan Pembeza.

(a) Prinsip bagi teknik di atas. (5 markah)

(b) Kesan atau sifat terma dengan merujuk kepada contoh output. (5 markah)

(c) Tiga penggunaan dengan merujuk kepada contoh. (10 markah)

6. Gabungan teknik-teknik terma dan spektroskopi membolehkan kajian kestabilan, ciri penguraian, komposisi suatu bahan dan pencirian gas yang terhasil.
- (a) Namakan teknik ini dan seterusnya huraikan (i) komponen-komponen utama serta fungsi masing-masing, (ii) suatu tatacara eksperimen, dan (iii) analisis data utama yang dapat dijalankan. (8 markah)
- (b) Teknik ini telah digunakan bagi kajian penguraian terma poli(vinil klorida) (PVC) yang disebatikan dengan pengisi dan bahan penambah pada keadaan lengai iaitu dalam atmosfera nitrogen.
- (i) Berapakah bilangan penguraian utama yang dijangkakan apabila sampel PVC ini dipanaskan dari suhu bilik ke 700 °C pada kadar 10 °C/min? Nyatakan bilangannya serta jelaskan proses yang mungkin terlibat bagi setiapnya.
- (ii) Lakarkan suatu profil Gram-Schmidt yang mencirikan penguraian PVC di atas. Nyatakan maklumat berguna yang boleh diperolehi daripadanya serta huraikan secara ringkas tatacara menentukan setiap maklumat berkenaan.
- (iii) Namakan gas-gas yang dihasilkan dan asal masing dengan mengkaitkan dengan komponen-komponen dalam resin PVC. (12 markah)