

---

# UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Semester Pertama  
Sidang Akademik 2004/2005

Oktober 2004

## **EBS 333/3 – Pencirian Bahan Kejuruteraan**

Masa: 3 jam

---

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

Kertas soalan ini mengandungi TUJUH soalan.

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

Mulakan jawapan anda untuk setiap soalan pada muka surat yang baru.

Jawab semua soalan dalam bahasa Malaysia.

1. (a) Jelaskan secara ringkas istilah yang disenaraikan di bawah:
- i. Analisa haba
  - ii. Lengkung DTG
  - iii. "Medan pandangan" dalam mikroskop
  - iv. "Jarak kerja" dalam mikroskop

(40 markah)

- (b) Suatu sampel plastik diperkuatkan gentian karbon turut mengandungi gentian kaca. Komposisi sampel adalah seperti di dalam Jadual 1. Sebahagian sampel diambil dan dipanaskan dari 30°C hingga 600°C dalam udara biasa. Plotkan lengkung TGA dan jelaskan setiap perubahan berat yang berlaku.

Jadual 1

Bahan	Berat (gram)
Plastik	100
Gentian Karbon	40
Gentian kaca	25
Lembapan	5

(60 markah)

1. (a) *Describe briefly the terms listed below:*
- (i) *Thermal analysis*
  - (ii) *DTG curve*
  - (iii) *'Field of view' in microscope*
  - (iv) *'Working distance' in microscope*

(40 marks)

- (b) *A plastic reinforced carbon fibre also contains glass fibre. The composition of the sample is shown in Table 1. Small amount of sample was heated from 30°C to 600°C in air. Plot TGA curve and describe each weight change in the curve.*

Table 1

<i>Material</i>	<i>Weight (gram)</i>
<i>Plastic</i>	<i>100</i>
<i>Carbon fibre</i>	<i>40</i>
<i>Glass fibre</i>	<i>25</i>
<i>Moisture</i>	<i>5</i>

(60 marks)

2. (a) Mengapakah kawalan suhu dan atmosfera sangat penting dalam analisis termal? Jelaskan jawapan anda dan berikan dua (2) contoh yang sesuai.

(40 markah)

- (b) Tuliskan nota ringkas berkenaan tajuk di bawah:

- i. Analisis termal mekanikal dinamik (DMTA)
- ii. Analisis termal mekanikal (TMA)

(20 markah)

- (c) Ujian DSC terhadap suatu sampel komposit polimer yang tidak diketahui telah dijalankan dan parameter ujian adalah seperti disenaraikan di bawah ini:

Julat suhu :  $0^{\circ}\text{C} - 1000^{\circ}\text{C}$

Kadar pemanasan :  $5^{\circ}\text{C}$  per minit

Atmosfera : Oksigen ( $\text{O}_2$ )

Berat sampel : 20 gram

Berikan pendapat anda tentang parameter ujian yang diberikan.

(40 markah)

2. (a) *Why the control of temperature and atmosphere is very important in thermal analysis? Please describe your answer and give two (2) suitable examples.*  
(40 marks)

(b) *Write brief description about topic given below:*

- i. *Dynamic mechanical thermal analysis (DMTA)*
- ii. *Thermal mechanical analysis (TMA)*

(20 marks)

- (c) *DSC test was conducted on unknown polymer composite and the parameters involved are listed below:*

*Temperature range: 0°C – 1000°C*

*Heating rate: 5°C per minute*

*Atmosphere: Oksigen (O<sub>2</sub>)*

*Sample weight: 20 gram*

*Give your comment regarding the test parameters.*

(40 marks)

3. (a) *Jelaskan perbezaan antara mikroskop cahaya, mikroskop elektron transmisi (BEM) dan mikroskop elektron imbasan (SEM) dari segi sampel dan penghasilan imej.*

(50 markah)

- (b) *Apakah perbezaan antara elektron 'Auger' dan elektron sekunder dalam mikroskop elektron imbasan (SEM)? Apakah yang dimaksudkan dengan isipadu saling tindak dalam SEM?*

(50 markah)

3. (a) Describe the differences between light microscope, transmission electron microscope (TEM) and scanning electron microscope (SEM) in term of sample and image production.

(50 marks)

- (b) What is the difference between Auger electron and secondary electron in scanning electron microscope? What is interaction volume in SEM?

(50 marks)

4. (a) Tunjukkan di dalam kolom daripada jadual berikut menurut # yang berkaitan kepada setiap peralatan.

Peralatan	Jenis analisa		Bahan yang akan dianalisa			
	Kuantitatif	Kualitatif	unsur	fasa	Bukan organan	Organan
Spektrofotometer						
AAS						
Relau Grafit						
AAS						
XRD						
XRF						
FTIR						

Peralatan	Sampel		Kepekatan			
	Cecair	Pepejal	bpb	bpm	% berat	At.%
Spektrofotometer						
AAS						
Relau Grafit						
AAS						
XRD						
XRF						
FTIR						

(50 markah)

... 6/-

- (b) Terangkan prinsip mikroskop elektron imbasan dengan bantuan suatu gambarajah.

(50 marks)

4. (a) Indicate in the columns of following tables by # that are related to each instrument.

Instrument	Type of analysis		Substances to be analyzed			
	Quantitative	Qualitative	Element	phase	inorganic	Organic
Spectrophotometer						
AAS						
Graphite Furnace AAS						
XRD						
XRF						
FTIR						

Instrument	Samples		Routine Concentration to be measured			
	Liquid	Solid	ppb	ppm	Wt. %	At. %
Spectrophotometer						
AAS						
Graphite Furnace AAS						
XRD						
XRF						
FTIR						

(50 marks)

- (b) Describe the principle of scanning electron microscope with the help of a diagram.

(50 marks)

5. (a) Satu gram bijih kuprum kering telah dicerna di dalam larutan aqua regia untuk melarutkan kuprum dan besi serta mendakannya telah diasingkan dengan penurasan. Larutan ini dicairkan kepada 250 ml. Untuk analisis spektrofotometer penyerapan atom (AAS), 10 ml daripada larutan ini telah diambil dengan menggunakan pipet isipadu 10 ml dan cairkan semula kepada 500 ml dalam kelalang isipadu. Kepekatan tembaga dan besi yang diperolehi daripada analisis AAS adalah 2 bahagian per juta dan 5.5 bahagian per juta. Kirakan % berat  $\text{CuFeS}_2$ ,  $\text{FeS}_2$  dan  $\text{SiO}_2$  di dalam sampel bijih apabila analisa XRD telah mengenalpasti bahawa sampel bijih ini hanya mengandungi kalkopirit ( $\text{CuFeS}_2$ ), pirit ( $\text{FeS}_2$ ) dan kuarza ( $\text{SiO}_2$ ). Berat molekul: Cu = 63.5, Fe = 55.8 dan S = 32.1

(70 markah)

- (b) Alatan apakah yang diperlukan untuk digunakan bagi menganalisa % berat  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan  $\text{SiO}_2$  daripada bijih besi. Terangkan dengan ringkas prosidur analisis.

(30 markah)

5. (a) One gram of dry copper ore is digested in aqua regia solution to dissolve copper and iron while residue is separated by filtration. The solution is diluted to 250ml. For atomic absorption spectrophotometer (AAS) analysis, 10ml of the solution is taken using a 10ml volumetric pipette and than re-dilute to 500ml in a volumetric flask. The copper and iron concentrations obtained from AAS analysis are 2ppm and 5.5ppm respectively. Calculate the weight % of  $\text{CuFeS}_2$ ,  $\text{FeS}_2$  and  $\text{SiO}_2$  in the ore sample when XRD analysis has identified that the ore sample only consist of chalcopyrite ( $\text{CuFeS}_2$ ), pyrite ( $\text{FeS}_2$ ) and quartz ( $\text{SiO}_2$ ). Mol weight: Cu = 63.5, Fe = 55.8, and S = 32.1.

(70 marks)

(b) *What instrument that is necessary to be used to analyze the weight % of  $Fe_2O_3$ ,  $Fe_3O_4$  and  $SiO_2$  from an iron ore. Describe briefly the analysis procedure.*

(30 marks)

6. (a) Pertimbangkan keputusan analisis kuantitatif bagi suatu sampel batu kapur kering yang telah diperolehi daripada analisis XRF.

Unsur	Spektrum	% Berat
Mg	Mg K $\alpha$	1.2
Al	Al K $\alpha$	1.3
Ca	Ca K $\alpha$	90.0
Fe	Fe K $\alpha$	2.3
Si	Si K $\alpha$	5.2

Mg dan Ca diperolehi sebagai karbonat, sementara Al, Fe dan Si sebagai oksida. Tukarkan data kepada % mol bahan sebenarnya ( $CaCO_3$ ,  $MgCO_3$ ,  $Al_2O_3$ ,  $Fe_2O_3$  dan  $SiO_2$ ) yang terdapat di dalam batu kapur. Berat mol: Ca = 40.1; Mg = 24.3; C = 12.0; Al = 27.0; O = 16.0 dan Fe = 55.8

(70 markah)

- (b) Bincangkan dengan ringkas perbezaan di antara XRD dan XRF.

(30 markah)



- 6 (a) Consider the quantitative analysis result of a dry limestone sample which is obtained from XRF analysis:

Element	Spectrum	Wt %
Mg	Mg K $\alpha$	1.2
Al	Al K $\alpha$	1.3
Ca	Ca K $\alpha$	90.0
Fe	Fe K $\alpha$	2.3
Si	Si K $\alpha$	5.2

Mg and Ca are found as carbonates, while Al, Fe and Si as oxides. Convert the data to mol % of the actual substances ( $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{MgCO}_3$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  and  $\text{SiO}_2$ ) present in the limestone. Mol weight: Ca = 40.1; Mg = 24.3; C = 12.0; Al = 27.0; O = 16.0 and Fe = 55.8.

(70 marks)

- (b) Briefly discuss the difference between XRD and XRF.

(30 marks)

7. (a) Keputusan analisis XRD untuk bahan kubus ditunjukkan dalam Jadual berikutnya:

Garisan	hkl	Sinaran Kuprum	$\theta$ (darjah)
6	400	$k_{\beta 1}$	61.71
5	321	$k_{\alpha}$	65.91
4	411,330	$k_{\beta 1}$	69.05
3	400	$k_{\alpha 1}$	76.73
2	400	$k_{\alpha 2}$	77.48
1	420	$k_{\beta 1}$	79.67

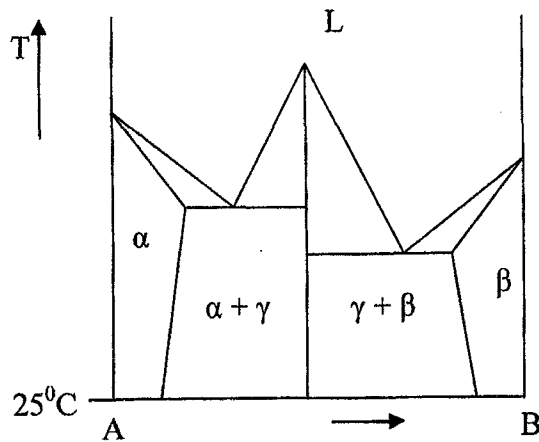
Dapatkan parameter kekisi, "a" bagi bahan itu.

Panjang gelombang dalam angstrom:  $k_{\alpha} = 1.54178$ ;  $k_{\alpha 1} = 1.54433$ ;

$k_{\alpha 2} = 1.54051$  and  $k_{\beta 1} = 1.39217$

(70 markah)

- (b) Pertimbangkan gambarajah perduaan A-B di dalam Rajah 7.1. Lakarkan hubungan di antara parameter kekisi bagi fasa  $\alpha$  dan % berat B, begitu juga sebagai fasa  $\beta$  dan % berat B dalam setiap fasa yang ada pada suhu bilik ( $25^{\circ}\text{C}$ ). Diingatkan bahawa struktur hablur-hablur bagi  $\alpha$ ,  $\beta$  dan  $\gamma$  adalah FCC, BCC dan FCC masing-masing.



Rajah 7.1

(30 markah)

7. (a) An XRD analysis results for a cubic substance is shown in the following Table.

Line	$hkl$	Copper radiation	$\theta$ (degree)
6	400	$k_{\beta 1}$	61.71
5	321	$k_{\alpha}$	65.91
4	411,330	$k_{\beta 1}$	69.05
3	400	$k_{\alpha 1}$	76.73
2	400	$k_{\alpha 2}$	77.48
1	420	$k_{\beta 1}$	79.67

Find the lattice parameter, "a", of the substance.

Wavelengths in angstrom:  $k_{\alpha} = 1.54178$ ;  $k_{\alpha 1} = 1.54433$ ;  $k_{\alpha 2} = 1.54051$  and  $k_{\beta 1} = 1.39217$ .

(70 marks)

...12/-

- (b) Consider a binary diagram A-B in Figure 7.1. Sketch the relationship between lattice parameter of  $\alpha$  phase and wt% B as well as  $\beta$  phase and wt.%B in each phase present at room temperature ( $25^{\circ}\text{C}$ ). Note that the structure crystals of  $\alpha$ ,  $\beta$  and  $\gamma$  are FCC, BCC and FCC respectively.

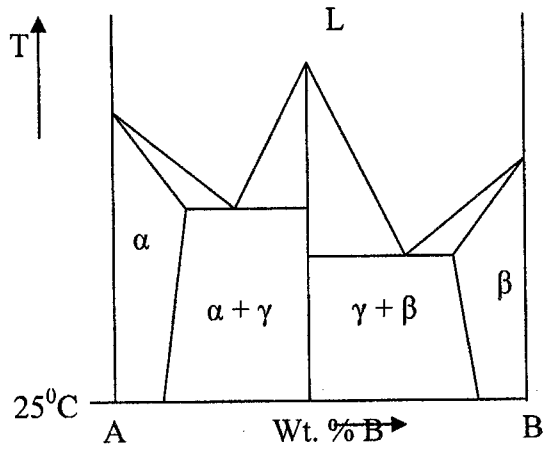


Figure 7.1

(30 marks)