
UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Semester Pertama
Sidang Akademik 2005/2006

November 2005

EBS 333/3 - Pencirian Bahan Kejuruteraan

Masa : 3 jam

Sila pastikan bahawa kertas peperiksaan ini mengandungi **SEBELAS** muka surat beserta **TIGA** muka surat (Lampiran) yang bercetak sebelum anda memulakan peperiksaan.

Kertas soalan ini mengandungi **TUJUH** soalan, **EMPAT** soalan di **BAHAGIAN A** dan **TIGA** soalan di **BAHAGIAN B**.

Jawab **LIMA** soalan. Jawab **DUA** soalan dari **BAHAGIAN A**, **DUA** soalan dari **BAHAGIAN B** dan **SATU** soalan dari mana-mana bahagian. 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.

Semua soalan mesti dijawab dalam Bahasa Malaysia.

...2/-

BAHAGIAN A

1. [a] Kalium dikromat ($K_2Cr_2O_7$) dan kalium permanganat ($KMnO_4$) mempunyai serapan spektra yang bertindihan dalam H_2SO_4 . $K_2Cr_2O_7$ mempunyai serapan maksimum pada 440nm, dan $KMnO_4$ pada 545nm. Suatu campuran dianalisa dengan mengukur serapan pada kedua panjang gelombang dan keputusan yang diperolehi adalah: $A_{440} = 0.405$, $A_{545} = 0.712$ dalam sebuah sel yang bersaiz 1 cm. Serapan larutan-larutan tulen daripada $K_2Cr_2O_7$ ($1.00 \times 10^{-3}M$) dan $KMnO_4$ ($2.00 \times 10^{-4}M$) in 1 M H_2SO_4 , dengan menggunakan sel yang sama memberikan keputusan-keputusan berikut: $A_{Cr,440} = 0.374$, $A_{Cr,545} = 0.009$, $A_{Mn,440} = 0.019$, $A_{Mn,545} = 0.475$. Kira kepekatan-kepekatan daripada kromium dan mangan dalam sampel larutan.

Potassium dichromate ($K_2Cr_2O_7$) and potassium permanganate ($KMnO_4$) have overlapping absorption spectra in H_2SO_4 . $K_2Cr_2O_7$ has an absorption maximum at 440nm, and $KMnO_4$ has a band at 545nm. A mixture is analyzed by measuring the absorbance at these two wavelengths with the following results: $A_{440} = 0.405$, $A_{545} = 0.712$ in a 1 cm cell. The absorbance of pure solutions of $K_2Cr_2O_7$ ($1.00 \times 10^{-3}M$) and $KMnO_4$ ($2.00 \times 10^{-4}M$) in 1 M H_2SO_4 , using the same cell gave the following results: $A_{Cr,440} = 0.374$, $A_{Cr,545} = 0.009$, $A_{Mn,440} = 0.019$, $A_{Mn,545} = 0.475$. Calculate the concentrations of chromium and manganese in the sample solution.

$$A_1 = A_{x1} + A_{y1} = \epsilon_{x1}bc_x + \epsilon_{y1}bc_y$$

$$A_2 = A_{x2} + A_{y2} = \epsilon_{x2}bc_x + \epsilon_{y2}bc_y$$

(75 markah)

...3/-

- [b] Tuliskan tiga proses asas yang mana satu molekul dapat menyerap sinaran. Fenomena yang manakah digunakan dalam kaedah FTIR Infra Merah Transformasi Fourier (IMTF).

Write down three basic processes by which a molecule can absorb radiation. Which phenomenon is applied in FTIR spectrophotometer?

(10 markah)

- [c] Sebuah pelet KBr yang bersaiz diameter 7.5 mm dan tebal 1.5 mm, menunjukkan serapan FTIR, $A = 0.722$ pada panjang gelombang $6.02\mu\text{m}$. Zat terlarut diketahui mempunyai keberserapan, $a = 43.2\text{L/g.cm}$ pada panjang gelombang ini. Kirakan jisim zat terlarut yang terkandung dalam pellet dalam unit milligram.

A KBr pellet, measuring 7.50 mm diameter by 1.5 mm thickness, shows FTIR absorbance $A = 0.722$ at wavelength $6.02\mu\text{m}$. The solute is known to have an absorptivity $a = 43.2\text{L/g.cm}$ at this wavelength. Calculate the amount of solute contained in the pellet, in milligrams.

(15 markah)

2. [a] Kandungan nikel daripada air sungai ditentukan dengan SSA nyalaan api. Eksperimen awal menunjukkan bahawa kepekatan nikel terlampau rendah untuk diukur secara langsung, maka prosedur pra-pemekatan perlu dilakukan. Satu turus penukaran kation disediakan mengandungi penukar kation dalam bentuk Natrium. 10 L larutan dialirkan melalui turus tersebut, dan kesemua nikel (dan kation-kation lainnya) tertahan dalam kolom, menggantikan ion-ion natrium. Kation-kation yang tertahan dibilas dengan larutan HClO_4 dan mengelutkan kesemua nikel. Elutan dicairkan kepada 50.00 mL. Empat sampel, setiap satunya mengandungi 10 mL elutan yang telah dicairkan ini, ditambahkan larutan piawai $\text{Ni}(\text{ClO}_4)_2$ yang telah diketahui kuantitinya. Larutan piawai mengandungi $0.0700\mu\text{g}$ of Ni per mL. Setiap sampel yang telah ditambahkan larutan piawai dicairkan semula kepada 25 mL dan kemudian disedut ke dalam nyalaan api. Berikut adalah keputusan-keputusan yang diperolehi (pada 232nm), dalam bentuk penyimpangan pen penrekam:

The nickel content of the river water is to be determined by the flame AAS. A preliminary experiment shows that the nickel concentration is too low to be measured directly, so pre-concentration procedure must be used. An ion exchange column is set up containing a cation exchanger in its sodium form. A 10 liter portion of solution is run through the column, all the nickel (and other cations) being retained, displacing sodium ions. The column is subsequently eluted with HClO_4 , thus washing out all of the nickel. The eluate is diluted to 50.00 mL. Four samples, each consists of 10 mL of this diluted eluate, are spiked with known quantities of standard solution of $\text{Ni}(\text{ClO}_4)_2$ containing $0.0700\mu\text{g}$ of Ni per mL, and are re-diluted to 25 mL and then aspirated into the flame. The following results are obtained (at 232.0nm), in terms of deflection of the recorder pen:

...5/-

Larutan yang diukur <i>Measured solution</i>	Serapan <i>Absorbance</i>
Larutan kosong <i>Blank solution</i>	3 mm
10 ml larutan tidak diketahui <i>10 ml unknown</i>	23 mm
10 ml larutan tidak diketahui+ 5 ml larutan piawai <i>10 ml unknown + 5 ml standard</i>	51 mm
10 ml larutan tidak diketahui + 10 ml larutan piawai <i>10 ml unknown + 10 ml standard</i>	79 mm
10 ml larutan tidak diketahui + 15 ml larutan piawai <i>10 ml unknown + 15 ml standard</i>	107 mm

Berapakah kepekatan nikel dalam air sungai dalam part per 10^9 .

What is concentration of nickel in the river water, in parts per 10^9 ?

(75 markah)

- [b] Dalam kaedah spektrometri serapan atom terdapat beberapa kebaikan dalam kaedah penghasilan wap atom tanpa menggunakan nyalaan api. Berikan sekurang-kurangnya 3 kelebihan kaedah ini yang menggunakan relau grafit berbanding dengan menggunakan nyalaan api.

If the production of an atomic vapor can be achieved without using a flame, there are a number of potential advantages. Gives at least 3 advantages of using a graphite furnace atomic absorption compared to flame AA.

(10 markah)

- [c] Jelaskan secara ringkas kelebihan yang diperolehi daripada penggunaan spektrofotometer serapan atom jika dibandingkan dengan spektrofotometer sinar UV dan sinar tampak. Instrumen manakah yang lebih jitu?

Explain briefly the advantages of applying an atomic absorption spectrophotometer compared to a visible and UV spectrophotometer. Which instrument has a higher precision?

(15 markah)

3. [a] Keputusan-keputusan analisa XRD untuk wolfram (struktur kristal bcc) ditunjukkan dalam jadual berikut:

An XRD analysis results for tungsten (bcc crystal structure) is shown in the following table:

Garis Line	Hkl Hkl	Pancaran Sinar Kuprum Copper radiation	ϕ (derajat) ϕ (degree)
1	321	$K_{\alpha 1}$	24.518
2	321	$K_{\alpha 2}$	24.193
3	411, 330	$K_{\alpha 1}$	21.167
4	400	K_{β}	13.302
5	400	$K_{\alpha 2}$	12.667
6	420	K_{β}	10.454

Tentukan nilai sebenar parameter kekisi untuk wolfram, a_0 . Panjang gelombang dalam angstrom: $k_{\alpha 1}=1.54433$; $k_{\alpha 2}=1.54051$ dan $k_{\beta}= 1.392$.

Determine the lattice parameter of tungsten, a_0 (true value). Wavelengths in angstrom: $k_{\alpha 1}=1.54433$; $k_{\alpha 2}=1.54051$ and $k_{\beta}= 1.392$.

$$m = \frac{\sum(x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\sum(x_i - \bar{x})^2} \quad \frac{\Delta d}{d} = K \cdot \sin^2 \phi = K \cdot \cos^2 \theta$$

$$b = \bar{y} - m\bar{x}$$

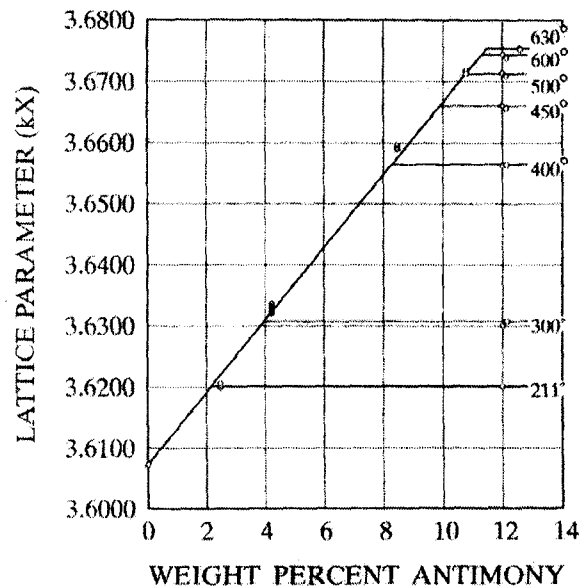
(75 markah)

...7/-

- [b] Daripada pengukuran parameter kekisi diperolehi gambarajah parameter kekisi melawan komposisi untuk sistem kuprum-antimoni. Lukiskan lengkung solvus yang menunjukkan keterlarutan antimoni dalam kuprum α (padat) sebagai fungsi suhu.

From a lattice parameter measurements it is obtained the following lattice parameter vs. composition curve for copper antimony system. Draw the solvus curve which shows the solubility of antimony in a copper (solid) as function of temperature.

(25 markah)



(a)

4. [a] Sebuah analisa XRD menunjukkan keputusan bahawa suatu sampel bijih logam mengandungi: fasa-fasa Fe_2O_3 , Fe_3O_4 , FeTiO_3 dan SiO_2 . Analisa kuantitatif daripada oksida yang hadir di dalam bijih logam akan dilakukan dengan menganalisa daripada Fe^{3+} , Fe total dan Ti dengan menggunakan spektrofotometer. Bagi 2.5 g sampel dilarutkan, dituras dan dicairkan kepada larutan 1000 ml. Sebanyak 50 ml larutan diambil untuk analisa dan dicairkan semula kepada 2000 ml sebelum analisa. Keputusan-keputusan analisa daripada 2.5 g sampel bijih logam menunjukkan bahawa larutan yang telah dicairkan semula ini mengandungi 15ppm Fe^{3+} , 21ppm Fe total, dan 2 ppm Ti. Kirakan peratus jisim daripada oksida-oksida dalam sampel bijih logam. JMR untuk Fe, Ti, Si dan O secara berurutan adalah 55.85, 47.9, 28.1 dan 16.

An XRD analysis result indicates that a sample ore contains: Fe_2O_3 , Fe_3O_4 , FeTiO_3 and SiO_2 phases. Quantitative analysis of the oxides present in the ore will be conducted by analyzing of Fe^{3+} , Fe total and Ti using a spectrophotometer. For this 2.5 g of sample is dissolved, filtered and diluted to 1000 ml solution. Solution of 50 ml is taken for analysis and re-diluted to 2000 ml prior to analysis. Analysis results of 2.5 g ore sample reveal that the re-diluted solution contains 15ppm Fe^{3+} , 21ppm Fe total, and 2ppm Ti. Calculate the weight percent of oxides in the ore sample. Molecule weights of Fe, Ti, Si and O are 55.85, 47.9, 28.1 and 16.0 respectively.

(75 markah)

- [b] Terangkan secara ringkas asas dari analisa unsur-unsur dengan menggunakan teknik pendafLOUR sinar x. Untuk ini anda diminta melakarkan gambarajah skema alat pendafLOUR sinar x.

Describe briefly the principles of analysis of elements using the x-ray fluorescence technique. For this, you have to present a schematic figure of basic geometry of an x-ray fluorescence machine.

(25 markah)

...9/-

BAHAGIAN B

5. [a] Terangkan beberapa aplikasi TMA (*Thermo-mechanical Analysis*).

Explain some of the applications of TMA (Thermo-mechanical Analysis).

(25 markah)

- [b] Apakah kepentingan teknik-teknik pencirian bahan terhadap aplikasinya? Adakah semua bahan Kejuruteraan seperti logam, seramik, polimer dan komposit dicirikan dengan teknik-teknik yang sama? Jelaskan.

What is the importance of characterization techniques on their application? Are all the engineering materials such as metals, ceramic, polymer and composite being characterized with the same techniques? Explain.

(25 markah)

- [c] Rajah 1 memberikan lekuk keputusan DSC bagi beberapa bahan. Apakah yang ditunjukkan oleh lekuk tersebut? Berikan analisis anda berdasarkan keputusan tersebut. Rujuk Lampiran.

Figure 1 gives DSC curves for some materials. What do the curves show? Give your analysis based on the results. Refer appendix.

(50 markah)

6. [a] Apakah perbezaan di antara mikroskop optik dan mikroskop imbasan elektron (SEM)? Terangkan secara ringkas prinsip kerja bagi kedua-dua jenis mikroskop ini.

What is the difference between optical microscope and scanning electron microscope (SEM)? Explain briefly the working principle for both microscopes.

(60 markah)

- [b] Apakah perbezaan di antara elektron serakan-balik dan elektron sekunder terbebas? Jelaskan bagaimanakah bentuk imej-imej yang dihasilkan oleh kedua-dua mod pengimejan ini.

What is the difference between back-scattered electrons and secondary electron emission? Explain what are the form of images produced by both imaging mode?

(20 markah)

- [c] Bagaimana pula dengan isyarat sinar-X di dalam SEM? Bagaimanakah isyarat ini terhasil dan apakah mod paparan imej sinar-X? Jelaskan.

How about the X-ray signal in SEM? How is the signal produced and what is the display mode of the X-ray image. Explain.

(20 markah)

7. [a] Rajah 2 memberikan lekuk keputusan TGA dan TG/DTA bagi beberapa bahan. Berikan analisis anda. Apakah yang anda jangkakan berlaku pada suhu-suhu tersebut? Rujuk lampiran.

Figure 2 gives TGA and TG/DTA curves for some materials. Give your analysis. What would you expect occur at those temperatures? Refer appendix.

- [b] Apakah bentuk sampel yang sesuai digunakan untuk analisis TG? Jelaskan mengapa.

What is the suitable form of sample for TG analysis? Explain why.

- [c] Jelaskan aplikasi TGA di dalam pencirian bahan-bahan Kejuruteraan:

- (i) polimer
- (ii) seramik
- (iii) aloi logam

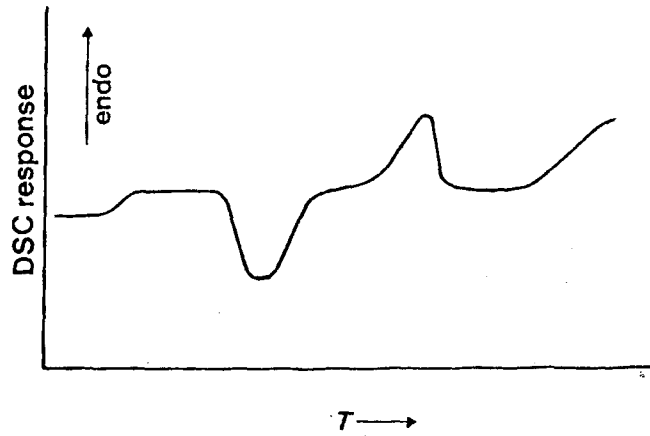
Explain TGA application in the characterization of Engineering Materials:

- (i) Polymer
- (ii) Ceramic
- (iii) Metal Alloys

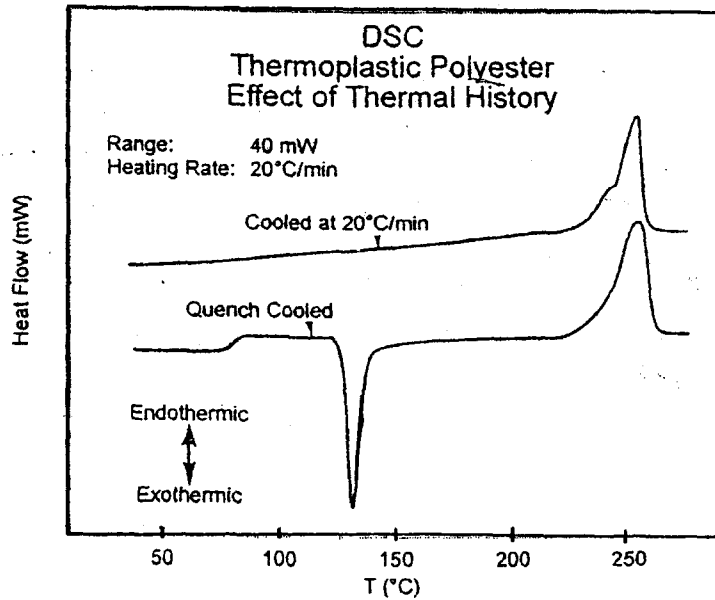
(100 markah)

LAMPIRAN 1

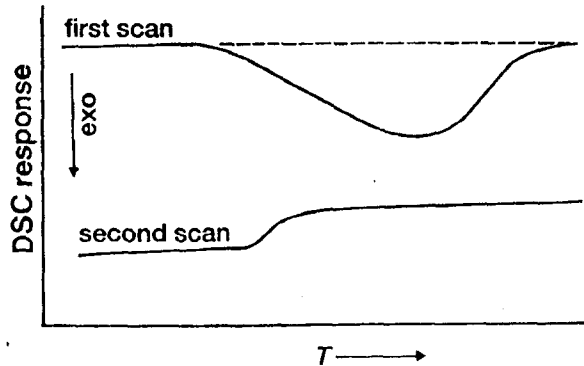
Rajah 1
Figure 1



- (i) Keluk DSC bagi polimer organik tipikal
- (i) DSC curve for a typical organic polymer



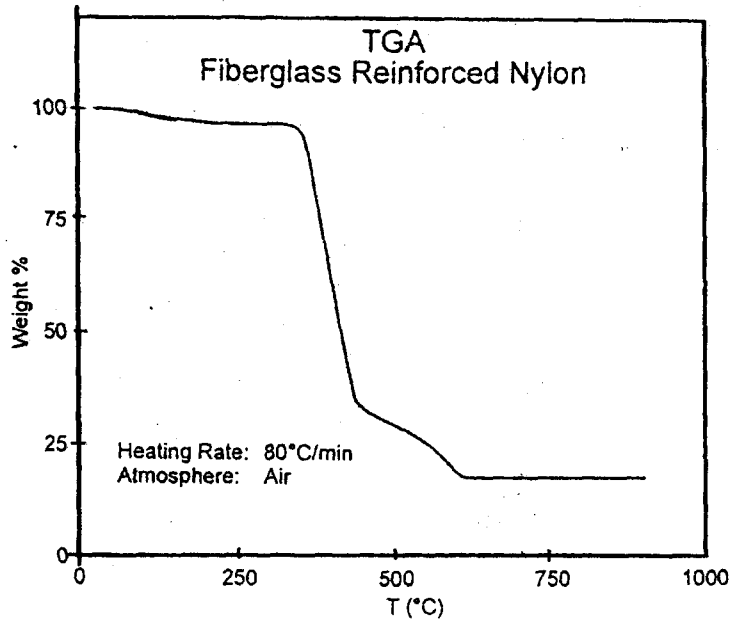
- (ii) Keluk DSC bagi poliester termoplastik
- (ii) DSC curve for thermoplastic polyester



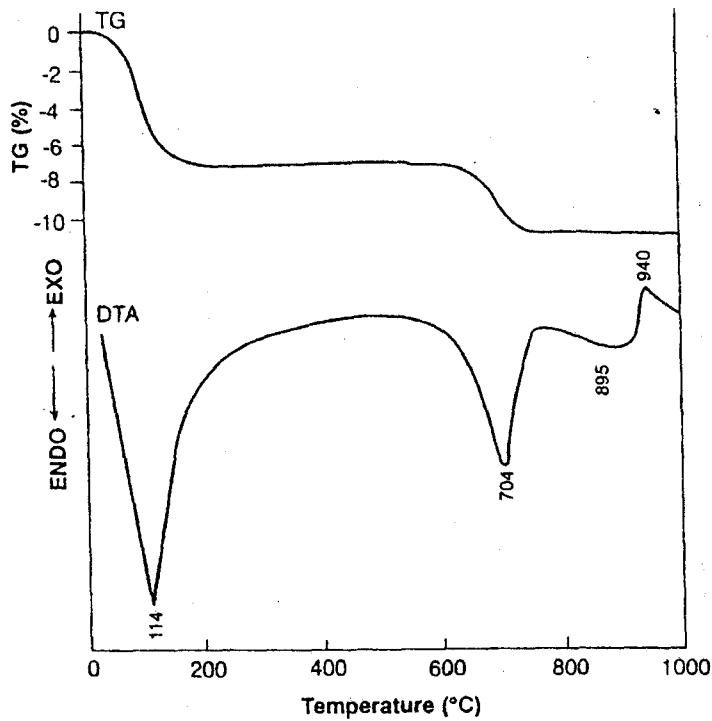
- (iii) Keluk DSC bagi menunjukkan pematangan satu resin epoksi
- (iii) DSC curve shows curing of an epoxy resin

LAMPIRAN 2

Rajah 2
Figure 2

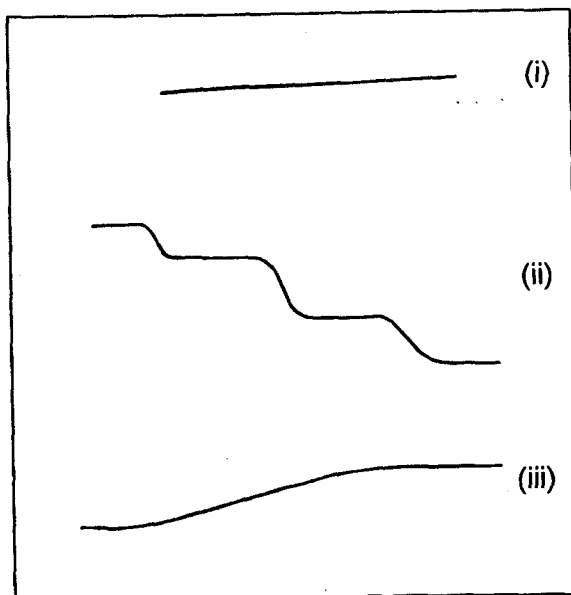


(i) Keluk TGA bagi Nilon diperkuat gentian kaca
(i) TGA curve for Fiberglass reinforced nylon



(ii) Keluk DTATG untuk Wyoming montmorillonite
(ii) DTA and TGA (%) curves of Wyoming montmorillonite

LAMPIRAN 3



(iii) Beberapa keluk tipikal TG
(iii) *Some typical TG curves*