

---

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Semester Kedua  
Sidang Akademik 2003/04

Februari/Mac 2004

**KAA 502 – Spektroskopi Atom**

Masa: 3 jam

---

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

Jawab LIMA soalan sahaja.

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

- 2 -

1. (a) Bagi spektrometri penyerapan atom, kenapakah lebar garisan sumber dikehendaki lebih sempit daripada profil penyerapan? Bagaimanakah ini dapat dicapai? Apakah keperluan resolusi bagi monokromator dalam spektrometri pemancaran atom dan penyerapan atom?  
(8 markah)
- (b) Halaju pembakaran maksimum bagi nyala udara/asetilena adalah  $160 \text{ cm s}^{-1}$  manakala halaju bagi nyala nitrus oksida/asetilena adalah  $285 \text{ cm s}^{-1}$ . Bagaimanakah ini mempengaruhi jenis penunu 'slot' yang digunakan bagi kedua-dua nyala?  
(4 markah)
- (c) Data yang diperolehi daripada penentuan kromium dalam sampel air buangan dari kilang elektropenyaduran menggunakan teknik pemancaran atom plasma berganding secara aruhan (ICP-AES), diberikan di bawah. Sampel air buangan tersebut telah dicairkan sebanyak 10 kali sebelum penentuan dilakukan.

Kelalang	Isipadu 1 ppm Cr (mL)	Isipadu sampel (mL)	Isipadu total (mL)	Keamatan pemancaran
1	0	5	50	440
2	1	5	50	1540
3	2	5	50	2640
4	4	5	50	4800

Kira kepekatan kromium dalam sampel air buangan asal.

(8 markah)

2. (a) Bagaimanakah anda akan jalankan penentuan kalsium dalam sampel susu menggunakan spektrometri penyerapan atom nyala. Sila nyatakan kaedah penyediaan sampel serta teknik penentuan yang akan anda gunakan. Sertakan segala langkah yang diambil untuk memastikan sebarang gangguan kimia dan fizik dapat diatasi. Bagaimanakah anda mengesahkan keputusan anda?

(10 markah)

...3/-

- (b) Apakah masalah yang akan timbul jika anda menebulakan air laut menggunakan penebula aliran melintang/Meinhard? Air laut mengandungi 3.5% (w/v) NaCl.

(4 markah)

- (c) Suatu monokromator dengan panjang fokus, 0.65 m dibekalkan dengan parutan echellette yang mempunyai 1800 garisan per milimeter.

- (i) Kira penyerakan linear reciprok alatan tersebut bagi spektrum tertib pertama.
- (ii) Jika 2.0 cm daripada parutan yang disinari, berapakah kuasa resolusi monokromator tersebut pada tertib pertama?
- (iii) Pada lebih kurang 500 nm, berapakah perbezaan panjang gelombang minimum yang dapat diresolusikan oleh alatan tersebut secara teori?

(6 markah)

3. (a) Langkah penting dalam suatu analisis adalah pengolahan sampel termasuk pengekstrakan pelarut. Fungsi utama langkah ini ialah untuk menukar sampel yang diterima kepada suatu keadaan yang mana sampel tersebut boleh dimasukkan ke dalam nyala atau plasma.

- (i) Apabila kepekatan logam dalam sampel adalah dalam julat ppm atau ppb, bincangkan dengan ringkas, masalah utama yang dihadapi dalam langkah pengolahan sampel.
- (ii) Bagaimana dapat dilakukan analisis langsung sampel pepejal dengan ICP (plasma berganding secara aruhan)? Apakah kelebihan dan kelemahan analisis tersebut?

(8 markah)

- (b) Peningkatan amaun unsur X tidak mempengaruhi keserapan suatu larutan 2 ppm Y pada panjang gelombang resonan,  $\lambda_1$ , bagi Y. Walau bagaimanapun, pada  $\lambda_2$  bagi unsur Y, keserapan larutan yang sama bertambah secara linear dengan penambahan unsur X. Apakah jenis gangguan unsur X terhadap penentuan Y pada  $\lambda_2$ ? Bagaimanakah anda akan melakukan penentuan unsur Y dalam sampel yang mengandungi X?

(6 markah)

- (c) Keputusan bagi penentuan spektrogram bagi plumbum dalam suatu aloi R ditunjukkan di bawah. Magnesium digunakan sebagai piawai dalaman. Kira kepekatan Pb dalam sampel ini.

Larutan	Bacaan		Kepekatan Pb ( $\text{mg mL}^{-1}$ )
	Mg	Pb	
1	7.3	17.5	0.151
2	8.7	18.5	0.201
3	7.3	11.0	0.301
4	10.3	12.0	0.402
5	11.6	10.4	0.502
R	8.8	15.5	?

(6 markah)

4. (a) Nilai kepekaan beberapa unsur daripada model X spektrometer ICP – AES yang menggunakan monokromator Echelle, bagi optik ‘axial’ dan ‘radial’ adalah seperti di bawah.

Unsur	Radial (ppb)	Axial (ppb)
Ag	7	0.6
As	53	3.8
Cd	2	0.2
Cr	7	0.4
Pb	42	1.6
Se	75	3.8

Lakarkan gambarajah skematik bagi alatan ICP-AES dengan optik ‘radial’ dan juga alatan dengan optik ‘axial’ yang menunjukkan kedudukan plasma merujuk kepada monokromator. Jelaskan tentang perbezaan kepekaan yang diperolehi.

(9 markah)

- (b) Kenapakah teknik spektroskopi atom seperti AAS (spektrometri penyerapan atom), ICP-AES dan FES (spektroskopi pemancaran nyala) jarang digunakan untuk menganalisis Cl dan F?

(5 markah)

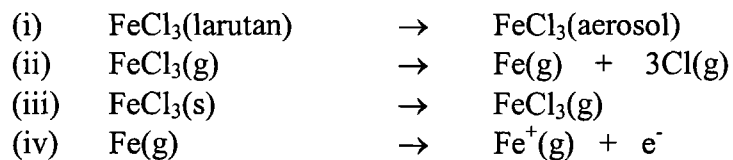
- (c) Bagaimanakah pembetulan latar belakang dilakukan dengan teknik pembetulan latar belakang Smith-Hieftje bagi alatan penyerapan atom nyala?

(6 markah)

5. (a) Nyala adalah lebih sejuk daripada ICP dan tidak dapat membekalkan tenaga pengujaan setinggi ICP. Oleh itu, kenapakah spektrofotometer nyala masih digunakan untuk menjalankan analisis?

(6 markah)

- (b) Namakan setiap proses dalam spektroskopi penyerapan atom di bawah:



(4 markah)

- (c) Kepekatan Cu ditentukan dengan mengasidkan sebanyak 150.0 mL suatu sampel larutan kaustik dengan 20 mL asid pekat, menambah 1 mL 27% (w/v)  $\text{H}_2\text{O}_2$ , dan mendidihkan larutan selama 30 minit. Larutan yang dihasilkan dicairkan kepada 250.0 mL, ditapis dan dianalisis dengan penyerapan atom nyala. Matriks larutan piawai dipadankan dengan matriks sampel. Keputusan bagi analisis tersebut adalah seperti berikut:

Larutan	Cu (ppm)	Keserapan
Blank	0.000	0.006
Piawai 1	0.200	0.014
Piawai 2	0.500	0.034
Piawai 3	1.000	0.071
Piawai 4	2.000	0.142
Sampel		0.026

Kira kepekatan kuprum dalam larutan kaustik tersebut.

(10 markah)

6. (a) Dalam ICPMS (spektrometri jisim ICP), suatu ion gangguan  $^{40}\text{Ar}^{35}\text{Cl}$  muncul pada jisim 74.9312 dan ion analit  $^{75}\text{As}$  mempunyai jisim atom 74.9216.

- (i) Berapakah resolusi yang diperlukan untuk memisahkan unsur yang diminati daripada unsur gangguan?
- (ii) Apakah jenis penganalisis jisim yang dapat meresolusikan gangguan tersebut?
- (iii) Bagaimanakah resolusi yang begitu tinggi dapat dihasilkan?

(10 markah)

- (b) Cadangkan bagaimana sistem serentak pemancaran atom ICP dan spektrometri jisim dapat dilaksanakan dalam alatan yang sama. Apakah faedah gabungan ini?

(6 markah)

- (c) Jelaskan bagaimana modifikasi matriks dalam pengatoman elektroterma mengakibatkan penyingkiran matriks yang lebih cekap. Berikan contoh tertentu.

(4 markah)