
UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Semester Kedua
Sidang Akademik 2003/2004

Februari/Mac 2004

KAT 244 – Kaedah Pemisahan

Masa : 3 jam

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

Jawab LIMA soalan.

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

1. (a) Terangkan suatu kaedah yang sesuai untuk mendapatkan sampel yang mudah meruap secara kaedah ruang kepala.
(5 markah)
- (b) Suatu sampel air akan ditentukan kandungan benzena terlarut dengan kaedah analisis ruang kepala. Larutan sampel dan piawai dipakukan dengan toluena dengan isipadu tertentu sebagai piawai dalaman. Data berikut di peroleh:

Benzena, ppb	Luas puncak benzena	Luas puncak toluena
10.0	252	376
15.0	373	370
25.0	636	371
Sampel	533	368

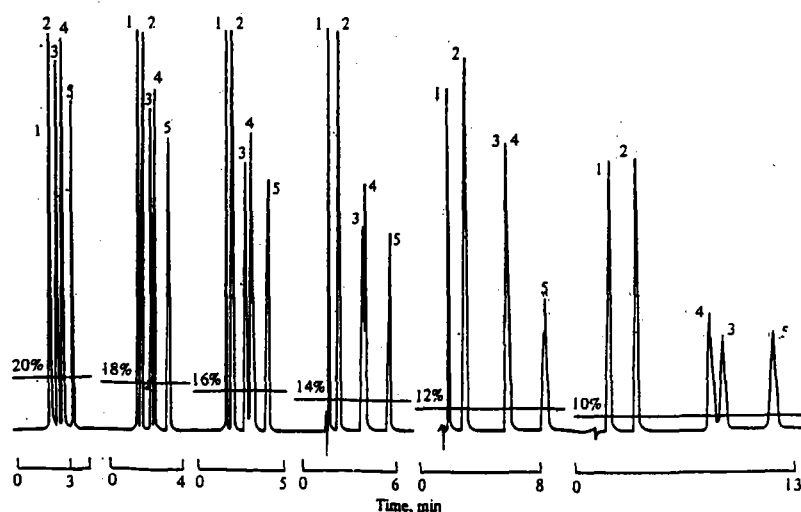
Berapakah kepekatan benzena di dalam sampel tersebut?

(15 markah)

2. (a) Terangkan bagaimanakah faktor muatan (penahanan) bagi kaedah berikut boleh diubah :
- Kromatografi gas,
 - Kromatografi cecair, dan
 - Kromatografi bendalir supergenting.

(6 markah)

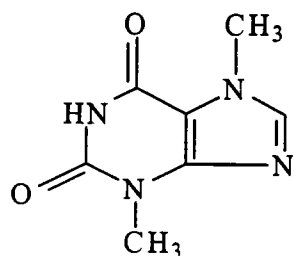
- (b) Pemisahan campuran yang terdiri daripada (1) teobromina, (2) teofilina, (3) hidroksiteofilina, (4) kafeina, dan (5) 8-kloroteofilina dijalankan secara isokratik menggunakan campuran tampan fosfat pH 2.6 dan asetonitril (mengikut peratusan seperti yang ditunjukkan di dalam kromatogram) dengan menggunakan turus C_8 .



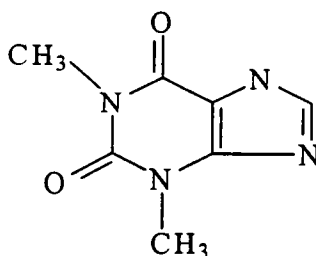
...3/-

Berdasarkan struktur molekul sebatian berkenaan, terangkan tentang profil pemisahan. Dari maklumat pemisahan ini, cadangkan profil peningkatan peratusan asetonitril bagi pemisahan secara kecerunan bagi campuran tersebut.

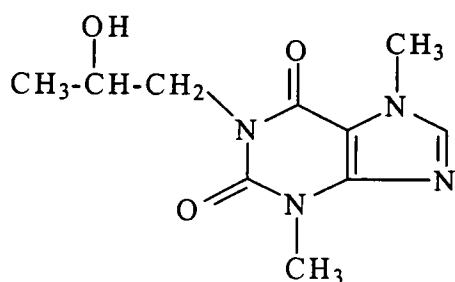
(14 markah)



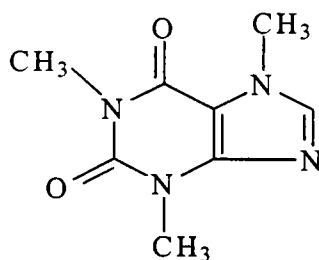
Theobromina



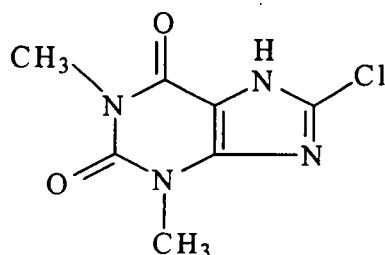
Teofilina



Hidroksiteofilina



Kafeina



8-kloroteofilina

3. (a) Bincangkan bagaimana suatu sampel yang tidak mudah meruap dapat ditentukan dengan kaedah kromatografi gas.
(5 markah)
- (b) Terangkan pada keadaan bagaimanakah silika dapat berfungsi sebagai fasa pegun bagi pemisahan secara taburan dan bagaimanakah sifat ini dapat dipertahan supaya hasil pemisahan mempunyai kebolehulangan yang tinggi.
(5 markah)
- (c) Beri contoh yang sesuai bagaimana penerbitan kepada sampel tertentu boleh meningkatkan kepekaan bagi tujuan kuantitatif dalam kaedah GC dan LC.
(10 markah)
4. (a) Berikan kebaikan kaedah pengekstrakan fasa pepejal.
(5 markah)
- (b) Semasa molekul berada di dalam turus kromatografi terjadi salingtindak di antara molekul zat terlarut dan fasa pegun. Jelaskan kenapa terjadinya perbezaan masa elusi bagi molekul yang sama membawa kepada perlebaran jalur dan bagi molekul yang berbeza membawa kepada pemisahan.
(15 markah)
5. (a) Senaraikan parameter yang harus dioptimumkan untuk pemisahan secara elektroforesis.
(5 markah)
- (b) Pengesanan bagi suatu kromatografi gas dapat memberi isyarat berdasarkan kepada perubahan kehadiran spesies yang mengubah sifat pukal dan sifat spesies itu sendiri. Terangkan cara kerja tiap satunya dan beri kelebihan dan kekurangan masing-masing.
(15 markah)
6. (a) Beri dua cadangan bagaimana pengekstrakan kompleks ion-logam dapat dipertingkatkan.
(2 markah)
- (b) Berikan tiga kebaikan penggunaan gas sebagai fasa gerak di dalam kaedah kromatografi.
(6 markah)

- (c) Nisbah taburan bagi kompleks yang terbentuk di antara ligan asid alkilfosfinik dengan ion logam tantalum adalah 6.4. Kira peratus kompleks terekstrak apabila 25.0 mL 4.3×10^{-2} M kompleks telah diekstrak ;
- (i) satu kali dengan 10.0 mL kloroform,
 - (ii) dua kali, setiap kali menggunakan 10.0 mL kloroform.
- (6 markah)
- (d) Bincangkan tiga aplikasi kaedah pertukaran ion.
- (6 markah)
7. (a) Suatu racun kulat ditiokarbamat mempunyai nisbah taburan 4.0 di antara air dan diklorometana. Jika 75 mL larutan akueus mengandungi 36 μg racun kulat tersebut dan untuk mencapai pengekstrakan 99.0% ;
- (i) berapakah isipadu pelarut diklorometana yang diperlukan untuk pengekstrakan tunggal? dan
 - (ii) berapa kalikah pengekstrakan yang diperlukan jika 75 mL pelarut digunakan setiap kali?
- (4 markah)
- (b) Sebatiannya A dan B masing-masing mempunyai masa penahanan 16.40 dan 17.63 min apabila dipisahkan di atas turus yang panjangnya 30 cm. Spesies yang tidak disekat pergerakannya dielusikan dalam 1.30 min. Lebar puncak (pada garisdasar) masing-masing bagi A dan B adalah 1.11 dan 1.21 min. Kira;
- (i) purata bilangan plat di dalam turus,
 - (ii) tinggi plat,
 - (iii) panjang turus yang diperlukan untuk mencapai resolusi 1.5, dan
 - (iv) masa yang diperlukan untuk dielusikan di atas turus pada soalan (iii) di atas.
- (8 markah)
- (c) Nyatakan kebaikan dan penghadan bagi dua pengesanan kromatografi cecair prestasi tinggi.
- (8 markah)