

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Tahun Kedua Dalam Sains Farmasi

Semester II, Sidang 1986/87

Analisis Farmaseutik

FPC 217.40

Tarikh: 13 April 1987

Masa: 9.00 pagi - 12.00 t/hari
(3 jam)

Kertas ini mengandungi ENAM soalan.

Jawab LIMA (5) soalan sahaja.

Soalan I adalah wajib dan mesti dijawab di atas skrip yang disediakan.

Semua soalan mesti dijawab dalam Bahasa Malaysia.

...2/-

ANGKA GILIRAN: _____

Soalan I. Soalan Pilihan Berganda. Jawab semua soalan dengan menandakan (\checkmark) ruang yang dikhaskan bertentangan dengan jawapan atau pernyataan yang BETUL ATAU PALING SESUAI bagi sesuatu soalan. Hanya SATU jawapan/pernyataan sahaja yang betul atau paling sesuai bagi tiap-tiap soalan. Sebahagian markah akan ditolak bagi jawapan yang salah.

1. Semasa pemendakan Cl^- dengan Ag^+ dari suatu larutan untuk tujuan analisis gravimetrik, kita mesti menentukan ammonia tidak wujud dalam larutan itu. Apakah sebabnya?
- (A) ammonia dapat berkompleks dengan Ag^+
- (B) ammonia dapat berkompleks dengan Cl^-
- (C) ammonia senang dijerapkan di permukaan mendakan AgCl
- (D) ammonia mengekalkan zarah AgCl dalam keadaan koloid

...3/-

ANGKA GILIRAN: _____

2. pH bagi 0.1M NaCl ialah

- (A) 1
- (B) 5
- (C) 7
- (D) 13

3. Semasa pentitratan Fajan, dekstrin ditambah kepada larutan pentitratan. Apakah tujuannya?

- (A) untuk mencegah pertumbuhan bakteria
- (B) untuk mengekalkan keadaan koloid
- (C) untuk bertindak sebagai penunjuk
- (D) untuk bertindak sebagai benih pembentukan hablur

4. Dalam pentitratan iodometri, apakah sebatian yang digunakan sebagai titran?

- (A) $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
- (B) I_2
- (C) KIO_3
- (D) kanji

ANGKA GILIRAN: _____

5. 1.0 ml suatu larutan KMnO_4 dapat bertindak dengan 0.8874 g $\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (berat molekulnya 396.14). Apakah kepekatan larutan KMnO_4 ini?
- (A) 0.44 M
 - (B) 4.4 M
 - (C) 2.2 M
 - (D) 11.2 M
6. Yang mana dari elektrod-elektrod berikut biasanya digunakan sebagai elektrod rujukan semasa menjalankan potentiometri langsung atau pentitratan potentiometri?
- (A) Pt, H_2/H^+
 - (B) Hg, $\text{Hg}_2\text{Cl}_2/\text{Cl}^-$
 - (C) Ag/ Ag^+
 - (D) elektrod kaca

ANGKA GILIRAN: _____

7. Pentitratan Fe^{2+} dengan $\text{Cr}_2\text{O}_7^{=}$ boleh diikuti dengan potentiometri. Bagaimana elektrod penunjuk dibuat?

- (A) sebatang logam ferum dimasukkan ke dalam larutan pentitratan
- (B) sebatang logam platinum dimasukkan ke dalam larutan pentitratan
- (C) sebatang elektrod kaca dimasukkan ke dalam larutan pentitratan
- (D) sebatang elektrod pilihan ion ferrous dimasukkan ke dalam larutan pentitratan

8. Yang mana daripada pelarut-pelarut berikut ialah pelarut amfiprotik?

ammonia cecair	CH_3COOH	CH_3OCH_3	piridina	benzena
(a)	(b)	(c)	(d)	(e)

- (A) (a), (b) dan (c)
- (B) (d) dan (e)
- (C) (a) dan (b)
- (D) (a), (b) dan (d)

ANGKA GILIRAN: _____

9. Yang mana daripada pelarut-pelarut berikut dapat membezakan kekuatan bes bagi n-butyl amina dan anilina?
- (A) air
- (B) asid asetik
- (C) kedua-dua air dan asid asetik
- (D) tiada jawapan di atas yang betul
10. Yang mana daripada jenis-jenis mendakan berikut dapat diceriakan dengan mencuci?
- | | | |
|--------------------|-------------------|---------------------|
| mendakan berhablur | mendakan berdadih | mendakan bergelatin |
| (a) | (b) | (c) |
- (A) (a) dan (b)
- (B) (b) dan (c)
- (C) (a) sahaja
- (D) (a), (b) dan (c)

...7/-

ANGKA GILIRAN: _____

11. Suatu larutan NaCl (M.W. = 58.5) disediakan dengan melarutkan 3.500 g garam NaCl tulen dan kering dalam sedikit air. Kemudian larutan NaCl dicurahkan ke dalam suatu turus Dowex 50 dalam bentuk hidrogen dan dielusikan. Efluen yang terdapat dari turus dicairkan ke 500 ml dengan air suling. Kemolaran HCl dalam larutan akhir ini adalah:

.... (A) 0.007 M

.... (B) 0.060 M

.... (C) 0.239 M

.... (D) 0.119 M

12. Di antara pernyataan-pernyataan berikut, yang manakah adalah benar?

.... (A) Elektroforesis sempadan bergerak adalah teknik peka dan memberikan pengasingan sebatian yang sempurna.

.... (B) Teknik 'Isoelectric focusing' berasaskan prinsip elektroforesis dan immunopembauran.

.... (C) Keburukan elektroforesis voltan tinggi adalah ia menjanakan haba dan memerlukan penyejukan.

.... (D) Keburukan elektroforesis dengan menggunakan gel poliakrilamida sebagai penyokong adalah penjerapan dan elektro-endosmosis

ANGKA GILIRAN: _____

13. Pengasingan sebatian yang berasaskan hanya kepada saiz dapat dicapai oleh

- (A) kromatografi afiniti
- (B) penurasan gel
- (C) pertukaran ion
- (D) kromatografi kertas

14. Pemalar-pemalar dalam persamaan Van Deemter bagi suatu turus tertentu pada 150°C adalah

$$A = 0.08 \text{ cm}$$

$$B = 0.15 \text{ cm}^2/\text{saat}$$

$$C = 0.03 \text{ saat}$$

Halaju gas optimum bagi turus ini ialah

- (A) 2.24 cm/saat
- (B) 1.71 cm/saat
- (C) 0.86 cm/saat
- (D) 0.59 cm/saat

...9/-

ANGKA GILIRAN: _____

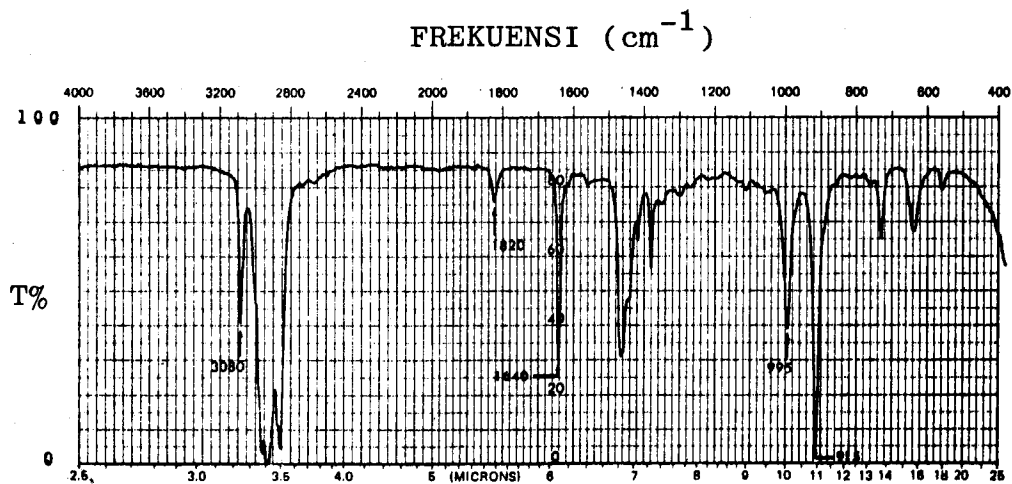
15. Yang mana dari berikut tidak akan mempengaruhi masa retensi sesuatu zat larutan dalam kromatografi gas cecair?
- (A) memanjangkan turus
 - (B) mengubahkan suhu turus
 - (C) mengubahkan pengesan
 - (D) mengubahkan sifat kimia cecair pegun
16. Yang mana daripada sebatian-sebatian berikut dapat digunakan sebagai rujukan dalam bagi suatu kromatografi cecair prestasi tinggi yang dilengkapi dengan suatu pengesan ultraungu?
- (A) sikloheksanon
 - (B) benzofenon
 - (C) kedua-dua (A) dan (B)
 - (D) tiada jawapan di atas yang betul

ANGKA GILIRAN: _____

17. Yang mana dari pelarut-pelarut berikut tidak boleh digunakan dalam spektrometri ultra-ungu?

- (A) metanol
- (B) benzena
- (C) air
- (D) n-heksana

18. Apakah struktur-struktur berikut bersesuaian dengan spektrum inframerah berikut?



- (A) 1-oktena
- (B) 1-oktana
- (C) 1-oktuna
- (D) tiada jawapan di atas yang betul

ANGKA GILIRAN: _____

19. 20% cahaya tuju dihantarkan oleh suatu larutan satu ubat dengan kepekataannya 1.0 mg/l dalam suatu sel panjangnya 1.0 cm. Apakah $A_{1\text{ cm}}^{1\%}$ ubat ini?

.... (A) 0.7×10^3

.... (B) 0.7×10^4

.... (C) 0.2×10^3

.... (D) 0.2×10^4

20. Apakah nilai ϵ bagi ubat di atas jika berat molekulnya ialah 120?

.... (A) 8.4×10^3

.... (B) 8.4×10^4

.... (C) 2.4×10^3

.... (D) 2.4×10^4

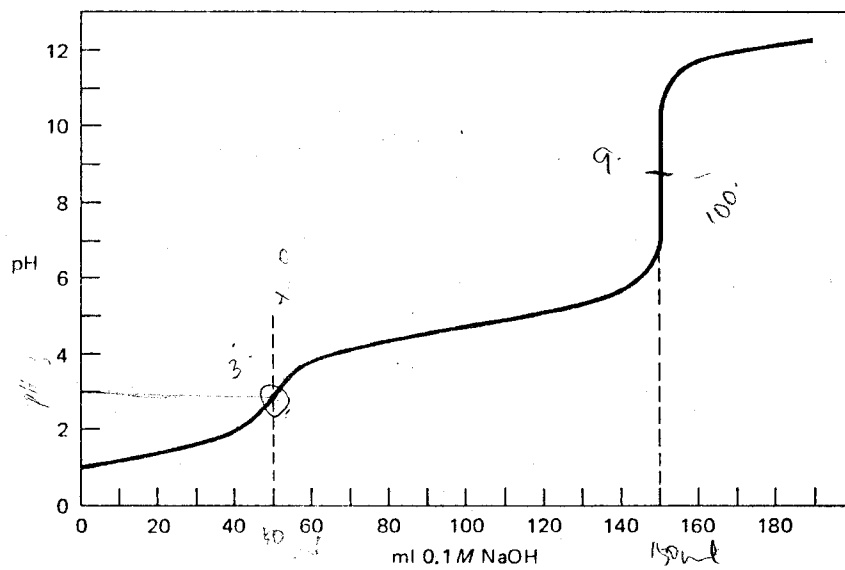
(20 markah)

...12/-

- 12 -

Soalan II

- (A) 50 ml suatu larutan X yang mengandungi HCl dan HOAc (pKa = 4.8) dititratkan oleh 0.1000 M NaOH dan lengkungan pentitratan didapati seperti berikut:



Volume untuk T.K.1 = 50ml
 Volume untuk T.K.2 = 150ml

$\therefore V_T = 150 + 50 = 200$

Hitungkan kepekatan HCl dan kepekatan HOAc dalam campuran itu.

(5 markah)

...13/-

- 13 -

- (B) Jika komponen HOAc dalam larutan X digantikan dengan asam fosforik ($pK_{a1} = 2.1$, $pK_{a2} = 7.2$, $pK_{a3} = 12.3$) pada kemolaran yang sama, apakah rupanya lengkungan pentitratan?

(10 markah)

$$pH = pK_{a2} + pK_{a3}$$

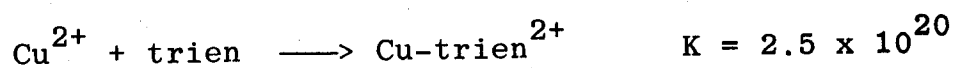
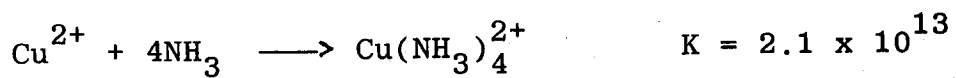
- (C) Jika 50 ml larutan X dicairkan dengan 20 ml air sebelum ia dititratkan dengan 0.1000 M NaOH, apakah rupanya lengkungan pentitratan?

(5 markah)

$$pH = pK_{a1} + pK_{a2}$$

Soalan III

- (A) Ion kuprik Cu^{2+} bertindak dengan ammonia dan trien masing-masing dalam cara yang hampir sama:



Walaupun demikian, ion kuprik boleh dititratkan dengan jitu dengan menggunakan trien, tetapi tidak boleh dititratkan dengan jitu dengan ammonia. Terangkan sebabnya.

$$K_1, K_2$$

(5 markah)

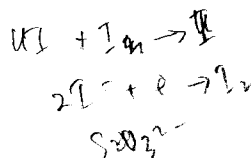
...14/-

- 14 -

- (B) Untuk mentitratkan suatu asid lemah dengan jitu, pentitratan mesti dijalankan dalam suatu pelarut yang sifat asidnya tersangat lemah dari asid yang hendak dianalisis. Terangkan sebabnya. Fenol ialah suatu asid yang terlalu lemah ($pK_a = 9$) sehingga tidak boleh dititratkan dalam air. Cadangkan suatu pelarut sesuai untuk pentitratan fenol sebagai suatu asid.

(5 markah)

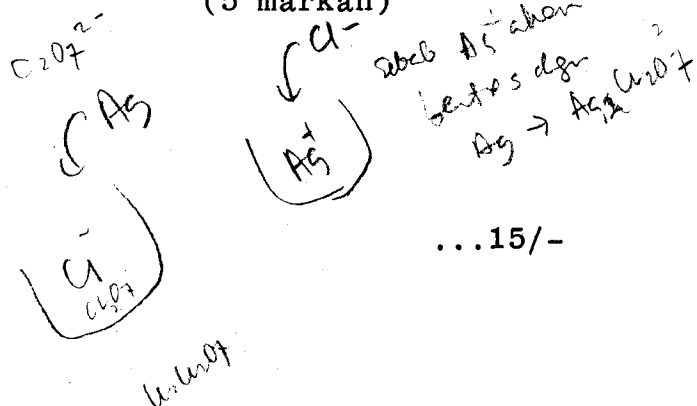
- (C) Larutan berair iodin B.P. ialah suatu larutan kalium iodida dan iodin dalam air. Apakah kaedah B.P. bagi cerakinan dua komponen ini? Tuliskan persamaan kimia yang berimbang bagi tindak balas yang terlibat dalam analisis ini.



(5 markah)

- (D) Fluoresein dapat digunakan sebagai penunjuk dalam kedua-dua pentitratan Cl^- dengan Ag^+ dan pentitratan Ag^+ dengan Cl^- . Sebaliknya, ion kromat dapat digunakan sebagai penunjuk dalam pentitratan Cl^- dengan Ag^+ sahaja. Ia tidak dapat digunakan sebagai penunjuk dalam pentitratan Ag^+ oleh Cl^- . Terangkan sebabnya.

(5 markah)



- 15 -

Soalan IV

(A) Bezakan antara beza jelas dan retensi relatif.

(4 markah)

(B) Data berikut adalah bagi suatu analisis kromatografi gas-cecair.

Masa retensi suatu sebatian, $t_R = 5.0$ minMasa retensi udara, $t_a = 1.0$ minIsipadu cecair, $V_L = V_s = 2.0$ mlKadar aliran, $F_C = 50$ ml/min

Hitungkan

(a) Faktor kapasiti, k'

$$k' = \frac{t_R - t_0}{t_0} = \frac{5 - 1}{1} = 4$$

(b) Isipadu gerak, V_M

$$V_M = t \times t_R$$

$$V_R = V_M + k' V_S$$

(c) Pekali taburan, K

$$V_M =$$

$$K = k \frac{V_S}{V_M}$$

(d) Isipadu retensi, V_R

$$V_R = F \times t_R$$

$$V_R = F \times t_R$$

(8 markah) = 50×5

$$K = k \left(\frac{V_S}{V_M} \right)$$

(C) Huraikan keperluan untuk kromatografi ideal dan tunjukkan mengapa ia adalah mustahil dicapai.

① Plat pentam

② No penyerapan

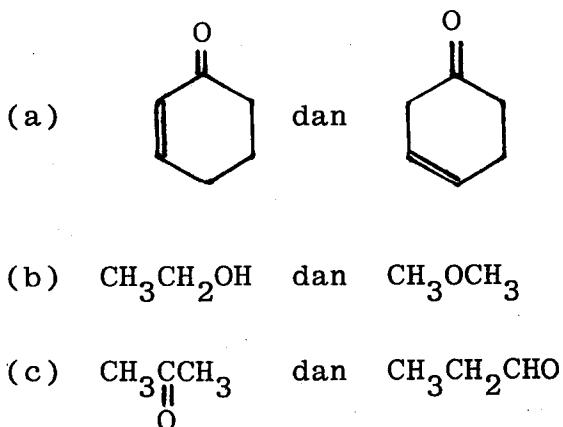
③ No perpuskan

(8 markah)

...16/-

Soalan V

- (A) Bagaimana spektrum inframerah boleh digunakan untuk membezakan sebatian-sebatian berikut? Sebutkan jalur-jalur penyerapan ciri bagi setiap sebatian.



(9 markah)

- (B) Bolehkah sebatian-sebatian dalam (A) dibezakan dengan menggunakan spektrum ultra-ungu? Terangkan sebabnya.

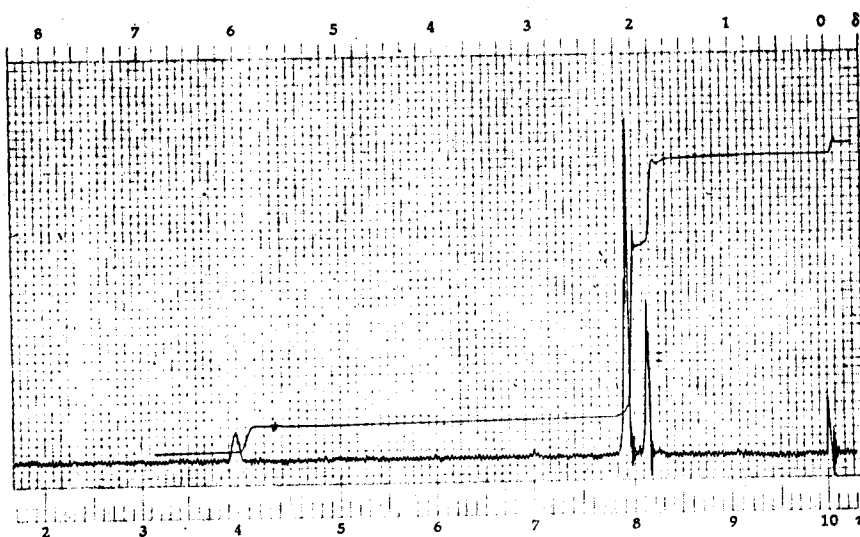
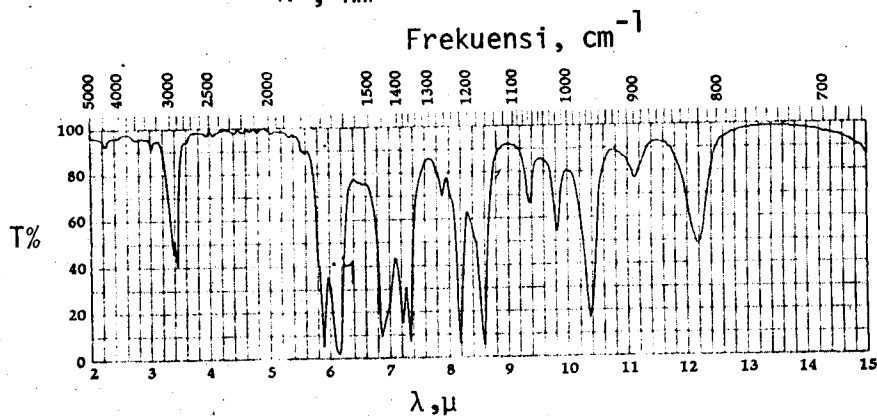
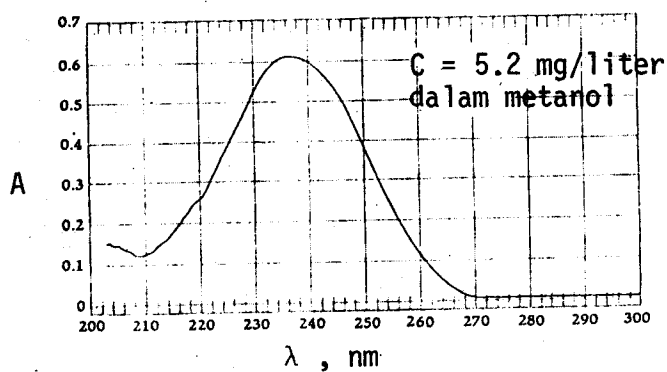
(6 markah)

- (C) Proton dalam kumpulan hidroksil bagi etanol $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$ menunjukkan satu puncak sahaja dalam nmr walaupun ia mempunyai dua proton di atas karbon berjiran. Terangkan sebabnya.



(5 markah)

Soalan VI

Mesitil oksida $C_6H_{10}O$ menunjukkan spektrum ultra-ungu, spektrum inframerah dan spektrum nmr seperti berikut. Dapatkan struktur bagi sebatian ini. Berikan alasan anda.



Frekuensi Penyerapan Inframerah

<u>Ikatan</u>	<u>Jenis Sebatian</u>	<u>Frekuensi cm⁻¹</u>	<u>Keamatan</u>
O-H	alkohol, fenol (bebas)	3650-3590	berubah-ubah, tajam
O-H	alkohol, fenol (ikatan-H)	3400-3200	kuat, lebar
O-H	asid (ikatan-H)	3000-2500	berubah-ubah, lebar
	amino primer atau amida	3500-3300 (dua puncak)	medium
N-H	amina sekunder atau amida	3500-3300 (satu puncak)	medium
C-H	alkana	2960-2850	kuat
C-H	aldehid	2820-2720 (dua puncak)	lemah
=C-H	alkena dan arena	3100-3010	medium
≡C-H	alkuna	3300	kuat, tajam
-C≡C-	alkuna	2260-2100	berubah-ubah
-C≡N	nitril	2300-2000	kuat
C=O	ester	1750-1735 ^a	kuat
C=O	aldehid	1740-1720 ^a	kuat
C=O	keton	1725-1705 ^a	kuat
C=O	asid karboksilik (dimer)	1720-1700 ^a	kuat
C=O	amida	1700-1640 ^a	kuat
N-H (pembengkokan)	amida, amina	1600-1500 900- 600	kuat kuat
C=C	alkena	1680-1620 ^a	berubah-ubah
C=C	arena	1600, 1580, 1500, 1450	kuat-medium
	sebatian nitro	1500-1600	kuat
C-H (pembengkokan)	alkana	1540-1300	kuat-medium
=C-H (pembengkokan)	alkena	1450-1300 1000- 800	medium kuat
O-H (pembengkokan)	alkohol	1400-1200 900- 600	kuat kuat
C-O	alkohol, eter, ester dan asid	1300-1000	kuat
=C-H (pembengkokan)	arena	1200-1000 700- 900	medium kuat
C-X	halida	1000- 500	kuat

^a tak berkonjugasi. Konjugasi bagi satu ikatan multipel merendahkan frekuensi

Kromofor		λ_{\max}	Contoh	$\lambda_{\max}(\epsilon)$	Peralihan
C=C	alkena	160-180 nm	etena	165 nm (10,000)	$\pi \rightarrow \pi^*$
C \equiv C	alkuna	160-180 nm	asetilena	173 nm (6,000)	$\pi \rightarrow \pi^*$
C=O	aldehid atau keton	180-190 nm ~280 nm	aseton	188 nm (1.860) 276 nm (15)	$n \rightarrow \sigma^*$ $n \rightarrow \pi^*$
C=O	asid karboksilik atau terbitannya	~200 nm	asid asetik	208 nm (32)	$n \rightarrow \pi^*$
C=C=C=C	diena ber-konjugat	215-250 nm	1,3-butadiena	217 nm (21,000)	$\pi \rightarrow \pi^*$
C=C-C=O	aldehid atau keton ber-konjugat	215-250 nm >300 nm	krotonal-dehid	218 nm (18,000) 320 nm (20)	$\pi \rightarrow \pi^*$ $n \rightarrow \pi^*$
C=C-C=O	asid ber-konjugat atau terbitannya	210 nm 240 nm	asid cis-	206 nm (13,500) 242 nm (250)	$\pi \rightarrow \pi^*$ $n \rightarrow \pi^*$
	benzena atau benzena ter-tukarganti	200-240 nm 250-280 nm	benzena	205 nm (8,000) 255 nm (215)	$\pi \rightarrow \pi^*$ $\pi \rightarrow \pi^*$
			fenol	210 nm (6,200) 270 nm (1,450)	$\pi \rightarrow \pi^*$ $\pi \rightarrow \pi^*$
			stirena	244 nm (12,000) 282 nm (450)	$\pi \rightarrow \pi^*$ $\pi \rightarrow \pi^*$
			asetofenon	240 nm (13,000) 278 nm (1,100) 319 nm (50)	$\pi \rightarrow \pi^*$ $\pi \rightarrow \pi^*$ $n \rightarrow \pi^*$