

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Tahun Kedua Dalam Sains Farmasi

Semester I, Sidang 1987/88

Analisis Farmaseutik

FPC 217.40

Tarikh: 2 November 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 (✓) 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. Dalam kromatografi gas cecair, saling tindak zat larutan dengan penyokong pepejal akan menyebabkan:
  - .... (A) jalur elusi yang sangat tajam
  - .... (B) pembauran pusat
  - .... (C) jalur elusi yang tak bersimetri dengan masalah "pengekoran"
  - .... (D) penurunan kepekaan pengesanan
  
2. Komponen Y dielusikan dalam 15.0 minit. Komponen Z memerlukan 25.0 minit dan suatu sebatian X yang tak disekat memerlukan 2.0 minit. Masa retensi relatif Z dibandingkan dengan Y adalah
  - .... (A) 1.67
  - .... (B) 0.60
  - .... (C) 0.56
  - .... (D) 1.77

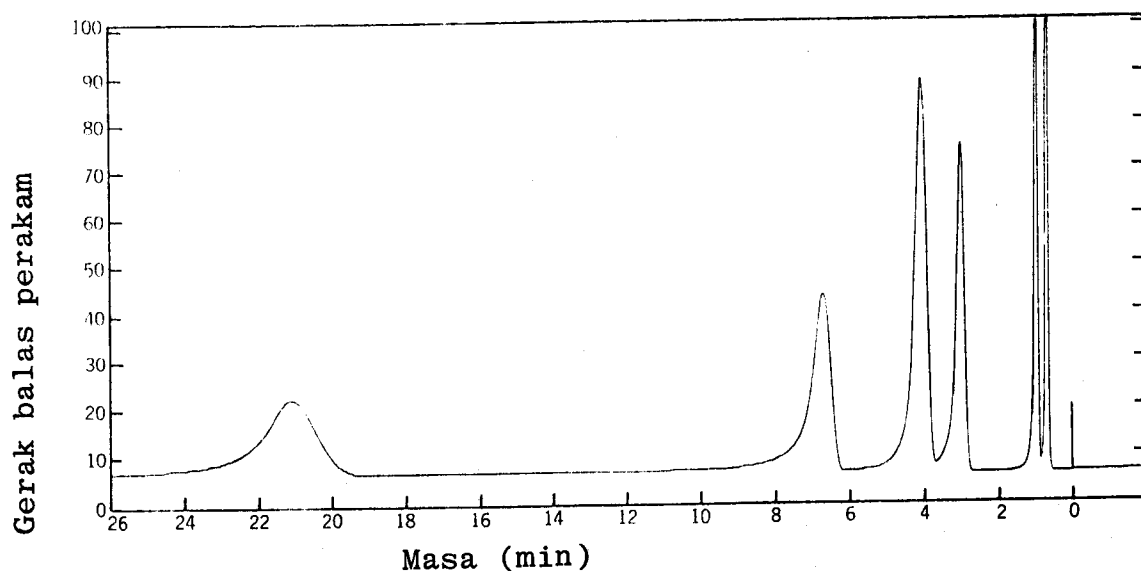
ANGKA GILIRAN: \_\_\_\_\_

3. Dalam kromatografi, suatu sebatian di mana pekali taburan, K, adalah sifar digunakan untuk menentukan
- .... (A) isipadu total turus
  - .... (B) isipadu dalam liang-liang bahan padatan
  - .... (C) isipadu yang diduduki oleh bahan padatan
  - .... (D) isipadu dalam turus yang didedahkan kepada fasa gerak
4. Yang mana di antara pernyataan-pernyataan berikut mengenai elektroforesis sempadan bergerak adalah benar?
- (a) Pengasingan sempurna tidak boleh berlaku.
  - (b) Terdapat beberapa jenis media penyokong seperti kertas, gel poliakrilamida dsb. yang boleh digunakan.
  - (c) Kaedah ini berasaskan prinsip imunopembauran.
  - (d) Kaedah ini adalah tak peka.
- .... (A) (a), (b)
  - .... (B) (a), (c)
  - .... (C) (a), (d)
  - .... (D) (b), (c)

- 4 -

ANGKA GILIRAN: \_\_\_\_\_

5. Bilangan plat teoretis yang dihitungkan dari puncak elusi bagi sinamaldehyd dalam rajah di bawah adalah:



Pengasingan kromatografi gas bagi suatu campuran aldehyd. Puncak-puncak mengikut susunan elusi = isobutiraldehyd, paraldehyd, 2-furaldehyd, benzaldehyd, salisilaldehyd dan sinamaldehyd. Suhu turus  $200^{\circ}\text{C}$ , kadar aliran gas pembawa 18 ml/min.

- .... (A) 1004
- .... (B) 127
- .... (C) 32
- .... (D) 4175

...5/-

ANGKA GILIRAN: \_\_\_\_\_

6. Konsep plat teoretis menunjukkan

- .... (A) kepekaan pengesan
- .... (B) prestasi turus
- .... (C) kadar aliran fasa gerak
- .... (D) keadaan alat suntikan

7. Nilai  $t_R$  adalah suatu parameter yang penting untuk

- (a) kromatografi lapisan tipis
- (b) kromatografi gas cecair
- (c) kromatografi cecair prestasi tinggi
- (d) elektroforesis

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

ANGKA GILIRAN: \_\_\_\_\_

8. Asid formik ( $K_{\text{auto}} = 10^{-6.2}$ ,  $D = 58.0$ ) tidak sesuai digunakan sebagai pelarut untuk pentitratan tak berair. Apakah sebabnya?
- .... (A)  $K_{\text{auto}}$  tidak cukup rendah
  - .... (B)  $D$  tidak cukup besar
  - .... (C) kedua-dua (A) dan (B)
  - .... (D) terlalu mahal
9. Apabila keterlarutan  $\text{AgCl}$  diplotkan melawan kepekatan  $\text{Cl}^-$  dalam larutan, suatu minimum didapati. Apakah sebabnya?
- .... (A) kesan ion sepunya dan kesan berbagai ion
  - .... (B) kesan ion sepunya dan kesan pH
  - .... (C) kesan ion sepunya dan kesan kompleks
  - .... (D) kesan pH dan kesan kompleks
10. Mengapa pentitratan kelometrik biasanya dijalankan dalam larutan bertampan?
- .... (A) oleh kerana kebanyakan kelon adalah anion daripada asid lemah
  - .... (B) oleh kerana kebanyakan ion logam mendak sebagai hidroksida dalam larutan berbes
  - .... (C) kedua-dua (A) dan (B)
  - .... (D) tiada jawapan di atas yang betul

ANGKA GILIRAN: \_\_\_\_\_

11. Mengapa agen penurun jarang digunakan sebagai titran?
- .... (A) Ia senang dioksidakan oleh udara
  - .... (B) Harganya sangat mahal
  - .... (C) Susah mendapati penunjuk
  - .... (D) Tindak balas kimianya tidak stoikiometrik
12. Yang mana daripada jenis-jenis mendakan berikut menarik banyak molekul pelarut semasa ia dimendak?
- .... (A) mendakan berhablur
  - .... (B) mendakan berdadiah
  - .... (C) mendakan bergelatin
  - .... (D) tiada jawapan di atas yang betul
13. Yang mana daripada kaedah-kaedah berikut boleh digunakan untuk memperbaiki ketulenan suatu mendakan berhablur setelah ia dibentuk?
- .... (A) pencucian
  - .... (B) penghadaman
  - .... (C) kedua-dua pencucian dan penghadaman
  - .... (D) tiada jawapan di atas yang betul

ANGKA GILIRAN: \_\_\_\_\_

14. Kenapa kaedah Mohr tidak boleh digunakan untuk pentitratan  $\text{Ag}^+$  oleh  $\text{Cl}^-$  secara pentitratan langsung?
- .... (A) penunjuk tidak akan berubah warna pada takat akhir
- .... (B) perubahan warna penunjuk pada takat akhir berlaku tidak cukup cepat
- .... (C)  $(\text{AgCl}) \cdot \text{Cl}^-$  akan membentuk
- .... (D)  $(\text{AgCl}) \cdot \text{Ag}^+$  akan membentuk
15. Yang mana dari sebatian-sebatian berikut dapat digunakan sebagai piawai primer untuk memiawaikan suatu larutan asid hidroklorik?
- |                          |  |                                   |                                  |
|--------------------------|--|-----------------------------------|----------------------------------|
| $\text{Na}_2\text{CO}_3$ | $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ | $\text{C}_6\text{H}_5\text{COOH}$ | $\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}$ |
| (a)                      | (b)  | (c)                               | (d)                              |
- .... (A) (a) dan (b)
- .... (B) (c) dan (d)
- .... (C) (a) sahaja
- .... (D) (a), (b), (c) dan (d)



ANGKA GILIRAN: \_\_\_\_\_

16. Yang mana dari asid-asid berikut dapat dititratkan dalam larutan berair dengan kejituan yang memuaskan?

	asid asetik	asid barbiturik	sakarín	fenol
pKa	4.8	4.0	1.6	9.9
	(a)	(b)	(c)	(d)

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

17. Bagi elektrod jenis ketiga Hg/Hg-EDTA, N-EDTA,  $N^{n+}$ , apakah perhubungan wajib antara  $K_S$  bagi Hg-EDTA dan  $K_S$  bagi N-EDTA?

- .... (A)  $K_S$  (N-EDTA) <  $K_S$  (Hg-EDTA)  
 .... (B)  $K_S$  (N-EDTA) =  $K_S$  (Hg-EDTA)  
 .... (C)  $K_S$  (N-EDTA) >  $K_S$  (Hg-EDTA)  
 .... (D) semua jawapan di atas tidak betul

ANGKA GILIRAN: \_\_\_\_\_

18. Kedayaserapan molar bagi asid benzoik (berat moelkul = 122) dalam metanol pada 275 nm ialah 1950. Jika diingini untuk mendapatkan suatu daya serap yang tidak melebihi 1.0, apakah kepekatan maksimum (dalam g/liter) yang boleh digunakan dalam suatu sel 1-cm?

- .... (A)  $3.12 \times 10^{-3}$  g/liter
- .... (B)  $6.25 \times 10^{-3}$  g/liter
- .... (C)  $6.25 \times 10^{-2}$  g/liter
- .... (D)  $6.25 \times 10^{-1}$  g/liter

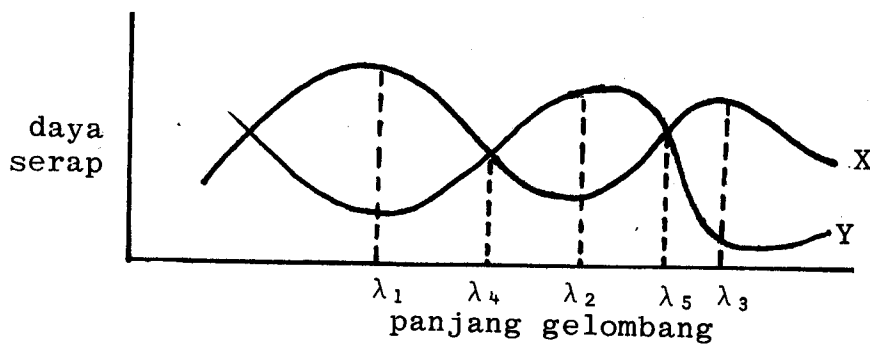
19. Yang mana daripada perhubungan-perhubungan berikut dipanggil petua frekuensi Bohr?

- .... (A)  $h\nu = E_2 - E_1$
- .... (B)  $A = klc$
- .... (C)  $\epsilon = h\nu$
- .... (D)  $\bar{\nu} = 1/\lambda$

...11/-

ANGKA GILIRAN: \_\_\_\_\_

20. Yang mana dua panjang gelombang adalah paling sesuai untuk dipilih sebagai panjang gelombang analitis untuk suatu sampel yang mengandung X dan Y?



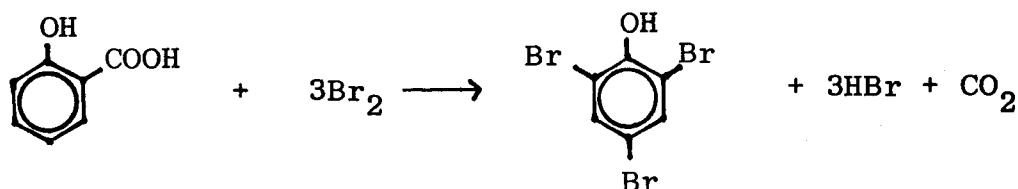
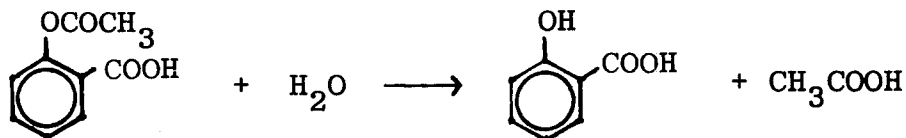
- .... (A)  $\lambda_1$  dan  $\lambda_2$
- .... (B)  $\lambda_1$  dan  $\lambda_3$
- .... (C)  $\lambda_2$  dan  $\lambda_3$
- .... (D)  $\lambda_4$  dan  $\lambda_5$

(20 markah)

...12/-

Soalan II

Asid asetilsalisilik (aspirin) senang menghidrolisis dalam air untuk menghasil asid salisilik yang dapat bertindak balas dengan bromin seperti berikut:



Berdasarkan tindak-tindak balas di atas, rancangkan suatu skema untuk analisis kandungan asid asetilsalisilik dalam suatu tablet. Skema anda mesti mengandungi perkara-perkara berikut:

- (A) Semua tindak balas berimbang yang terlibat dalam analisis.
- (B) Cara persediaan larutan titran dan bagaimana ia dipecahkan.
- (C) Cara persediaan semua larutan yang lain dan sebutkan sama ada ia mesti dipecahkan atau tidak.
- (D) Penunjuk yang digunakan dan bagaimana warnanya berubah pada takat akhir.
- (E) Cara perhitungan kandungan asid asetilsalisilik dari keputusan pentitratan.

Soalan III

(A) Nilai  $pK_b$  pertama dan kedua untuk suatu bes diprotik  $A^{=}$  ialah 4.0 dan 7.0 masing-masing. 100 ml 0.1000 M larutan bes itu dititratkan dengan 0.1000 M HCl.

- Apakah isipadu titran pada takat kesetaraan pertama dan takat kesetaraan kedua?
- Apakah nilai pH pada setiap takat kesetaraan? Apakah nilai pH pada 5 ml sebelum dan 5 ml selepas setiap takat kesetaraan?
- Lukiskan lengkungan pentitratan.

(B) Jika bentuk asid dan bentuk bes suatu sebatian menunjukkan kedayaserapan yang berbeza pada suatu panjang gelombang tertentu, daya serap larutan sebatian ini akan bergantung kepada nilai pH larutan seperti berikut:

$$pH = pK_a + \log \frac{A - A_a}{A_b - A}$$

di mana  $A_a$  dan  $A_b$  ialah daya serap bagi bentuk asid dan bentuk bes.

- Bermula dengan persamaan Henderson-Hasselbach, terbitkan hubungan di atas.
- Kirakan nilai  $pK_a$  dari data berikut.

pH	2	3	4	5	6	7	8	9	10
A	0.10	0.10	0.20	0.46	0.85	1.10	1.25	1.35	1.35

(20 markah)

Soalan IV

- (A) (a) Jelaskan istilah pekali taburan.  
(b) Huraikan faktor-faktor yang mempengaruhi pekali taburan.

(6 markah)

- (B) Selepas 5 pengekstrakan dengan kloroform (100 ml kloroform setiap pengekstrakan), 90% suatu sebatian organik, marmaladon diekstrakkan dari suatu larutan berair. Apakah peratusan marmaladon yang akan diekstrakkan oleh sepuluh (10) pengekstrakan (100 ml kloroform setiap pengekstrakan)? Marmaladon, seperti zat larutan ideal yang lain, tidak mendimerkan dalam kloroform atau bercerai dalam air.

(6 markah)

- (C) Pemalar penceraian bagi asid propionik, HOPr (M.W. = 78.04) dalam air adalah  $K_a = 1.00 \times 10^{-5}$ , dan pekali taburannya antara eter dan air adalah  $K_D = 2.85$ . Anda diberi suatu larutan yang mengandungi 8.00 g HOPr dalam 500 ml air yang telah disesuaikan ke pH 4.00 dengan penambahan bes. Asid propionik diekstrakkan dari larutan berair dengan dua bahagian eter, setiap bahagian berisipadu 250 ml. Apakah nilai pH lapisan berair selepas pengekstrakan kedua?

(8 markah)

...15/-

Soalan V

- (A) Terangkan maksud (a) beza jelas  
(b) kecekapan turus

(3 markah)

- (B) Bagaimana anda dapat memperbaiki beza jelas bagi suatu turus kromatografi?

(3 markah)

- (C) Data berikut didapati bagi elusi dua sebatian dari suatu turus (panjangnya = 40.0 cm) dengan kadar aliran 1.5 ml/min.

<u>Masa (min)</u>	<u>Kandungan eluat</u>	<u>Masa (min)</u>	<u>Kandungan eluat</u>
16	0.05	25	0.2
17	0.2	26	0.1
18	1.4	27	0.4
19	6.0	28	1.9
20	9.5	29	4.4
21	10.0	30	5.2
22	9.4	31	4.3
23	6.1	32	2.1
24	1.2	33	0.4

- (a) Dapatkan profil elusi bagi kedua-dua sebatian.  
(b) Tentukan kecekapan dan beza jelas turus ini.

(8 markah)

- (D) Apakah perbezaan-perbezaan utama antara kromatografi cecair resaman dan kromatografi cecair prestasi tinggi.

(6 markah)

Soalan VI

- (A) (a) Berdasarkan perhubungan struktur-keaktifan, ramalkan sama ada sebatian-sebatian berikut mungkin berpendarfluor:
- (i) etil asetat, (ii) 5,6-dihidroksiindol, (iii) benzofenon dan (iv) dietil eter
- (b) Terangkan, dengan ringkas apakah pendarfluor.
- (c) Terangkan, dengan gambarajah, bahagian-bahagian utama bagi spektrofluorimeter.

(10 markah)

- (B) (a) Anda diberikan suatu sampel yang mengandungi zink; kepekatannya lebih-kurang 2 ppm.
- (i) Namakan suatu kaedah yang sesuai bagi penentuan zink.
- (ii) Terangkan dengan gambarajah, bahagian-bahagian utama peralatan yang digunakan.
- (b) Terangkan dengan ringkas apakah yang dimaksud dengan penyerapan atom dan emisi api - beri prinsipnya sahaja.

(10 markah)