

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA
Peperiksaan Semester Pertama
Sidang 1991/92
Oktober/November 1991
KAA 311 Kaedah Pengalatan
KAI 311 Kaedah Pengalatan
Masa : [2 jam]

Jawab sebarang EMPAT soalan sahaja.

Hanya EMPAT Jawapan yang pertama sahaja akan diperiksa.

Jawab tiap-tiap soalan pada muka surat yang baru.

Kertas ini mengandungi LIMA soalan semuanya (4 muka surat).

1. (a) (i) Auksokrom boleh menambahkan keamatan keserapan spektrometri ultra lembayung-nampak suatu sebatian kompleks. Berikan dua contoh auksokrom yang anda ketahui.
(2 markah)
- (ii) Dengan ringkas terangkan mengapa warna larutan cair KMnO_4 mempunyai keamatan yang tinggi.
(2 markah)
- (b) (i) Nyatakan prinsip plasma gandingan aruhan (ICP). Apakah kebaikan analisis menggunakan ICP berbanding dengan pemancaran nyala biasa?
(4 markah)
- (ii) Apakah yang dimaksudkan dengan tabung beralur perangkap atom (S.T.A.T.) dalam spektrometri penyerapan atom?
(4 markah)
- (c) Bandingkan kaedah penambahan piawai dengan kaedah piawai dalaman dalam analisis spektrometri atom.
(5 markah)
- (d) (i) Berapakah getaran mod asas yang dijangka untuk metana, benzena dan asetilena?
(3 markah)
- (ii) Ikatan tunggal, ganda dua dan tripel mempunyai pemalar daya 5×10^5 , 10×10^5 dan 15×10^5 dyne cm^{-1} . Pada frekuensi manakah regangan C-C, C=C dan C=C boleh didapati?
(5 markah)

.../2-

2. (a) Nyatakan beberapa gangguan yang terdapat semasa proses pengatoman sampel dalam spektrometri pemancaran nyala. Dengan contoh yang sesuai terangkan bagaimana anda boleh mengatasi gangguan-gangguan ini.

(10 markah)

(b) Kandungan litium suatu sampel serum telah dianalisis dengan spektrometri pemancaran nyala menggunakan kaedah penambahan piawai. Tiga alikuot 0.500 mL sampel yang disediakan masing-masing dicairkan dengan 5.00 mL air ternyahion. Ke dalam alikuot ini masing-masingnya ditambahkan 0, 10.0, dan 20.0 μ L larutan piawai 0.0500 M LiCl. Isyarat pemancaran ketiga-tiga larutan ialah 23.0, 45.3 dan 68.0 (unit sembarangan). Apakah kepekatan litium (dalam ppm (berat/ isipadu)) dalam sampel serum?

(8 markah)

(c) Bes konjugat suatu asid lemah, HA, menyerap maksimum pada 520 nm. Data berikut diperoleh dengan menyukat keserapan larutan asid HA pada kepekatan yang sama tetapi berlainan pH :

<u>pH</u>	<u>Keserapan</u>
2.0	0.00
4.0	0.00
5.0	0.030
6.0	0.180
7.0	0.475
8.0	0.565
9.0	0.590
10.0	0.590
11.0	0.590
12.0	0.590

Kirakan pKa anggaran asid HA ini.

(7 markah)

3. (a) Apakah kebaikan dan keburukan spektrofotometer dua alur berbanding dengan alur tunggal dalam spektrometri penyerapan atom (AAS) ? Bagaimanakah peralatan kesan Zeeman terkutub boleh mengatasi masalah latarbelakang dalam AAS ?

(8 markah)

.../3-

- (b) Apakah perbezaan yang jelas di antara spektrometer inframerah biasa dengan inframerah terubahsuai atau inframerah transformasi Fourier (FTIR)? Nyatakan mengapa FTIR lebih sesuai digunakan dalam analisis sebatian organologam.
(7 markah)
- (c) (i) Nyatakan perbezaan di antara had pengesanan dan bisingan latar belakang.
(3 markah)
- (ii) Apakah yang dimaksudkan dengan warna pelengkap?
(2 markah)
- (d) Dalam 25.0 mL 0.8 M HClO_4 , 5.00×10^{-7} mol Zr membentuk kompleks 1:1 dengan xilenol jingga (XO) dengan keserapan 0.484 pada 353 nm dan sel 1.0 cm. Kira kedayaserapan molar, ϵ , kompleks Zr-XO.
(5 markah)
4. (a) Apakah parameter peralatan yang perlu dioptimumkan sebelum analisis menggunakan kaedah spektrometri penyerapan atom dilakukan?
(9 markah)
- (b) (i) Dengan gambarajah blok, tunjukkan perbezaan di antara komponen alatan spektrofotometer ultralembayung-nampak dan spektrofotometer pendarfluor molekul.
(2 markah)
- (ii) Terangkan mengapa kaedah spektrometri pendarfluor molekul lebih peka dan pemilih daripada kaedah spektrometri ultra lembayung-nampak.
(9 markah)
- (c) Kepekatan kuinina dalam air tonik telah ditentukan menggunakan kaedah pendarfluor. Keamatan pendarfluor 1.0 mL air tonik yang dicairkan kepada 100 mL dengan 0.05 M H_2SO_4 , pada λ pengujaan 350 nm dan λ pemancaran 450 nm ialah 8.44 (unit sembarangan). Satu siri larutan piawai kuinina yang juga disediakan dalam 0.05 M H_2SO_4 memberikan keamatan pendarfluor seperti dalam kurungan; 100 ppm (293), 10 ppm (52.3), 1.00 ppm (12.0), 0.100 ppm (1.26), 10 ppb (0.158), 1.0 ppb (0.015). Keamatan pendarfluor larutan blank 0.05 M H_2SO_4 diabaikan. Plotkan keluk tentukan pendarfluor larutan kuinina piawai dan tentukan kepekatan kuinina dalam sampel air tonik.
(5 markah)

5. (a) (i) Terangkan cara kerja lampu katod berongga. (5 markah)

(ii) Mengapakah alatan spektrometer penyerapan atom (AAS) dianggap alatan menghad bisingan? (5 markah)

(b) Apakah hasilan kuantum pendarfluor, ϕ , akan berubah jika
 (i) suhu diubah (ii) kepekatan fluorofor ditukar
 (iii) terdapat pelindap seperti I^- dan (iv) kelikatan pelarut ditambah? Jelaskan jawapan anda.

(8 markah)

(c) Plotkan dua keluk Job untuk kompleks Bi-xilenol jingga dalam $0.2 \text{ M H}_2\text{SO}_4$ pada 545 nm daripada data di bawah :

$\frac{[\text{Bi}^{3+}]}{[\text{Bi}^{3+}] + [\text{XO}^-]}$	Keserapan dibetulkan	
	I	II
0.0	0.00	0.00
0.1	0.049	0.070
0.2	0.095	0.145
0.3	0.145	0.208
0.4	0.180	0.260
0.5	0.198	0.278
0.6	0.190	0.270
0.7	0.160	0.226
0.8	0.108	0.158
0.9	0.058	0.075
1.0	0.00	0.00

(i) Apakah nisbah mol untuk Bi terhadap XO?

(ii) Anggarkan pemalar pembentukan, K_f , kompleks Bi-XO.

$[\text{Bi}^{3+}] + [\text{XO}^-]$ untuk I = $2.4 \times 10^{-5} \text{ M}$, dan
 II = $3.2 \times 10^{-5} \text{ M}$.

(7 markah)

ooo000ooo