

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Semester Kedua

Sidang 1995/96

April 1996

KAA 331 - Kaedah Pemisahan

[Masa : 3 jam]

Jawab sebarang LIMA SOALAN.

Hanya LIMA jawapan yang pertama sahaja yang akan diperiksa.

Jawab setiap soalan dalam muka surat yang baru.

Kertas soalan ini mengandungi TUJUH soalan semuanya (7 muka surat).

- 1 (a) Pekali taburan dan pemalar penceraian bagi dua asid HA dan HB diberikan di bawah:

	K_p	K_a
HA	10	1.0×10^{-4}
HB	1000	1.0×10^{-9}

- i. Kira nisbah taburan D_c bagi kedua asid pada pH 5,6,7,8 dan 9.

ii. Jika nisbah D_c mestilah $10^6:1$ (HB:HA) bagi pengekstrakan HB tanpa mengekstrak HA, apakah nilai pH terendah dimana pemisahan boleh berlaku bagi sekali pengekstrakan menggunakan isipadu pelarut organik dan akueus yang sama.

(8 markah)

(b) Terangkan prinsip pengekstrakan fasa pepejal. Apakah kebaikan dan keburukan kaedah ini jika dibandingkan dengan kaedah pengekstrakan cecair-cecair?

(9 markah)

(c) Bagi pengekstrakan satu logam (M^{n+}) sebagai kelat (MX_n) daripada fasa akueus ke fasa $CHCl_3$ apakah kesannya terhadap D_c apabila satu ligan (Y^-) yang membentuk ion kompleks terlarut dalam air ditambahkan kepada fasa akueus?

(3 markah)

2. (a) Telah didapati bahawa aspirin (asid 2-asetoksibenzoik) dijerap pada bahagian atas satu turus yang dipadatkan dengan silika dengan kuat. Bagi pelarut berikut, yang mana satukah akan mengelusikan aspirin paling cepat? Heksana, benzene, kloroform, dietil eter, etanol. Berikan sebab anda.

(4 markah)

- (b) Bagi pemisahan campuran protein menggunakan kaedah elektroforesis, didapati jalur yang terhasil tidak diresolusikan dengan baik. Cadangkan bagaimana pemisahan ini dapat dipertingkatkan.

(6 markah)

- (c) Terangkan bagaimana anda boleh tentukan kandungan kuprum, plumbum, nikel dan besi yang hadir sebagai bendasing di dalam satu sampel zink berketulenan tinggi menggunakan kaedah kromatografi ion.

(8 markah)

- (d) Mengapakah pengesanan pengionan nyala berguna untuk analisis sampel yang mengandungi air, nitrogen dan sulfur?

(2 markah)

3. (a) Satu turus kromatografi gel telah disediakan menggunakan gel Sephadex yang menyisihkan molekul yang mempunyai berat molekul lebih daripada 500,000. Jika isipadu gelonggong ("void") ialah 65 mL dan isipadu di dalam zarah gel yang boleh menerima zat terlarut ialah 210 mL,
- i. apakah isipadu penahanan yang dijangkakan bagi satu protein yang mempunyai berat molekul 750,000?
 - ii. apakah isipadu penahanan yang dijangkakan bagi satu protein kecil yang mempunyai berat molekul 13,700 yang boleh memasuki setiap liang di dalam gel?

iii. berikan komen tentang sifat satu sebatian yang mempunyai berat molekul 15,000 yang memberi isipadu penahanan 442 mL.

(9 markah)

(b) Terangkan bagaimana anda boleh tentukan surihan ion bromida dan iodida di dalam satu sampel garam makanan.

(6 markah)

(c) Etilena oksida kadang-kadang digunakan sebagai bahan pewasapan untuk menghalang kerosakan rempah. Terangkan dengan ringkas bagaimana etilena oksida boleh ditentukan di dalam sampel tersebut.

(5 markah)

4. (a) Turus kromatografi gas boleh disediakan dimana ungkapan pembauran eddy di dalam persamaan Van Deemter dijadikan amat kecil. Jika turus ini (2 meter panjang) mempunyai halaju optimum 1.2 cm per saat dan mempunyai 9,000 plat teoritis pada halaju optimum ini,

i. tentukan persamaan Van Deemter bagi turus ini.

ii. Bagaimanakah turus ini boleh disediakan?

(9 markah)

(b) Apakah yang dimaksudkan dengan penyuntik pecahan? Bilakah penyuntik ini harus digunakan?

(5 markah)

(c) Adakah anda bersetuju atau tidak bersetuju dengan kenyataan berikut?. Sila berikan sebabnya.

- i. Lapisan fasa pegun yang lebih tebal diperlukan bagi pemisahan zat terlarut yang amat meruap.
- ii. Kegunaan kromatografi gas-pepejal adalah terhad jika dibandingkan dengan kromatografi gas-cecair.
- iii. Turus yang panjang boleh digunakan di dalam kromatografi bendalir supergenting.

(6 markah)

5. (a) Data berikut diperolehi daripada satu kromatografi gas-cecair yang menggunakan turus terpadat 40 cm panjang:

Sebatian	t_r (min.)	$w_{1/2}$ (min.)
Udara	1.19	-
Metilsikloheksana	10.0	0.76
Metilsikloheksena	10.9	0.82
Toluena	13.4	1.06

Nilai V_s dan V_m bagi turus adalah masing-masing 19.6 dan 62.6 mL.

- i. Kira faktor muatan bagi metilsikloheksana dan toluena. Cadangkan bagaimana factor muatan boleh dipertingkatkan.
- ii. Kira resolusi bagi metilsikloheksena dan toluena. Cadangkan bagaimana resolusi boleh dipertingkatkan tanpa menukar turus.

iii. Jika resolusi 1.5 diperlukan untuk memisahkan metilsikloheksana dan metilsikloheksena, berapakah panjang turus diperlukan jika padatan yang sama digunakan? Berapakah bilangan plat yang diperlukan untuk pemisahan ini?

(18 markah)

(b) Bagaimanakah elusi kecerunan dijalankan bagi kromatografi bendalir supergenting?

(2 markah)

6. (a) Terangkan prinsip pirolisis kromatografi gas. Senaraikan dua kebaikan kaedah ini.

(8 markah)

(b) Terangkan mengapa karbon dioksida digunakan dengan meluas sebagai bendalir pembawa untuk kromatografi bendalir supergenting. Apakah keburukan utama karbon dioksida sebagai bendalir pembawa untuk kromatografi bendalir supergenting?

(8 markah)

(c) Mengapakah minimum bagi plot tinggi plat melawan kadar aliran berlaku pada kadar aliran yang rendah bagi kromatografi cecair berbanding dengan kromatografi gas?

(4 markah)

7. (a) Terangkan bagaimana anda boleh sediakan 2 L 0.150 M HCl daripada gred piawai NaCl menggunakan resin penukar kation. JMR bagi NaCl: 58.44 .

(6 markah)

- (b) Apakah yang dimaksudkan dengan kromatografi cecair prestasi tinggi fasa terbalik? Bagi satu pemisahan fasa terbalik, ramalkan tertib elusi bagi n-heksana, n-heksanol dan benzena.

(5 markah)

- (c) Terangkan bagaimana pengesan penangkapan elektron bekerja. Senaraikan kebaikan dan keburukan pengesan ini.

(9 markah)

oooOOOooo