

---

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Semester Kedua  
Sidang Akademik 2003/2004

Februari/Mac 2004

**JIK 219 – Kaedah Pengalatan**

Masa : 3 jam

---

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

Jawab LIMA soalan sahaja.

Setiap jawapan mesti dijawab di dalam buku jawapan yang disediakan.

Setiap soalan bernilai 20 markah dan markah subsoalan diperlihatkan di penghujung subsoalan itu.

1. Jelaskan konsep/perkara berikut dengan menggunakan penerangan dan/atau gambarajah yang sesuai.
  - (a) Spektrometer penyerapan satu bim.
  - (b) Sistem kromofor dalam spektroskopi penyerapan molekul.
  - (c) Gangguan spektrum dalam spektroskopi pemancaran atom.
  - (d) Spektrum putaran tulen bagi molekul.
  - (e) Pengesan pemfotoganda (*photomultiplier*) untuk kaedah spektroskopi.

(20 markah)

2. (a) Kandungan arsenik dalam darah dua orang pesakit telah ditentukan dengan menggunakan kaedah spektroskopi penyerapan atom. Penyerapan pada panjang gelombang 783.3 nm digunakan. Data yang diperolehi diberikan dalam jadual di bawah:

Larutan yang ditentukan	% penyerapan	% kehantaran
Larutan piawai 0.05 $\mu\text{g/ml}$	3.1	96.9
Larutan piawai 0.10 $\mu\text{g/ml}$	6.1	93.9
Larutan piawai 0.15 $\mu\text{g/ml}$	8.9	91.1
Larutan piawai 0.20 $\mu\text{g/ml}$	13.2	86.8
Larutan piawai 0.25 $\mu\text{g/ml}$	15.2	84.8
Larutan piawai 0.30 $\mu\text{g/ml}$	17.9	82.1
Sampel darah pesakit 1	5.8	94.2
Sample darah pesakit 2	20.3	79.7

Berdasarkan data yang diberi di atas,

- (i) Dapatkan kepekatan arsenik dalam darah pesakit 1 dan pesakit 2
- (ii) Berikan alasan kepada jawapan anda itu

(10 markah)

- (b) Penentuan ion klorida boleh dilakukan dengan spektroskopi penyerapan atom menggunakan kaedah tak langsung. Dalam suatu kajian, 10.0 ml sampel dan 10.0 ml larutan piawai berkepekatan 100 ppm ion klorida dimasukkan ke dalam dua kelalang yang berasingan. Sebanyak 25.0 ml  $\text{AgNO}_3$  ditambah ke dalam setiap kelalang dan dibiarkan sehingga mendakan yang lengkap terbentuk, kemudian dituras. Larutan turasan kemudiannya di analisis menggunakan spektroskopi penyerapan atom bersama dengan suatu blank. Data yang diperolehi ialah seperti berikut:

	Bacaan (kiraan dayaserap)
Blank	128
Larutan piawai	57
Sampel	68

Kira kepekatan ion klorida dalam sampel tersebut

(10 markah)

3. (a) Suatu penentuan ke atas antimoni, Sb dalam sampel abu galian telah dilakukan dengan menggunakan spektroskopi pancaran atom. Larutan asal A mengandungi antimoni yang hendak ditentukan telah menghasilkan keamatan pancaran sebanyak 45 unit. Larutan B ialah larutan asal A yang telah ditambah 50  $\mu\text{g/ml}$  antimony, memberikan bacaan keamatan pancaran 76 unit. Larutan C juga merupakan larutan asal A tetapi telah ditambah dengan 100  $\mu\text{g/ml}$  antimoni. Larutan C memberikan bacaan keamatan pancaran 104 unit. Dapatkan kepekatan antimoni dalam larutan asal A.

(10 markah)

- (b) Sebatiannya kadang-kadang terdapat sebagai bendasing (*impurity*) dalam tabung gas etana. Kehadiran etilena itu boleh ditentukan dengan spektroskopi inframerah secara memerhatikan penyerapan pada panjang gelombang 2080  $\text{cm}^{-1}$ . Dalam suatu penentuan, satu siri piawai gas yang mengandungi etilena telah ditentukan dengan spektroskopi inframerah. Keamatan jalur penyerapan pada 2080  $\text{cm}^{-1}$  telah diukur dan data yang diperolehi ialah seperti di bawah:

% etilena dalam piawai	0.5%	1%	1.5%	2%	2.5%	3%
Dayaserap	0.125	0.255	0.380	0.502	0.620	0.745

Suatu sampel gas etana dalam suatu tabung gas yang disyaki mengandungi etilena memberikan bacaan dayaserap 0.450 pada panjang gelombang 2080  $\text{cm}^{-1}$ . Kira peratus etilena yang terdapat dalam tabung gas etana itu.

(10 markah)

4. Suatu kation M berkepekatan  $5.00 \times 10^{-5}$  M telah dicampurkan dengan suatu ligan L yang juga berkepekatan  $5.00 \times 10^{-5}$  M. Selepas kation dan ligan itu dicampurkan dan tindak balas mencapai keseimbangan, daya serap diukur dengan spektrofotometer ultralembayung-nampak pada panjang gelombang 580 nm dengan sel berketebalan 1.0 cm. Kombinasi isipadu kation M dan ligan L serta bacaan dayaserap diberikan dalam jadual di bawah:

Larutan	Isipadu (ml) Kation, M	Isipadu (ml) Ligan, L	Dayaserap
1	9.00	1.00	0.090
2	8.00	2.00	0.181
3	7.00	3.00	0.279
4	6.00	4.00	0.359
5	5.00	5.00	0.443
6	4.00	6.00	0.522
7	3.00	7.00	0.591
8	2.00	8.00	0.540
9	1.00	9.00	0.263
10	0.00	10.00	0.00

Daripada data yang diberi di atas,

- (a) Tentukan komposisi kompleks yang dibentuk
- (b) Kira  $K_f$  kompleks yang terbentuk (tindak balas berjalan dengan sempurna)
- (20 markah)
5. (a) Dalam suatu analisis menggunakan kromatografi cecair berkeupayaan tinggi, sebatian R dan S menunjukkan masa penahanan  $t_R$  masing-masing pada 12.5 min dan 13.8 min pada turus sepanjang 25.00 cm. Suatu spesies yang tak tertahan (*unretained*) melalui turus itu dalam masa 1.20 minit. Lebar puncak (pada dasar) untuk sebatian R ialah 65 saat manakala untuk puncak sebatian S lebarnya ialah 76 saat. Kira:
- (i) nombor plat turus
- (ii) ketinggian plat teoritis
- (iii) resolusi turus
- (iv) ketinggian plat teoritis yang diperlukan untuk mencapai resolusi 1.5
- (8 markah)
- (b) Cadangkan kaedah kromatografi yang paling berkesan untuk pemisahan setiap kumpulan sebatian di bawah. Anda perlu memberikan alasan terperinci untuk menyokong pemilihan setiap kaedah kromatografi itu.
- (i) Sekumpulan 42 asid amino yang didapati daripada suatu sampel tumbuhan.
- (ii) Pelbagai sebatian organik yang didapati terkandung dalam minyak pelincir enjin jet.
- (iii) Sekumpulan sebatian 10 unsur logam tanah nadir (*rare earth metals*) antaranya Lu, Yb, Er, Gd dan Sm.
- (12 markah)

6. (a) Kaedah kromatografi gas berturus rerambut (*capillary GC*) mempunyai keupayaan pemisahan yang amat tinggi dan mampu menangani keperluan pemisahan yang rumit. Walau bagaimanapun kaedah kromatografi cecair berkeupayaan tinggi (HPLC) yang secara amnya agak kurang keupayaan pemisahannya dibandingkan dengan kromatografi gas berturus rerambut terus menjadi kaedah pilihan dalam banyak kes pemisahan. Bincangkan perkara ini yang sekaligus boleh dilihat sebagai bercanggah. Gunakan contoh-contoh pemisahan yang spesifik untuk menjelaskan penerangan anda.

(10 markah)

- (b) Spektroskopi penyerapan atom dan spektroskopi pemancaran atom mempunyai kekuatan dan kelemahan masing-masing. Bincangkan DUA kekuatan dan DUA kelemahan yang boleh dikaitkan dengan setiap kaedah spektroskopi itu.

(10 markah)

- ooo O ooo -

