

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Semester Pertama  
Sidang Akademik 1997/98

September 1997

**EKC 206 Kimia Analitis**

Masa: [3 jam]

---

**ARAHAN KEPADA CALON:**

Sila pastikan kertas soalan ini mengandungi **LAPAN (8)** muka surat bercetak dan **DUA (2)** Lampiran sebelum anda memulakan peperiksaan.

Soalan ini mengandungi **ENAM (6)** soalan.

Kertas soalan ini mengandungi DUA (2) bahagian iaitu Bahagian A dan Bahagian B.

Jawab **LIMA (5)** soalan semuanya. Soalan nombor **SATU (1)** adalah **WAJIB** dan mana-mana **EMPAT (4)** soalan lain.

Semua soalan **MESTI** dijawab dalam Bahasa Malaysia.

**BAHAGIAN A**

Jawab soalan di bawah.

1. [a] Keserapan untuk  $1.00 \times 10^{-4} \text{ M MnO}_4^-$ ,  $1.00 \times 10^{-4} \text{ M Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  dan larutan campuran kedua-duanya diberikan di bawah. Keserapan untuk larutan campuran ( $A_m$ ) pada mana-mana jarak gelombang ialah:-

$$A_m = \epsilon_x b [X] + \epsilon_y b [Y]$$

Jarak Gelombang	Piawai $\text{MnO}_4^-$	Piawai $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$	Larutan campuran
266	0.042	0.410	0.766
288	0.082	0.283	0.571
320	0.168	0.158	0.422
350	0.125	0.318	0.672
360	0.056	0.181	0.366

Kirakan kepekatan setiap spesies di dalam larutan campuran dengan menggunakan kaedah kuasa dua terkecil.

(10 markah)

- [b] Satu sampel anu yang mengandungi unsur X telah dicampurkan dengan alikuot-alikuot larutan piawai unsur X untuk spektroskopi keserapan atom. Larutan piawai tersebut mengandungi  $1000.0 \mu\text{g X}$  per mililiter.

Isipadu larutan anu (mL)	Isipadu larutan piawai (mL)	Isipadu total (mL)	Keserapan
10.00	0.00	100.0	0.163
10.00	1.00	100.0	0.240
10.00	2.00	100.0	0.319
10.00	3.00	100.0	0.402
10.00	4.00	100.0	0.478

Dengan menggunakan kaedah kuasa dua terkecil, kirakan kepekatan X dalam larutan anu.

(10 markah)

...3/-

**BAHAGIAN B**

Jawab mana-mana EMPAT (4) soalan.

2. [a] Pekali taburan untuk kompleks merah dimetil gliksim nikel antara kloroform dan larutan bes akuas ialah 410.

Beta aktif cobalt - 60 susut dengan separuh-hayat sebanyak 5.27 tahun untuk menstabilkan nikel. Penambahan KCN memberhentikan pengekstrakan Co oleh kloroform dengan kehadiran dimetil gliksim.

Satu unit sinaran yang pada asalnya mengandungi 100 mg <sup>60</sup>Co. Setelah melalui satu separuh-hayat, ia dilarutkan di dalam HCl, asid dinetralkan, seterusnya KCN dan dimetil gliksim ditambah. Isipadunya ialah 1 liter.

- [i] Berapa mililiterkah kloroform yang perlu digunakan di dalam satu kali pengekstrakan untuk mengeluarkan 99.9% nikel?
- [ii] Berapa isipadu kloroform yang perlu digunakan dalam 2 kali pengekstrakan untuk mengeluarkan kandungan nikel yang sama seperti di atas?

(5 markah)

- [b] Titanium (T) dan Vanadium (V) membentuk satu kompleks yang berwarna apabila ditindakbalaskan dengan hidrogen peroksida dalam 1 M asid sulfurik. pH larutan tersebut ialah 3.5. Kompleks titanium mempunyai keserapan maksimum pada 415 nm, manakala kompleks vanadium pula pada 455 nm. Satu larutan  $1.00 \times 10^{-3}$  M kompleks titanium menunjukkan keserapan 0.805 pada 415 nm dan 0.465 pada 455 nm manakala satu larutan  $1.00 \times 10^{-2}$  M kompleks vanadium menunjukkan keserapan 0.400 dan 0.600 pada 415 nm, masing-masing. 1.00g sampel aloi yang mengandungi titanium dan vanadium telah dilarutkan, ditindakbalaskan dengan hidrogen peroksida, dan dicairkan kepada isipadu akhir 100 mL. Keserapan larutan ini ialah 0.685 pada 415 nm dan 0.513 nm pada 455 nm. Kirakan peratus titanium dan vanadium di dalam aloi tersebut.

(15 markah)

...4/-

3. [a] Apakah jenis analit yang boleh dikesani oleh pengesanan-pesanan kromatografi gas yang berikut?

- [i] Kekonduktivian terma.
- [ii] Pengionan nyala.
- [iii] Penangkap elektron.

(3 markah)

[b] Satu turus kromatografi gas mempunyai 4000 plat. Apabila disuntik dengan 10% cis-decalin dan 90% trans-decalin ( $C_{10}H_{18}$ ), dua puncak diperhatikan, satu mempunyai maksimum 180.00 mm dari titik suntikan dan satu lagi pada 182.8 mm.

- [i] Apakah resolusinya?
- [ii] Berapa platkah yang diperlukan untuk memperolehi resolusi 1, tanpa mengubah nilai  $t_R$ ?

(5 markah)

[c] Berikut adalah data yang diperolehi dari setiap kali suntikan 2  $\mu$ l n-heksana ke turus 3 m dalam kromatografi gas.

Kadar laju, mL/min	$t_0$ (puncak udara), min	$t_R$ , min	Lebar puncak, min
120.2	1.18	5.49	0.35
90.3	1.49	6.37	0.39
71.8	1.74	7.17	0.43
62.7	1.89	7.62	0.47
50.2	2.24	8.62	0.54
39.9	2.58	9.83	0.68
31.7	3.10	11.31	0.81
26.4	3.54	12.69	0.95

...5/-

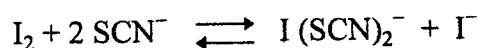
- [i] Kirakan nombor plat teoretikal dan HETP pada setiap kadar laju.
- [ii] Plot HETP lawan kadar laju untuk menentukan kadar laju yang maksima.

(12 markah)

4. [a] Pemalar pembentukan untuk kompleks timah-etilenediamina,  $\text{Ag}^+$  ( $\text{NH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$ )<sup>+</sup>, ialah pada  $5.0 \times 10^4$ . Kirakan kepekatan  $\text{Ag}^+$  pada keseimbangan sekiranya 0.10 M larutan kompleks terbentuk.

(2 markah)

- [b] Untuk menentukan pemalar keseimbangan untuk tindakbalas



25.0 mL larutan akuas 0.010 M  $\text{I}_2$  telah diekstrak dengan 10.0 mL  $\text{CCl}_4$ . Selepas pengekstrakan, pengukuran secara spektrofotometrik menunjukkan kepekatan  $\text{I}_2$  dalam fasa akuas ialah  $1.12 \times 10^{-4}$  M. Satu larutan akuas 0.01 M  $\text{I}_2$  dan 0.1 M KSCN telah disediakan. Selepas pengekstrakan 25.0 mL larutan ini dengan 10.0 mL larutan  $\text{CCl}_4$ , kepekatan  $\text{I}_2$  dalam fasa  $\text{CCl}_4$  ialah  $1.02 \times 10^{-3}$  M dengan menggunakan spektrofotometer.

- [i] Apakah pekali taburan untuk  $\text{I}_2$  antara  $\text{CCl}_4$  dan  $\text{H}_2\text{O}$ ?
- [ii] Kirakan pemalar pembentukan untuk  $\text{I}(\text{SCN})_2^-$ ?

(5 markah)

- [c] Satu larutan EDTA yang disediakan dengan melarutkan kira-kira 4 g garam disodium ke dalam kira-kira 1 liter air. Purata 42.35 mL larutan ini diperlukan untuk mentitrat 50.00 mL alikuot larutan piawai yang mengandungi 0.7682 g magnesium karbonat dalam satu liter. Pentitratan 25.00 mL sampel air mineral pada pH 10 memerlukan 18.81 mL larutan EDTA. Satu 50.00 mL alikuot air mineral tersebut dijadikan alkalin untuk pemendakan magnesium sebagai magnesium hidroksida. Pentitratan dengan penunjuk kalsium yang spesifik memerlukan 31.54 mL larutan EDTA.

...6/-

Kirakan:

- [i] kemolaran larutan EDTA.
- [ii] ppm kalsium karbonat dalam air mineral.
- [iii] ppm magnesium karbonat dalam air mineral.

(8 markah)

- [d] Terangkan sebab-sebab sisihan dari Hukum Beer.

(5 markah)

5. [a] Satu dari ujian kalorimetrik untuk glukosa telah disamak dengan bantuan larutan piawai glukosa. Kirakan pekali korelasi data tersebut serta beri komen keputusan anda.

Kepekatan Glukosa (M)	Keserapan
0	0.002
2	0.150
4	0.294
6	0.434
8	0.570
10	0.704

(8 markah)

- [b]. [i] Sirap jagung yang mengandungi fruktosa adalah lebih manis daripada sirap jagung biasa yang mengandungi glukosa. Cadangkan satu cara kromatografi untuk menganalisis sirap untuk fruktosa dan glukosa.

(4 markah)

- [ii] Di Malaysia terdapat banyak minyak kelapa sawit. Ia mengandungi ester gliseril dari 4 asid iaitu asid palmitik, asid stearik, asid oleik dan asid linoleik. Cadangkan satu cara untuk menganalisis minyak dari asid lemak ini melalui kaedah kromatografi gas.

(4 markah)

...7/-

- [c] Satu zat terlarut mempunyai nisbah taburan antara dua pelarut sebanyak 2.6 akan diekstrak melalui pengekstrakan lawan arus.
- [i] Apakah pecahan zat terlarut yang akan tinggal dalam tiub yang pertama selepas 20 perpindahan ?
- [ii] Berapakah pecahan yang tertinggal dalam tiub ke sepuluh selepas 20 perpindahan?

(4 markah)

6. [a] Satu kelat logam-APCD (ammonium pyrrolidinecarbo dithiote) mempunyai nisbah taburan 5.96 untuk pengekstrakan dari larutan akuas pada pH 3 ke metil-isobutil keton (MIBK). Kirakan berapa kali pengekstrakan yang perlu dengan menggunakan 25.0 mL MIBK untuk mengekstrak 99.9% logam tersebut daripada 50.0 mL air kencing pada pH 3.

(4 markah)

- [b] Data yang berikut merupakan perolehan semula ion bromida dari sampel sayuran yang telah ditambah dengan ion bromida. Kaedah kromatografi gas-cecair telah digunakan. Setiap spesimen ditambah dengan kepekatan ion bromida yang sama.

Tomato, $\mu\text{g/g}$	777	790	759	790	770	758	764
Timun, $\mu\text{g/g}$	782	773	778	765	789	797	782

- [i] Uji samada perolehan semula dari kedua-dua sayur tersebut mempunyai varians yang berbeza secara bererti.
- [ii] Uji samada min kadar perolehan semula berbeza secara bererti.

(Untuk kedua-dua soalan, guna 95% aras keyakinan)

(6 markah)

...8/-

- [c] Satu kaedah baru spektroskopi keserapan-atom bernyala untuk menentukan kandungan antimoni di dalam atmosfera telah dibandingkan dengan kaedah kalorimetrik yang selalu digunakan. Untuk sampel dari atmosfera urban, keputusan berikut diperolehi:

No sampel	Antimoni ( $\text{mg}/\text{m}^3$ )	
	Kaedah baru	Kaedah piawai
1	22.2	25.0
2	19.2	19.5
3	15.7	16.6
4	20.4	21.3
5	19.6	20.7
6	15.7	16.8

Adakah keputusan yang diperolehi dari kedua-dua kaedah berbeza secara bererti?

Berikan komen tentang keputusan anda.

(10 markah)

-ooo0ooo-



## LAMPIRAN

Values of  $t$  for  $v$  degrees of freedom for various confidence levels.

$v$	Confidence Level, 90%	95%	99%	99.5%
1	6.314	12.706	63.657	127.32
2	2.920	4.303	9.925	14.089
3	2.353	3.182	5.841	7.453
4	2.132	2.776	4.604	5.598
5	2.015	2.571	4.032	4.773
6	1.943	2.447	3.707	4.317
7	1.895	2.365	3.500	4.029
8	1.860	2.306	3.355	3.832
9	1.833	2.262	3.250	3.690
10	1.812	2.228	3.169	3.581
15	1.753	2.131	2.947	3.252
20	1.725	2.086	2.845	3.153
25	1.708	2.060	2.787	3.078
$\infty$	1.645	1.960	2.576	2.807

<sup>a</sup> $v = N - 1 =$  degree of freedomValues of  $F$  at the 95% confidence level.

$v_1 = 2$	3	4	5	6	7	8	9	10	15	20	30
$y_2 = 2$	19.0	19.2	19.2	19.3	19.3	19.4	19.4	19.4	19.4	19.4	19.5
3	9.55	9.28	9.12	9.01	8.94	8.89	8.85	8.81	8.79	8.70	8.66
4	6.94	6.59	6.39	6.26	6.16	6.09	6.04	6.00	5.96	5.86	5.75
5	5.79	5.41	5.19	5.05	4.95	4.88	4.82	4.77	4.74	4.62	4.50
6	5.14	4.76	4.53	4.39	4.28	4.21	4.15	4.10	4.06	3.94	3.81
7	4.74	4.35	4.12	3.97	3.87	3.79	3.73	3.68	3.64	3.51	3.44
8	4.46	4.07	3.84	3.69	3.58	3.50	3.44	3.39	3.35	3.22	3.15
9	4.26	3.86	3.64	3.48	3.37	3.29	3.23	3.18	3.14	3.01	2.94
10	4.10	3.71	3.48	3.33	3.22	3.14	3.07	3.02	2.98	2.85	2.77
15	3.68	3.29	3.06	2.90	2.79	2.71	2.64	2.59	2.54	2.40	2.33
20	3.49	3.10	2.87	2.71	2.60	2.51	2.45	2.39	2.35	2.20	2.12
30	3.32	2.92	2.69	2.53	2.42	2.33	2.27	2.21	2.16	2.01	1.93

Rejection quotient,  $Q$ , at 90% confidence level.

No. of Observations	$Q_{90}$
3	0.94
4	0.76
5	0.64
6	0.56
7	0.51
8	0.47
9	0.44
10	0.41

...2/-

International Atomic Weights Based on  $^{12}\text{C} = 12$ 

Element	Symbol	Atomic Number	Atomic Weight*	Element	Symbol	Atomic Number	Atomic Weight*
Actinium	Ac	89	(227)	Mercury	Hg	80	200.59
Aluminum	Al	13	26.9815	Molybdenum	Mo	42	95.94
Americium	Am	95	(243)	Neodymium	Nd	60	144.24
Antimony	Sb	51	121.75	Neon	Ne	10	20.183
Argon	Ar	18	39.948	Neptunium	Np	93	(237)
Arsenic	As	33	74.9216	Nickel	Ni	28	58.71
Astatine	At	85	(210)	Niobium	Nb	41	92.906
Barium	Ba	56	137.34	Nitrogen	N	7	14.0067
Berkelium	Bk	97	(247)	Nobelium	No	102	(255)
Beryllium	Be	4	9.0122	Osmium	Os	76	190.2
Bismuth	Bi	83	208.980	Oxygen	O	8	15.9994
Boron	B	5	10.811	Palladium	Pd	46	106.4
Bromine	Br	35	79.909	Phosphorus	P	15	30.9738
Cadmium	Cd	48	112.40	Platinum	Pt	78	195.09
Calcium	Ca	20	40.08	Plutonium	Pu	94	(244)
Californium	Cf	98	(251)	Polonium	Po	84	(209)
Carbon	C	6	12.01115	Potassium	K	19	39.102
Cerium	Ce	58	140.12	Praseodymium	Pr	59	140.907
Cesium	Cs	55	132.905	Promethium	Pm	61	(145)
Chlorine	Cl	17	35.453	Protactinium	Pa	91	(231)
Chromium	Cr	24	51.996	Radium	Ra	88	(266)
Cobalt	Co	27	58.9332	Radon	Rn	86	(222)
Copper	Cu	29	63.54	Rhenium	Re	75	186.2
Curium	Cm	96	(247)	Rhodium	Rh	45	102.905
Dysprosium	Dy	66	162.50	Rubidium	Rb	37	85.47
Einsteinium	Es	99	(254)	Ruthenium	Ru	44	101.07
Erbium	Er	68	167.26	Samarium	Sm	62	150.35
Europium	Eu	63	151.96	Scandium	Sc	21	44.956
Fermium	Fm	100	(257)	Selenium	Se	34	78.96
Fluorine	F	9	18.9984	Silicon	Si	14	28.086
Francium	Fr	87	(223)	Silver	Ag	47	107.870
Gadolinium	Gd	64	157.25	Sodium	Na	11	22.9898
Gallium	Ga	31	69.72	Strontium	Sr	38	87.62
Germanium	Ge	32	72.59	Sulfur	S	16	32.064
Gold	Au	79	196.967	Tantalum	Ta	73	180.948
Hafnium	Hf	72	178.49	Technetium	Tc	43	(97)
Helium	He	2	4.0026	Tellurium	Te	52	127.60
Holmium	Ho	67	164.930	Terbium	Tb	65	158.924
Hydrogen	H	1	1.00797	Thallium	Tl	81	204.37
Indium	In	49	114.82	Thorium	Th	90	232.038
Iodine	I	53	126.9044	Thulium	Tm	69	163.934
Iridium	Ir	77	192.2	Tin	Sn	50	118.69
Iron	Fe	26	55.847	Titanium	Ti	22	47.90
Krypton	Kr	36	83.80	Tungsten	W	74	183.85
Lanthanum	La	57	138.91	Uranium	U	92	238.03
Lawrencium	Lw	103	(256)	Vanadium	V	23	50.9415
Lead	Pb	82	207.19	Xenon	Xe	54	131.30
Lithium	Li	3	6.9417	Ytterbium	Yb	70	173.04
Lutetium	Lu	71	174.967	Yttrium	Y	39	88.905
Magnesium	Mg	12	24.312	Zinc	Zn	30	65.37
Manganese	Mn	25	54.9380	Zirconium	Zr	40	91.22
Mendelevium	Md	101	(258)				

\*Numbers in parentheses indicate mass of most stable known isotope.