

Peperiksaan Semester Pertama
Sidang 2000/2001

September/Oktober 2000

KAT 242 -Kaedah Spektroskopi

[Masa: 3 jam]

ARAHAN UNTUK PENGAWAS DAN PELAJAR

Kertas ini mengandungi **Bahagian A** dan **Bahagian B**. **Bahagian A** mengandungi **40 soalan objektif**. Masa yang akan diberikan untuk Bahagian A ialah 1.5 jam. **SETELAH 1.5 JAM, KERTAS SOALAN OBJEKTIF SERTA KERTAS OMR AKAN DIKUTIP DARIPADA PARA PELAJAR**. Pelajar akan menggunakan masa 1.5 jam selebihnya untuk Bahagian B. Pelajar dikehendaki menjawab 2 daripada 3 soalan di dalam buku jawapan bagi Bahagian B.
(12 muka surat)

BAHAGIAN A (50 markah)

[Masa: 1.5 jam]

Sila jawab **SEMUA** soalan dalam Bahagian A di dalam borang OMR.

1. Susunan kawasan spektrum mengikut pertambahan frekuensi ialah
 - A. UV, VIS, IR, RF.
 - B. RF, UV, VIS, IR.
 - C. UV, VIS, RF, IR.
 - D. RF, IR, VIS, UV.
2. Celahan yang luas memberikan
 - A. analisis kuantitatif yang baik dan analisis kualitatif yang tidak baik.
 - B. analisis kuantitatif dan kualitatif yang baik.
 - C. analisis kuantitatif yang tidak baik dan analisis kualitatif yang sangat baik.
 - D. analisis kualitatif dan kuantitatif yang tidak baik.

3. Suatu lapisan susutan (depletion) akan terbentuk dalam suatu fotodiod apabila bias _____ dikenakan.
 - A. hadapan.
 - B. neutral.
 - C. terbalik.
 - D. tinggi.

4. Parut belauan memberikan
 - A. tertib berganda dan penyerakan linear.
 - B. tertib berganda dan penyerakan bersudut.
 - C. tertib tunggal dan penyerakan linear.
 - D. tertib tunggal dan penyerakan bersudut.

5. Kromofor ialah suatu
 - A. molekul yang menyerap sinaran.
 - B. suatu kumpulan berfungsi yang tidak menyerap sinaran.
 - C. suatu kumpulan berfungsi yang menyebabkan anjakan dalam penyerapan sinaran.
 - D. suatu kumpulan berfungsi yang berupaya menyerap sinaran ultralembayung dan nampak.

6. Sampel biasanya ditempatkan _____ di dalam spektrometer ultra lembayung/nampak tanpa tatasusun fotodiod (photodiode array)
 - A. sebelum sumber sinaran.
 - B. di antara sumber sinaran dan monokromator.
 - C. di antara monokromator dan pengesan.
 - D. selepas pengesan.

7. Lintasan antara sistem melibatkan
 - A. pengenduran kepada aras tenaga getaran yang lebih rendah.
 - B. pengenduran kepada keadaan elektronik yang lebih rendah.
 - C. pertukaran spin.
 - D. penyerapan tenaga.

8. Lampu katod berongga ialah
- sumber sinaran jalur lebar.
 - punca sinaran jalur sempit.
 - bukan punca sinaran.
 - pembanding sinaran.
9. Kawasan nyala yang paling berguna untuk analisis menggunakan AAS ialah
- zon pra pembakaran.
 - zon pembakaran primer.
 - kawasan di antara kon.
 - zon tindak balas sekunder.
10. Lampu nyahcas tanpa elektrod beroperasi diatas prinsip :
- Pengujaan katod secara elektrik.
 - Penyerbukan.
 - Kimipendarcahaya.
 - Pengionan disebabkan oleh sinaran gelombang mikro atau radio.
11. Kaedah yang paling sesuai untuk menentukan pemalar daya ikatan ialah
- penyerapan UV.
 - AAS nyala.
 - pendarfluor molekul.
 - spektroskopi IR transformasi Fourier.
12. Dalam penentuan Pb, suatu keluk penentukuran telah diperolehi yang menghasilkan regresi linear dengan kecerunan 2.55 unit keserapan/ppm dan pintasan 0.18 unit keserapan. Suatu sampel anu menghasilkan bacaan sebanyak 16.6 unit keserapan. Kepekatan Pb dalam sampel anu ialah ____ ppm.
- 0.06
 - 3.6
 - 6.4
 - 265.6
13. Tingkap yang sesuai digunakan dalam kawasan UV ialah
- NaCl.
 - kaca borosilikat.
 - kuartza.
 - plastik.

14. Peralihan dalam kawasan UV-VIS melibatkan
- A. elektron petala dalaman.
 - B. elektron valens.
 - C. peralihan getaran.
 - D. peralihan putaran.
15. Sampel bagi spektroskopi IR
- A. mungkin pepejal, cecair atau pun gas.
 - B. mesti pepejal.
 - C. mesti cecair.
 - D. mesti gas.
16. Bagi suatu campuran n komponen, berapakah panjang gelombang yang perlu digunakan untuk menentukan sampel secara kuantitatif dengan spektroskopi UV?
- A. $n-1$
 - B. n
 - C. $n+1$
 - D. n^2
17. Keadaan singlet mempunyai _____ elektron tak berpasangan.
- A. 0
 - B. 1
 - C. 2
 - D. 3
18. Kaedah penambahan piawai dilakukan untuk
- A. mengurangkan gangguan.
 - B. memastikan padanan matriks yang tepat.
 - C. meningkatkan kepekaan.
 - D. meningkatkan kepilihan.
19. Hukum Beer bagi campuran menyatakan keserapan total adalah _____ keserapan komponen individu dalam campuran.
- A. purata.
 - B. purata geometri.
 - C. hasil darab.
 - D. jumlah.

20. Gangguan CrO_4^{2-} dalam penentuan $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ menggunakan spektroskopi penyerapan UV-VIS boleh diatasi dengan menggunakan
- larutan penimbal.
 - larutan EDTA.
 - pelindap.
 - larutan La^{3+} .
21. Nyala bertujuan untuk
- mengionkan sampel.
 - menghasilkan pemancaran dari sampel.
 - mendesolvatkan dan mengatomkan sampel.
 - membekalkan sinaran kepada sampel.
22. Kelebihan menggunakan penunu beralur daripada penunu silinder ialah:
- Ia menghasilkan lintasan yang lebih panjang dan dengan itu, penyerapan yang lebih tinggi.
 - Nyala yang panjang dan sempit tidak sepanjang nyala berbentuk silinder.
 - Nyala yang panjang dan sempit lebih panas daripada nyala berbentuk silinder.
 - Kedua-dua A dan B.
23. Faktor yang meningkatkan pendarfluor suatu molekul ialah:
- kearomatikan.
 - ketiadaan satah simetri.
 - paramagnetisme.
 - kumpulan penarikan elektron.
24. Untuk memastikan kestabilan sampel dan/atau larutan piawai untuk analisis logam, larutan-larutan tersebut mesti disimpan di dalam
- bekas kaca pada pH rendah.
 - bekas kaca pada pH tinggi.
 - bekas plastik pada pH rendah.
 - bekas kaca pada pH tinggi.
25. Larutan $1.0 \times 10^{-5} \text{ M}$ suatu kompleks di dalam sel 1.0 cm menghasilkan keserapan 0.50. Berapakah keserapan larutan tersebut di dalam sel 2.0 cm?
- 0.25
 - 0.50
 - 0.70
 - 1.00

26. AAS relau grafit menawarkan kelebihan:

- A. penentuan berbilang unsur.
- B. kepresisan tinggi dan kepekaan tinggi.
- C. keupayaan untuk mengendalikan mikrosampel (μL).
- D. bebas daripada gangguan matriks.

27. Menggunakan sel sampel yang kotor dan sel rujukan yang bersih akan memberikan:

- A. Bacaan keserapan yang betul.
- B. Bacaan keserapan rendah yang salah.
- C. Bacaan keserapan tinggi yang salah.
- D. Tiada jawapan yang betul.

28. Jika anda cairkan sampel anda 100 kali dan ambil bacaan keserapan sampel yang telah dicairkan,

- A. anda tidak akan dapat menentukan kepekatan asal sampel anda.
- B. bacaan keserapan yang diperolehi adalah 100 kali lebih tinggi daripada bacaan untuk sampel asal.
- C. sampel asal adalah 100 kali lebih cair daripada sampel yang telah dicairkan.
- D. keserapan sampel yang telah dicairkan akan sentiasa 100 kali lebih rendah daripada keserapan sampel asal.

29. Suatu sampel dicairkan dengan cara berikut: $250.0 \mu\text{L}$ sampel asal dicairkan kepada isipadu akhir 10 mL . Keserapan sampel yang telah dicairkan disukat dan hasil regresi linear keluk penentukuran ialah kepekatan 12.34 ppm . Berapakah kepekatan asal sampel tersebut?

- A. 493.6 ppm
- B. 0.3085 ppm
- C. 49.36 ppm
- D. 123.4 ppm

Untuk soal 30 hingga 33 pilih teknik yang berkaitan dengan sebutan yang diberi.

30. Pengkonjugatan

- A. AAS.
- B. Penyerapan IR.
- C. Penyerapan UV-VIS.
- D. ICP

31. Pembengkokan dan peregangan.

- A. AAS.
- B. Penyerapan IR.
- C. Penyerapan UV-VIS
- D. ICP

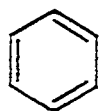
32. Kawasan cap jari.

- A. AAS.
- B. Penyerapan IR.
- C. Penyerapan UV-VIS
- D. ICP

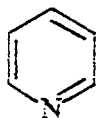
33. Pembetulan latar belakang berdasarkan kesan Zeeman.

- A. AAS.
- B. Penyerapan IR.
- C. Penyerapan UV-VIS.
- D. ICP

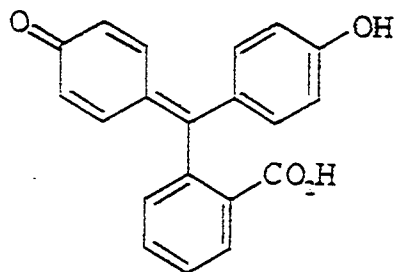
34. Molekul yang manakah akan menunjukkan kecekapan kuantum pendarfluor yang paling tinggi?



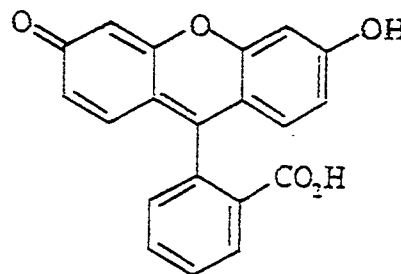
A



B



C



D

35. Tingkap yang sesuai bagi sel IR dibuat daripada
- kaca borosilikat.
 - NaCl.
 - plastik.
 - kuartza.
36. Penindas pengionan dalam AAS berkesan kerana bahan tersebut
- mengurangkan suhu nyala.
 - meninggikan suhu nyala.
 - membentuk sebatian yang mempunyai tenaga ikatan yang lebih rendah.
 - menghasilkan elektron yang berlebihan.
37. Teknik yang paling sesuai bagi analisis berbilang unsur ialah
- AAS relau grafit.
 - ICP.
 - penyerapan UV-VIS.
 - penyerapan IR.
38. Analisis Ca^{2+} dalam air paip boleh dilakukan dengan kos yang rendah dengan menggunakan teknik:
- Penyerapan IR.
 - ICP.
 - AAS.
 - Pentitratan spektrofotometri dengan EDTA.
39. Spektrum jisim adalah plot
- arus lawan keupayaan.
 - kecerapan lawan panjang gelombang.
 - kelimpahan relatif lawan panjang gelombang.
 - kelimpahan relatif lawan nisbah jirim kepada cas.
40. Berapakah mod normal yang dijangka untuk spektrum IR bagi molekul tak linear $\text{CH}_3\text{CO}_2\text{H}$?
- 24
 - 19
 - 18
 - 8

BAHAGIAN B (50 MARKAH)[KAT 242]
MASA: 1.5 JAM**Jawab sebarang DUA soalan.**Hanya DUA jawapan yang pertama akan diperiksa.
Jawab tiap-tiap soalan pada muka surat yang baru.**Bahagian ini mengandungi TIGA soalan kesemuanya. (3 muka surat)**

1. (a) Data yang diberikan di bawah diperolehi dalam penentuan merkuri menggunakan ditizon sebagai reagen yang membentuk kompleks berwarna dan menggunakan air sebagai rujukan.

Sampel	Panjang sel, b (cm)	% kehantaran
Blank	1.00	13.4
	5.00	71.6
Sampel:	(sampel + reagen ditizon + air)	
Blank:	(reagen + air)	

Kira keserapan yang dijangka untuk larutan sampel apabila disukat merujuk kepada blank di dalam sel 1.00 cm.

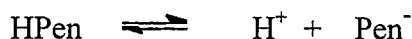
(5 markah)

- (b) Kita telah mempelajari empat teknik spektroskopi: keserapan ultralembayung-nampak, pendarfluor, penyerapan atom dan pemancaran plasma. Bandingkan teknik-teknik tersebut dengan mengisi jadual di bawah. Berikan contoh tertentu untuk setiap kategori. Jika kategori tidak sesuai untuk teknik tertentu, tuliskan TIADA dalam petak berkenaan. Sila salin semula jadual di bawah secara ringkas ke dalam kertas jawapan anda.

Kategori	Penyerapan ultralembayung-nampak	endarfluor	Penyerapan atom	emancaran plasma
Sumber (berikan contoh tertentu)				
Pemegang sampel				
Pemilih panjang gelombang (namakan, berikan bilangan dan kedudukan di dalam alatan)				
Pengatom				

(20 markah)

2. (a) Suatu zat penunjuk mengalami penguraian yang berikut,



dan K_a bagi zat penunjuk tersebut ialah 6.33×10^{-5} . Dengan menggunakan data keserapan pada panjang gelombang 340 nm dan 616 nm tentang beberapa larutan zat penunjuk di bawah, kirakan pH bagi larutan anu zat penunjuk tersebut.

Larutan	A_{340}	A_{616}
0.1 M NaOH (I)	0.598	0.000
0.1 M HCl (II)	0.000	0.637
larutan anu	0.322	0.294

Andaikan bahawa kepekatan zat penunjuk dalam larutan I dan II masing-masing ialah 1.20×10^{-4} M dan kuvet 1.00 cm telah digunakan.

(10 markah)

- (b) Pilih sebutan (daripada A – G) yang sepadan dengan kenyataan (i. hingga iv.) berikut:

- i. Teknik pengionan dalam spektrometri jisim yang memerlukan gas reagen seperti NH_3 atau CH_4 .
- ii. Penganalisis jisim di mana medan magnet atau keupayaan pemecutan diubah supaya ion-ion yang mempunyai m/z tertentu akan mengikuti trajektori lengkung dan sampai ke pengesan.
- iii. Penganalisis jisim yang paling banyak digunakan pada masa kini.
- iv. Teknik pengionan yang paling lazim digunakan dalam kromatografi gas-spektrometri jisim

- A. Sektor magnetik
- B. Caturkutub (quadropole)
- C. Spektrometer masa penerbangan
- D. Pengionan kimia
- E. Hentaman elektron
- F. Penyaherapan medan
- G. Hentaman atom cepat

(8 markah)

- (c) Jelaskan bagaimana anda akan melakukan penentuan kalsium dalam sampel darah dengan menggunakan kaedah spektroskopi penyerapan atom nyala (cara pengolahan sampel, teknik penentuan yang akan digunakan serta pelbagai larutan yang akan disediakan, data yang akan diambil). Dalam penyediaan larutan piawai dan sampel, sila pastikan gangguan daripada kandungan fosfat dalam sampel telah diatasi.

(7 markah)

3. (a) Bincangkan dengan ringkas beberapa kebaikan dan kelemahan teknik plasma berganding secara aruhan- spektrometri jisim (ICP-MS)

(6 markah)

- (b) i. Riboflavin (vitamin B₂) berpendarfluor dengan kuat dalam larutan 5% asid asetik. Larutan piawai 0.2, 0.4, 0.6, 0.8 dan 1.0 ppm riboflavin telah disediakan dan keamatan pendarfluor pada 458 nm disukat. Data berikut diperolehi:

Larutan (ppm)	Keamatan pendarfluor
0.2	12.8
0.4	27.0
0.6	37.1
0.8	50.8
1.0	67.5

Riboflavin daripada sampel bijirin sebanyak 50 g diekstrak ke dalam kelalang volumetri 500 mL dan air suling ditambah supaya isipadu larutan adalah 500.0 mL. Keamatan pendarfluor bagi larutan tersebut pada 458 nm adalah 47.5. Kirakan milligram riboflavin dalam sampel asal bijirin.

- ii. Keperluan harian yang disyorkan (RDA) bagi riboflavin untuk orang dewasa ialah 2 mg. Jika 100 g bijirin merupakan satu hidangan, kira peratus riboflavin RDA yang terkandung dalam satu hidangan bijirin tersebut.

(10 markah)

- (c) Kepekatan ferum boleh ditentukan dengan membentuk kompleks ferum(II) ortofenantrolina yang mempunyai penyerapan maksimum pada 508 nm. Bagi suatu larutan, reagen ortofenantrolina ditambah kepada 50.0 mL suatu sampel air buangan dan dicairkan kepada 100.0 mL. Suatu alikuot 50.0 mL daripada sampel air buangan tersebut ditambah ortofenantrolina, 10.00 mL larutan ferum piawai 5.55×10^{-4} M dan kemudian dicairkan kepada 100.0 mL juga. Kecerapan kedua-dua larutan pada 508 nm di dalam sel 1.00 cm adalah masing-masing 0.955 dan 1.088. Berapakah kepekatan ferum dalam sampel air buangan tersebut?

(9 markah)

oooOOOooo