

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Semester Pertama
Sidang 1998/99

Ogos/September 1998

KAT 242 - Kaedah Spektroskopi
[Masa: 3 jam]

Jawab sebarang LIMA soalan.

Hanya LIMA jawapan yang pertama sahaja akan diperiksa.

Jawab tiap-tiap soalan pada muka surat yang baru.

Kertas ini mengandungi TUJUH soalan (6 muka surat).

1. (a). Lakarkan keluk bagi pentitratan fotometri di bawah dan tunjukkan takat kesetaraan pada keluk.
- (i) Kedua-dua bahan analit dan titran menyerap tetapi
 $\epsilon_{\text{titran}} > \epsilon_{\text{analit}}$
- (ii) Kedua-dua bahan analit dan titran menyerap tetapi
 $\epsilon_{\text{analit}} > \epsilon_{\text{titran}}$
- (iii) Kedua-dua hasil tindak balas dan titran menyerap tetapi
 $\epsilon_{\text{titran}} > \epsilon_{\text{hasil tindak balas}}$
- (6 markah)
- (b) Terangkan dengan ringkas bagaimana hendak menentukan panjang laluan suatu sel sampel inframerah.
- (4 markah)
- (c) Kedua-dua bentuk asid dan bes suatu penunjuk pH, HA, pada kepekatan 10^{-4} M menyerap sinaran. Kecerapan adalah masing-masing 0.3 dan 0.2 pada 450 nm dan 650 nm bagi larutan zat penunjuk pada pH 1. Pada pH 12, kecerapan adalah masing-masing 0.1 dan 0.8 pada 450 nm dan 650 nm. Kuvet 2 cm digunakan bagi semua sukatan. Kecerapan larutan penunjuk pada pH 5 adalah masing-masing 0.2 dan 0.5 pada 450nm dan 650 nm. Berapakah pK_a bagi penunjuk pH tersebut?
- (10 markah)

2. (a) Bagi penentuan stoikiometri kompleks $\text{Fe}(\text{SCN})_n^{3-n}$, data di bawah telah diperolehi bagi suatu siri larutan yang telah disediakan:

mL larutan Fe^{3+}	mL larutan SCN^-	Keserapan
30.00	0	0.001
27.00	3.00	0.122
24.00	6.00	0.226
21.00	9.00	0.293
18.00	12.00	0.331
15.00	15.00	0.346
12.00	18.00	0.327
9.00	21.00	0.286
6.00	24.00	0.214
3.00	27.00	0.109
0	30.00	0.002

Larutan Fe^{3+} : 1.00mM $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ + 10.0 mM HNO_3
 Larutan SCN^- : 1.00 mM KSCN + 15.0 mM HCl

Tentukan stoikiometri kompleks $\text{Fe}(\text{SCN})_n^{3-n}$ yang terbentuk.

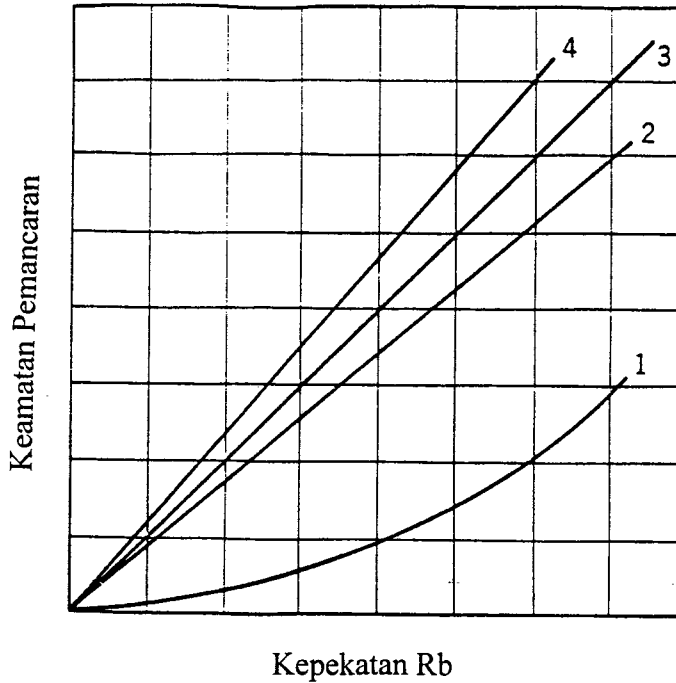
(10 markah)

- (b) Dalam penyerapan atom kedudukan yang persis bagi alur katod berongga dalam nyala diperlukan untuk memperolehi keputusan yang mempunyai keberulangan yang tinggi. Jelaskan kenyataan ini.

(5 markah)

- (c) Keluk-keluk dalam Rajah 1 diperolehi bagi unsur rubidium dengan kaedah pemancaran nyala menggunakan nyala udara-asetilena tetapi dengan penambahan kalium pada kepekatan yang berbeza. Keluk 1 (tanpa K^+), keluk 2 (500 ppm K^+), keluk 3 (1000 ppm K^+), keluk 4 (2500 ppm K^+). Terangkan dengan ringkas perbezaan di antara plot-plot tersebut.

(5 markah)



- Keluk (1) Tanpa kalium
 (2) 500 ppm kalium
 (3) 1000 ppm kalium
 (4) 2500 ppm kalium

Rajah 1

3. (a) Dua sampel bijih yang mengandungi emas, masing-masing seberat 0.500 g diolah dengan campuran asid hidroklorik dan asid nitrik untuk tujuan penghadaman. Kepada salah satu daripada larutan sampel tersebut ditambah 1 mL larutan $1.0 \mu\text{g mL}^{-1}$ piawai emas. Seterusnya setiap sampel diolah dengan 5 mL asid hidroklorik dan kompleks emas yang terhasil diekstrak ke dalam 5 mL metilisobutil keton. Jika keluk penentuan penyerapan atom adalah linear, berapakah kepekatan emas dalam sampel asal dalam unit $\mu\text{g g}^{-1}$ jika bacaan keserapan bagi kedua larutan sampel adalah masing-masing 0.22 dan 0.37?

(11 markah)

- (b) Kenapakah teknik hidrida bagi As dan Se dan teknik wap sejuk bagi Hg dapat menghasilkan had pengesanan yang lebih rendah daripada spektroskopi penyerapan atom nyala yang menggunakan penebulaan larutan?

(5 markah)

- (c) Bandingkan kesesuaian plasma arus terus dan plasma berganding secara aruhan bagi jenis sampel yang berikut:

(i) Larutan sampel akueus.

(ii) Sampel yang mempunyai kandungan zarah yang tinggi.

(4 markah)

4. (a). Suatu molekul teruja kepada keadaan singlet teruja pertama S_1 dan pendarfluor diperhatikan ($S_1 \rightarrow S_0 + h\nu$). Pemalar kadar pendeaktifan bagi pelbagai proses adalah: $k_f = 2.0 \times 10^8 \text{ s}^{-1}$ (pendarfluor), $k_{IS} = 2.0 \times 10^8 \text{ s}^{-1}$ (lintasan antara sistem $S_1 \rightarrow T_1$) dan $k_{pi} = 5 \times 10^7 \text{ s}^{-1}$ (pertukaran luaran). Pertukaran dalaman kepada S_0 boleh diabaikan. Kira hasil kuantum pendarfluor, ϕ_f dan panjang hayat S_1 .

(6 markah)

- (b) Untuk menyukat keserapan dalam kawasan ultralembayung dan nampak, biasanya sel penyerapan yang sepadan untuk pelarut dan larutan sampel digunakan. Kenapakah teknik ini tidak begitu praktikal untuk menyukat keserapan dalam kawasan inframerah? Terangkan dengan ringkas satu kaedah yang digunakan untuk menyukat keserapan bagi analisis kuantitatif dalam kawasan inframerah.

(8 markah)

- (c) Dengan menggunakan model pengayun harmonik mudah bagi getaran di antara dua atom, kira frekuensi getaran (cm^{-1}) dan panjang gelombang (μm) yang dijangka bagi ikatan CO. Pemalar daya bagi ikatan CO, $k = 1.91 \times 10^3 \text{ N m}^{-1}$.

Jisim atom relatif bagi C : 12.01

O : 16.00

Nombor Avogadro : 6.02×10^{23}

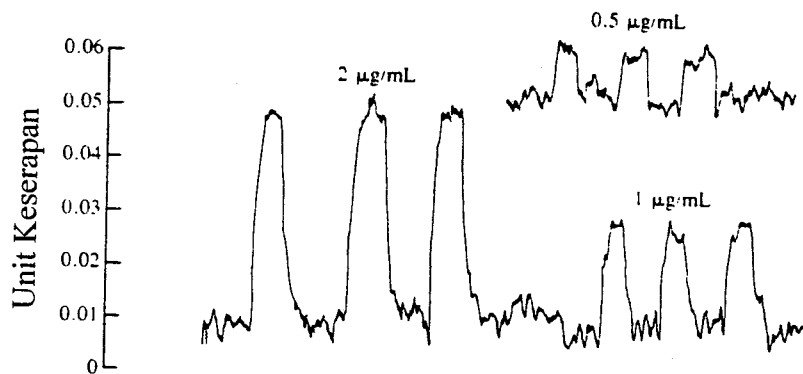
(6 markah)

5. (a) Daripada rakaman keserapan yang ditunjukkan dalam Rajah 2 bagi unsur X, anggarkan:

(i) Kepekaan kaedah yang digunakan.

(ii) Had pengesananannya.

(8 markah)



Rajah 2

(b) Sistem pensampelan laser yang digandingkan dengan alatan plasma bergandingan secara aruhan/spektrometer jisim boleh digunakan untuk analisis unsur dengan penyediaan sampel yang minimum. Jelaskan proses-proses yang dialami oleh sampel yang dianalisis dengan sistem tersebut.

(8 markah)

(c) Voltan pemecutan ion di dalam spektrometer jisim caturkutub tertentu adalah 5.00 V. Berapa lamakah suatu ion benzena yang bercas tunggal akan melalui jarak sepanjang 15.0 cm?

Jisim atom relatif, C : 12.01

H : 1.01

Nombor Avogadro : 6.02×10^{23}

Cas elektronik, e : $-1.60 \times 10^{-19} \text{ C}$

(4 markah)

6. (a). Mangan ditentukan dalam sampel geologi menggunakan pendarfluor sinar-X dengan barium sebagai piawai dalaman. Keamatan pendarfluor bagi garisan setiap unsur dalam suatu siri piawai menghasilkan data berikut:

Peratus Mn (berdasarkan berat)	Bilangan per saat	
	Ba	Mn
0.0500	156	80
0.150	160	106
0.250	159	129
0.350	160	154
0.450	151	167

Kira peratus mangan (berdasarkan berat) di dalam sampel yang nisbah bilangan Mn/Ba adalah 0.886.

(10 markah)

- (b) Bandingkan bagaimana pemisahan ion pelbagai nisbah jisim kepada cas berlaku dalam spektrometer jisim masa penerbangan dengan spektrometer jisim caturkutub.
- (10 markah)
7. (a) Bandingkan pendarfluor sinar-X (penyebaran panjang gelombang) dengan pendarfluor sinar-X (penyebaran tenaga) dari segi spektrometer sinar-X yang digunakan.
- (10 markah)
- (b) Cadangkan jenis spektrometer pendarfluor sinar-X (samada jenis penyebaran panjang gelombang atau penyebaran tenaga) yang disyorkan bagi makmal yang terlibat dengan analisis di bawah. Berikan alasan anda.
- (i) Analisis rutin Cr, Mn, Co dan Ni dalam aloi ferus
- (ii) Analisis sampel purba
- (6markah)
- (c) Kira kedudukan goniometer, dalam sebutan 2θ , yang diperlukan untuk memperhatikan garisan $L_{\beta 1}$ bagi Br pada 8.126A jika hablur pembelauan yang digunakan adalah etilenadamina *d*-tartrat ($d = 4.404$ A).
- (4 markah)

oooOooo