

---

# UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

First Semester Examination  
Academic Session 2008/2009

November 2008

**EBS 336/3 – Analytical Chemistry**  
**[Kimia Anilitis]**

Duration : 3 hours  
[Masa : 3 jam]

---

Please ensure that this examination paper contains SEVENTEEN printed pages and ONE page APPENDIX before you begin the examination.

*[Sila pastikan bahawa kertas peperiksaan ini mengandungi TUJUHBELAS muka surat yang bercetak dan SATU muka surat LAMPIRAN sebelum anda memulakan peperiksaan ini.]*

This paper contains SEVEN questions.

*[Kertas soalan ini mengandungi TUJUH soalan.]*

**Instruction:** Answer **FIVE** questions. If candidate answers more than five questions only the first five questions answered in the answer script would be examined.

**[Arahan:** Jawab **LIMA** soalan. Jika calon menjawab lebih daripada lima soalan hanya lima soalan pertama mengikut susunan dalam skrip jawapan akan diberi markah.]

Answer to any question must start on a new page.

*[Mulakan jawapan anda untuk setiap soalan pada muka surat yang baru.]*

You may answer a question either in Bahasa Malaysia or in English.

*[Anda dibenarkan menjawab soalan sama ada dalam Bahasa Malaysia atau Bahasa Inggeris.]*

1. [a] Replicate samples of a silver alloy are analyzed and determined to contain 95.67, 95.61 and 95.60% Ag. Calculate:
- (i) the standard deviation of the mean
  - (ii) the relative standard deviation of the mean (in percent) of the individual results

*Sampel replikat satu aloi perak dianalisis dan ditentukan mengandung 95.67, 95.61 and 95.60% Ag. Kirakan:*

- (i) sisihan piawai bagi purata*
  - (ii) sisihan piawai relatif bagi purata (dalam peratus) keputusan individu*
- (20 marks/markah)*

- [b] Potassium dichromate is a high-purity material that is used as an oxidising agent in the volumetric determination of iron. However, it is frequently standardized by titrating with a known amount of iron (II) prepared from high purity iron wire or electrolytic iron. This is because the color of the iron (III) product of the titration tends to mask the indicator color used to detect the end of the titration causing a slight error.

A solution of 0.1012 M is prepared and standardized with the following results: 0.1017, 0.1019, 0.1016, 0.1015 M. Is the supposition that the titration values are statistically different from the actual prepared concentration valid.

*Kalium dikromat adalah satu bahan yang tinggi ketulenannya yang digunakan sebagai agen pengoksidaan dalam penentuan volumetrik bagi ferum. Walaubagaimanapun, ia kerap dipiawaikan dengan mentitratkannya dengan amaun Fe (II) yang diketahui yang disediakan dari dawai ferum berketulinan tinggi atau ferum hasil dari proses elektrolitik. Ini adalah kerana warna produk ferum (III) dari pentitratan boleh mengaburi warna zat penunjuk yang digunakan untuk menentukan takat akhir menyebabkan sedikit ralat.*

*Satu larutan 0.1012 M disediakan dan dipiawaikan dengan keputusannya adalah seperti berikut: 0.1017, 0.1019, 0.1016, 0.1015 M. Adakah anggapan bahawa nilai-nilai pentitratan ini berbeza secara statistik dari kepekatan sebenar itu boleh diterima.*

(30 marks/markah)

- [c] (i) Four-tenth gram samples of paint from a bridge, analyzed for the lead content by a precise method ( $<1\%$  *rsd*), gives a relative sampling precision, *R*, of 5%. What weight of sample should be taken to improve this to 2.5%?

*Empat persepuluh dari sampel cat dari satu jambatan, yang telah dianalisiskan bagi kandungan plumbum oleh satu kaedah yang persis ( $<1\%$  *rsd*), memberikan kepersisan pensampelan relatif, *R*, sebanyak 5%. Apakah berat sampel yang harus diambil untuk memperbaiki nilai ini kepada 2.5%?*

(20 marks/markah)

- (ii) In the nuclear industry, detailed records are kept of the plutonium received, transported or used. Each shipment of plutonium pellets received is carefully analyzed to check that the purity and hence the total quantity is as the supplier claims.

A particular shipment is analyzed with the following results: 99.93, 99.87, 99.91 and 99.86%. The listed purity as received from the supplier is 99.95%. Is the shipment acceptable.

*Dalam industri nuklear, rekod terperinci bagi plutonium yang diterima, dipindahkan atau digunakan disimpan. Setiap bekalan pelet plutonium dianalisiskan dengan teliti untuk mengesahkan bahawa ketulenan dan seterusnya kuantiti totalnya adalah seperti yang dinyatakan oleh pembekal.*

*Suatu bekalan dianalisiskan dengan keputusan berikut: 99.93, 99.87, 99.91 dan 99.86%. Ketulenan seperti yang diterima dari pembekal adalah 99.95%. Adakah bekalan ini boleh diterima.*

**N.B:** Please refer to Tables in the Appendix

**N.B:** Sila rujuk kepada Jadual dalam Lampiran

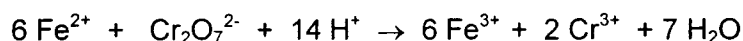
(30 marks/markah)

2. [a] An iron ore is analyzed for iron content by dissolving in acid, converting the iron to  $\text{Fe}^{2+}$  and then titrating with standard 0.015 M  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  solution. If 35.6 ml is required to titrate the iron in a 1.68 g ore sample, how much iron is in the sample, expressed as percent  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ .

Given:

At. wt. of Fe = 55.8, O = 16.0, K = 39.1 and Cr = 52.0 g/mol

Reaction equation:

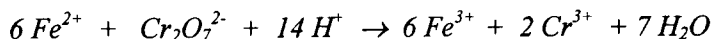


*Satu bijih besi telah dianalisis untuk kandungan besi dengan pelarutan menggunakan asid di mana besi tersebut ditukarkan kepada  $\text{Fe}^{2+}$  dan kemudian mentitratkannya dengan larutan piawai 0.015 M  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ . Jika 35.6 ml isipadu titran diperlukan untuk mentitratkan besi dalam 1.68 g sampel bijih, kirakan peratus besi dalam sebutan %  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dalam sampel.*

*Diberikan:*

*JAR bagi Fe = 55.8, O = 16.0, K = 39.1 dan Cr = 52.0 g/mol*

*Persamaan Tindakbalas:*



(35 marks/markah)

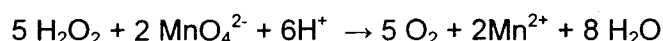
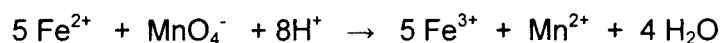
- [b] A solution (100mL) containing 325 ppm  $K^+$  is analyzed by precipitating it as the tetraphenyl borate,  $K(C_6H_5)_4B$ , dissolving the precipitate in acetone solution and measuring the concentration of tetraphenyl borate ion,  $(C_6H_5)_4B^-$ , in the solution. If the acetone solution is 250 mL, what is the concentration of the tetraphenyl borate in ppm?

*Satu larutan (100 mL) mengandung 325 ppm  $K^+$  dianalisis dengan memendakkannya sebagai tetrafenil borat,  $K(C_6H_5)_4B$ , kemudian melarutkan mendakan dalam larutan aseton dan mengukur kepekatan ion tetrafenil borat,  $(C_6H_5)_4B^-$ , dalam larutan. Jika larutan aseton adalah 250 mL, apakah kepekatan tetrafenil borat dalam ppm?*

(30 marks/markah)

- [c] A hydrogen peroxide solution is analyzed by adding a slight excess of standard  $\text{KMnO}_4$  solution and back-titrating the unreacted  $\text{KMnO}_4$  with standard  $\text{Fe}^{2+}$  solution. A 0.587 g sample of the  $\text{H}_2\text{O}_2$  solution is taken, 25.0 mL of 0.0215 M  $\text{KMnO}_4$  is added and the back-titration requires 5.10 mL of 0.112M  $\text{Fe}^{2+}$  solution. What is the percent  $\text{H}_2\text{O}_2$  in the sample?  
Given: At. wt. of Fe = 55.8, O = 16.0, Mn = 54.9 and H = 1.0 g/mol

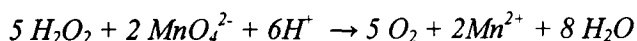
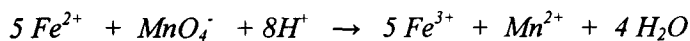
**Reaction equation:**



*Satu larutan hidrogen peroksida dianalisis dengan menambahkan sedikit berlebihan larutan piawai  $\text{KMnO}_4$  dan mentitratkan balik  $\text{KMnO}_4$  yang tak bertindakbalas itu dengan larutan piawai  $\text{Fe}^{2+}$  solution. Satu sampel 0.587 g dari larutan  $\text{H}_2\text{O}_2$  telah diambil dan sebanyak 25.0 mL larutan 0.0215 M  $\text{KMnO}_4$  ditambahkan dan pentitratan balik memerlukan sebanyak 5.10 mL larutan 0.112M  $\text{Fe}^{2+}$ . Apakah peratus  $\text{H}_2\text{O}_2$  dalam sampel?*

*Diberikan: JAR bagi Fe = 55.8, O = 16.0, Mn = 54.9 dan H = 1.0*

**Persamaan Tindakbalas:**



(35 marks/markah)

3. [a] The dissociation constant for hydrocyanic acid, HCN, is  $7.2 \times 10^{-10}$ . Calculate the percent dissociation of a  $1.0 \times 10^{-3}$  M solution.

*Pemalar penguraian bagi asid hidrosianid adalah  $7.2 \times 10^{-10}$ . Kirakan peratus penguraian bagi satu larutan dengan  $1.0 \times 10^{-3}$  M.*

(25 marks/markah)

- [b] Selenium in a 10.0 g soil sample is distilled as the tetrabromide, which is collected in aqueous solution where it is hydrolyzed to  $\text{SeO}_3^{2-}$ . The  $\text{SeO}_3^{2-}$  is determined iodometrically, requiring 4.5 mL of standard thiosulfate solution for the titration. If the thiosulfate titer is 0.049 mg  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7/\text{mL}$ , what is the concentration of selenium in the soil in ppm?

*Selenium dalam satu sampel tanah sebanyak 10.0 g telah disulingkan sebagai tetrabromida dan ianya dikumpulkan dalam larutan akuas di mana ia terhidrolisis kepada  $\text{SeO}_3^{2-}$ .  $\text{SeO}_3^{2-}$  ditentukan secara iodometri dan pentitratan memerlukan sebanyak 4.5 mL larutan piawai tiosulfat. Jika titer bagi tiosulfat adalah 0.049 mg  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7/\text{mL}$ , apakah kepekatan selenium dalam tanah dalam ppm?*

(25 marks/markah)



- [c] (i) A buffer solution is prepared by adding 25 mL of 0.05 M sulfuric acid solution to 50 mL of 0.10 M ammonia solution. What is the pH of the buffer?

Given /:  $K_b = 1.75 \times 10^{-5}$

*Satu larutan tampan disediakan dengan menambahkan sebanyak 25 mL 0.05 M larutan asid sulfurik kepada 50 mL 0.10 M larutan ammonia. Apakah pH larutan tampan ini?*

*Diberi:  $K_b = 1.75 \times 10^{-5}$*

(20 marks/markah)

- (ii) How many grams ammonium chloride and how many millilitres 3.0 M sodium hydroxide should be added to 200 mL water and diluted to 500 mL to prepare a buffer of pH 9.50 with a salt concentration of 0.10 M?

Given /:  $K_b = 1.75 \times 10^{-5}$

*Berapakah gram ammonium klorida dan berapa millilitres 3.0 M natrium hidroksida perlu ditambahkan kepada 200 mL air dan dicairkan kepada 500 mL untuk menyediakan satu larutan tampan pada pH 9.50 dengan kepekatan garam 0.10 M?*

*Diberi:  $K_b = 1.75 \times 10^{-5}$*

(30 marks/markah)

4. [a] Briefly explain the Volhard titration of chloride.

*Terangkan dengan ringkas pentitratan Volhard bagi klorida.*

(20 marks/markah)

- [b] Iron in an ore is to be analyzed gravimetrically by weighing as  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . It is desired that the results be obtained to four significant figures. If the iron content ranges between 11 and 15 %, what is the minimum size sample that must be taken to obtain 100.0 mg of precipitate.

Given: At. wt. of Fe = 55.8 and O = 16.0 g/mol

*Ferum dalam bijih besi dianalisis secara gravimetri dengan menimbanginya sebagai  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Keputusan yang diperolehi dikehendaki dalam empat titik signifikan jika kandungan ferum adalah dalam julat antara 11 dan 15 %, apakah saiz sampel minimum yang perlu diambil untuk mendapatkan 100.0 mg mendakan.*

*Diberikan: JAR bagi Fe = 55.8 dan O = 16.0 g/mol*

(25 marks/markah)

- [c] What weight of pyrite ore (impure  $\text{FeS}_2$ ) must be taken for analysis so that the  $\text{BaSO}_4$  precipitate weight obtained will be equal to one half that of the percent S in the sample?

Given: At. wt. of Fe = 55.8, S = 32, Ba = 137.3 and O = 16.0 g/mol

*Apakah berat bagi bijih pirit ( $\text{FeS}_2$  tak tulen) yang mesti diambil untuk analisis supaya berat mendakan  $\text{BaSO}_4$  yang diperolehi adalah sama dengan satu setengah dari peratus S dalam sampel?*

*Diberikan : JAR bagi Fe = 55.8, S = 32, Ba = 137.3 and O = 16.0 g/mol*

(30 marks/markah)

- [d] What pH is required to just precipitate iron (III) hydroxide from a 0.10 M  $\text{FeCl}_3$  solution?

Given:  $K_{sp} [\text{Fe}(\text{OH})_3] = 4 \times 10^{-38}$

*Apakah pH yang diperlukan untuk memendakkan hidroksida Fe (III) dari satu larutan 0.10 M  $\text{FeCl}_3$ .*

*Diberikan:  $K_{sp} [\text{Fe}(\text{OH})_3] = 4 \times 10^{-38}$*

(25 marks/markah)

5. [a] Briefly explain the principles of adsorption indicators.

*Terangkan secara ringkas prinsip zat penunjuk penyerapan.*

(20 marks/markah)

- [b] (i) Calculate the titer of 0.100 M EDTA in mg  $\text{CaCO}_3/\text{mL}$ .

*Kirakan titer bagi 0.100 M EDTA dalam mg  $\text{CaCO}_3/\text{mL}$ .*

(20 marks/markah)

- (ii) If 100.0 mL of a water sample is titrated with 0.01 M EDTA, what is the titer of the EDTA in terms of water hardness/mL?

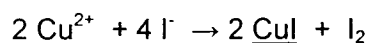
Given: At wt. of Ca = 40, C = 12 and O = 16 g/mol

*Jika 100.0 mL sampel air dititratkan dengan 0.01 M EDTA, apakah titer EDTA dalam sebutan keliatan air/mL?*

*Diberikan: At wt. of Ca = 40, C = 12 dan O = 16 g/mol*

(30 marks/markah)

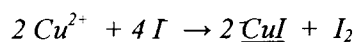
- [c] A 0.20 g sample containing copper is analyzed iodometrically. Copper (II) is reduced to copper (I) by iodide:



What is the percent copper in the sample if 20.0 mL of 0.10 M  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  is required for titration of the liberated  $\text{I}_2$  ?

Given: At wt. of Cu = 64, Na = 23, S = 32 and O = 16 g/mol

*Satu sampel 0.20 g yang mengandung kuprum dianalisis secara iodometri. Kuprum (II) diturunkan kepada kuprum (I) oleh iodida:*



*Apakah peratus kuprum dalam sampel jika 20.0 mL 0.10 M  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  diperlukan bagi pentitratan  $\text{I}_2$  yang terbebas?*

*Diberikan: JAR bagi Cu = 64, Na = 23, S = 32 dan O = 16 g/mol*

*(30 marks/markah)*

6. [a] What is spectrochemical phenomena?  
Describe briefly giving an example of spectroscopic phenomena that can possibly occur due to several excitation or absorption processes.

*Apakah dia fenomena spektrokimia?*

*Terangkan secara ringkas dengan memberikan satu contoh fenomena spektroskopi yang mungkin berlaku disebabkan oleh proses pengujaan atau penyerapan.*

(25 marks/markah)

- [b] The iron content of a municipal water supply was determined by an atomic absorption procedure. The absorbance of the water, after a five-fold dilution, was 0.646 at 248.3 nm. A standard solution, prepared by dissolving 0.1483 g of pure iron wire in acid, diluting to 250.0 mL, and then making a 100-fold dilution, had an absorbance of 0.813. Calculate the ppm Fe in the water sample.

*Kandungan ferum bagi satu bekalan air perbandaran ditentukan oleh satu kaedah penyerapan atom. Penyerapan bagi sampel air tersebut selepas lima kali pencairan adalah 0.646 pada 248.3 nm. Satu larutan piawai disediakan dengan melarutkan sebanyak 0.1483 g dawai ferum tulen dalam asid, mencairkannya kepada 250.0 mL, dan kemudian 100-kali pencairan, mempunyai bacaan absorbansi sebanyak 0.813. Kirakan ppm Fe dalam sampel.*

(25 marks/markah)

- [c] In a more careful analysis of the water sample described in Part 6[b], a series of iron standards was prepared by taking various volumes of an iron solution whose concentration was 0.05932 mg Fe/ mL and diluting to 100 mL. The absorbance readings of these solutions are as shown in Table 6.1 as follows:

*Analisis yang lebih teliti telah dijalankan bagi sampel air dalam Bahagian 6[b] di mana satu siri larutan piawai ferum disediakan dengan mengambil pelbagai isipadu suatu larutan ferum dengan kepekatan 0.05932 mg Fe/ mL dan mencairkannya kepada 100 mL. Bacaan absorban bagi larutan ini ditunjukkan dalam Jadual 6.1 seperti berikut:*

Table 6.1 : Absorbance readings taken at 248.3 nm for various volume of Fe solution

*Jadual 6.1: Bacaan absorban yang diambil pada 248.3 nm bagi isipadu pelbagai Fe*

<b>Volume of Fe taken (mL) / isipadu Fe (mL)</b>	<b><math>A_{248.3}</math></b>
<b>1.00</b>	<b>0.113</b>
<b>3.00</b>	<b>0.334</b>
<b>5.00</b>	<b>0.530</b>
<b>7.00</b>	<b>0.672</b>
<b>10.00</b>	<b>0.813</b>

- (i) Calculate the ppm Fe using a calibration plot.

*Kirakan ppm Fe menggunakan plot penentuukuran.*

- (ii) Calculate the percent error in the answer to Part 6[b].

*Kirakan peratus ralat dalam jawapan pada Bahagian 6 [b].*

- (iii) What assumption was made in Problem 6 [b] that was not valid?

*Apakah anggapan yang dibuat dalam Bahagian 6 [b] yang tidak boleh diterima?*

(50 marks/markah)

7. [a] Why is a high temperature nitrous-oxide acetylene flame are sometimes required in atomic absorption spectrometry?

*Mengapa nyalaan suhu tinggi nitrous-oksida asetilena kadangkala diperlukan dalam spektrometri penyerapan atom?*

(20 marks/markah)

- [b] A 200-mL sample of well water was treated with excess hydroxylamine hydrochloride to reduce the iron to ferrous ion. After addition of an acetic acid-sodium acetate buffer, excess 4, 7-diphenyl-1, 10-phenanthroline was added and the volume brought to 250.0 mL with water. The solution had a percent transmittance of 63.1 at the absorption maximum of 533 nm.

Another solution, prepared by dissolving 0.0725 g of pure iron wire in acid, was treated similarly, except that the final volume was 1.00 L. A 10.00-mL aliquot diluted to 100.0 mL had an absorbance of 0.288 in the same cell used for the first measurement.

Calculate the parts per million of iron in the well water.

*Satu sampel air telaga dengan isipadu 200-mL telah dirawat dengan berlebihan hidroksilamina hidroklorida untuk menurunkan ferum kepada ion ferus. Selepas penambahan larutan tampan asid asetik-natrium asetat, larutan 4, 7-difenil-1, 10-fenanthrolin ditambahkan secara berlebihan dan isipadu dijadikan kepada 250.0 mL dengan air. Larutan ini memberikan peratus transmittan sebanyak 63.1 pada penyerapan maksimum 533 nm.*

*Satu lagi larutan yang disediakan dengan melarutkan 0.0725 g besi tulen dalam asid, telah dirawat dengan cara yang sama tetapi isipadu akhirnya adalah 1.00 L. Satu 10.00-mL alikuot dicairkan kepada 100.0 mL memberikan absorbans sebanyak 0.288 dalam sel yang sama seperti pengukuran yang pertama.*

*Kirakan ppm ferum dalam air telaga tersebut.*

(40 marks/markah)

...17/-



- [c] A 25.0-mL aliquot of water from Muar River was treated with a mild reducing agent and then excess 2, 9-dimethyl-1, 10-phenanthroline. This reagent reacts with copper but not iron (III). After diluting to 50.0 mL, the solution had an absorbance of 0.388 at 455 nm. From the calibration curve, this absorbance corresponded to a concentration of 3.1 ppm Cu. Calculate the copper concentration in parts per million in the original sample.

*Satu 25.0-mL alikuot air dari sungai Muar telah dirawat dengan suatu agen penurunan yang sederhana dan penambahan berlebihan 2, 9-dimetil-1, 10-fenanthrolin. Reagen ini bertindakbalas dengan kuprum tetapi tidak dengan ferum (III). Selepas pencairan kepada 50.0 mL, larutan memberikan bacaan absorban sebanyak 0.388 pada 455 nm. Dari lengkuk penentuukuran, absorban ini setara dengan kepekatan 3.1 ppm Cu. Kirakan kepekatan kuprum dalam ppm dalam sampel asal.*

(40 marks/markah)

APPENDIX / LAMPIRANTable A / *Jadual A*

Values of t for  $\nu$  Degrees of Freedom for Various Confidence Levels  
*Nilai-nilai t bagi darjah kebebasan  $\nu$  pada pelbagai paras keyakinan*

$\nu$	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> $\nu = N - 1 = \text{degrees of freedom.}$

Table B / *Jadual B*

Values of F at the 95% Confidence Level  
*Nilai-nilai F pada paras keyakinan 95%*

	$\nu_1 = 2$	3	4	5	6	7	8	9	10	15	20	30
$\nu_2 = 2$	19.0	19.2	19.2	19.3	19.3	19.4	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	8.62
4	6.94	6.59	6.39	6.26	6.16	6.09	6.04	6.00	5.96	5.86	5.80	5.75
5	5.79	5.41	5.19	5.05	4.95	4.88	4.82	4.77	4.74	4.62	4.56	4.50
6	5.14	4.76	4.53	4.39	4.28	4.21	4.15	4.10	4.06	3.94	3.87	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	3.38
8	4.46	4.07	3.84	3.69	3.58	3.50	3.44	3.39	3.35	3.22	3.15	3.08
9	4.26	3.86	3.63	3.48	3.37	3.29	3.23	3.18	3.14	3.01	2.94	2.86
10	4.10	3.71	3.48	3.33	3.22	3.14	3.07	3.02	2.98	2.85	2.77	2.70
15	3.68	3.29	3.06	2.90	2.79	2.71	2.64	2.59	2.54	2.40	2.33	2.25
20	3.49	3.10	2.87	2.71	2.60	2.51	2.45	2.39	2.35	2.20	2.12	2.04
30	3.32	2.92	2.69	2.53	2.42	2.33	2.27	2.21	2.16	2.01	1.93	1.84