
UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Second Semester Examination
Academic Session 2009/2010

April/May 2010

IMG 204 – Instrumental Analysis Of Food
[Analisis Peralatan Makanan]

Duration: 3 hours
[Masa: 3 jam]

Please check that this examination paper consists of NINE pages of printed material before you begin the examination.

[Sila pastikan bahawa kertas peperiksaan ini mengandungi SEMBILAN muka surat yang bercetak sebelum anda memulakan peperiksaan ini.]

Instructions: Answer any **FIVE (5)** out of seven questions. You may answer the question either in Bahasa Malaysia or in English.

Arahan: Jawab mana-mana **LIMA (5)** daripada tujuh soalan. Anda dibenarkan menjawab soalan sama ada [untuk KBI] dalam Bahasa Malaysia atau Bahasa Inggeris.]

In the event of any discrepancies, the English version shall be used.

[Sekiranya terdapat sebarang percanggahan pada soalan peperiksaan, versi Bahasa Inggeris hendaklah diguna pakai].

...2/-

SECTION A. Section A is compulsory.

1. Answer all parts of this question.

- (a) Sketch the components of a High Performance Liquid Chromatograph system.
(5 marks)
- (b) Briefly describe the separation mechanism of Sugar PakTM column for sugar analysis.
(7 marks)
- (c) List 4 practical considerations for sugar analysis with Sugar PakTM column by high performance liquid chromatography.
(8 marks)

SECTION B. Answer FOUR questions from this section.

2. Answer both sections in this question.

(a) A solution X has a transmittance of 0.100 at a certain wavelength in spectroscopy Uv-vis method.

(i) What is the absorbance of solution X?

(ii) If solution X has a concentration of 0.02 g/L and its transmittance is measured in a glass cuvette with a pathlength of 1 cm, what is the molar absorptivity of the compound at the same wavelength? (Molecular weight of compound is 100).

(iii) Calculate the expected transmittance in a cuvette with pathlength of 5 cm of the solution X.

(iv) Calculate the expected transmittance in a cuvette with pathlength of 5 cm of a solution Y with a concentration that is halved of the concentration of the original solution X.

(8 marks)

(b) Explain the principles of normal phase chromatography and reverse phase chromatography. Give an example of a column that is normally used for each type of the separation modes.

(12 marks)

3. Answer both sections in this question.

(a) Explain what happens when a solution MX is aspirated into flame atomic absorption spectrophotometer (FAAS). Relate how the efficiency of atomization helps in accurate quantitative determination of metals.

(12 marks)

(b) Describe briefly three (3) types of detectors in gas chromatography.

(8 marks)

4. Answer both sections in this question.
- (a) In your preparation of an ashed milk sample for calcium determination by atomic absorption spectroscopy, you forgot to add either EDTA or LaCl_3 .
- (i) Would you likely over- or underestimate the true Ca content?
- (ii) Why would it likely be necessary to add one of these to obtain accurate results?
- (iii) Briefly explain how each of these works. (12 marks)
- (b) Describe the separation technique of electrophoresis giving an example of its application in food analysis. (8 marks)
5. What is meant by differential scanning calorimetry (DSC)? State the application of this method in food analysis based on three examples of major food components (One application for each). (20 marks)
6. Answer both sections in this question.
- (a) You need to carry out the analysis of a food sample suspected of containing chlorinated hydrocarbon residues. What common detector should you use in order to give the best sensitivity and selectivity for these compounds? (5 marks)
- (b) Give three differences between emission spectroscopy and flame atomic absorption spectroscopy. Explain how these differences influence the elements that can be detected by these two methods. (9 marks)
- (c) State the criteria for the types of carbohydrate that could be analysed with polarimetry method. What parameter is measured? Give the equations for determination of the carbohydrate concentration using this method. (6 marks)

7. Answer both sections in this question.

(a) Standards solutions are used to perform quantitative chromatographic analysis.

(i) Describe the difference between an external and an internal standard.

(ii) Describe a situation where you would use an internal standard and a situation where you would use an external standard.

(10 marks)

(b) A sodium solution is analyzed by flame emission spectrometry using the 589 nm doublet line (the so-called sodium D-lines). In developing a procedure for the analysis, the analyst notes that a 1-ppm solution of sodium as well as 10 ppm of potassium. In view of the fact that the 10 ppm potassium gives no measurable emission at 589 nm, explain why the potassium enhances the sodium emission. Suggest a method to correct for this easily ionizable element interference and explain how it would eliminate the problem.

(10 marks)

BAHAGIAN A. Soalan ini adalah soalan wajib dan berkaitan dengan amali.

1. Jawab semua soalan bahagian ini.

(a) Lakarkan komponen-komponen suatu sistem Kromatograph Cecair Prestasi Tinggi.

(5 markah)

(b) Huraikan secara ringkas mekanisma pemisahan kolum Sugar PakTM untuk analisis gula.

(7 markah)

(c) Senaraikan 4 pertimbangan praktikal analisis gula menggunakan kolum Sugar PakTM dengan Kromatografi Cecair Prestasi Tinggi.

(8 markah)

BAHAGIAN B. Jawab EMPAT soalan daripada Bahagian B.

2. Jawab kedua-dua bahagian soalan ini.

(a) Satu larutan X menunjukkan transmitans 0.100 pada sesuatu jarak gelombang dalam kaedah spektroskopi Uv-Vis.

(i) Apakah absorbans larutan X tersebut?

(ii) Jika larutan X mempunyai kepekatan 0.02 g/L dan transmitansnya diukur dengan sel panjang 1 cm, apakah molar absorptiviti sebatian itu pada jarak gelombang yang sama? (Berat molekul sebatian ialah 100).

(iii) Kira transmitans yang dijangka di dalam sel panjang 5 cm. bagi larutan X tersebut.

(iv) Kira transmitans yang dijangka di dalam sel panjang 5 cm bagi sesuatu larutan Y yang mempunyai kepekatan separuh daripada kepekatan asal larutan X.

(8 markah)

(b) Jelaskan prinsip bagi kromatografi fasa normal dan kromatografi fasa terbalik. Beri satu contoh turus yang sering diguna untuk setiap mod pemisahan tersebut.

(12 markah)

3. Jawab kedua-dua bahagian soalan ini.

(a) Terangkan apa yang berlaku apabila suatu larutan MX disemburkan ke dalam spektrofotometer penyerapan atom nyala (FAAS). Kaitkan bagaimana kesempurnaan pengatoman membantu kejituan penentuan kuantitatif logam.

(12 markah)

(b) Terangkan dengan ringkas tiga (3) jenis detector dalam kromatografi gas.

(8 markah)

4. Jawab kedua-dua bahagian soalan ini.

(a) Dalam penyediaan sampel susu untuk penentuan kalsium dengan kaedah spektroskopi penyerapan atom, anda telah lupa untuk menambahkan sama ada larutan EDTA atau lanthanum klorida (LaCl_3).

(i) Adakah ini akan memberi nilai kandungan Ca lebih tinggi atau lebih rendah daripada nilai sebenarnya?

(ii) Kenapa perlu ditambah mana-mana larutan tersebut untuk mendapatkan keputusan kandungan Ca yang lebih jitu?

(iii) Terangkan dengan ringkas apa yang berlaku dengan penambahan setiap larutan tersebut.

(12 markah)

(b) Terangkan tentang teknik pemisahan elektroforesis dengan memberikan satu contoh aplikasinya dalam analisis makanan.

(8 markah)

5. Apakah yang dimaksudkan dengan kalorimetri penskanan diferensial (DSC)? Nyatakan aplikasi kaedah ini dalam analisis makanan berasaskan tiga contoh kelas bahan makanan (satu kegunaan bagi setiap satu).

(20 markah)

6. Jawab semua bahagian soalan ini.

(a) Anda melakukan analisis sampel makanan yang disyaki mengandungi residu-residu hydrocarbon berklorinat. Apakah alat pengesan yang perlu digunakan supaya dapat memberi kepekaan dan kepilihan yang baik untuk sebatian ini.

(5 markah)

(b) Berikan tiga perbezaan antara spektroskopi pemancaran atom dan spektroskopi penyerapan atom nyala. Jelaskan bagaimana perbezaan ini mempengaruhi jenis unsur/elemen yang boleh dikesan dengan kedua kaedah ini.

(9 markah)

(c) Nyatakan kriteria bagi jenis karbohidrat yang boleh dianalisis dengan kaedah polarimetri. Apakah parameter yang diukur? Berikan persamaan untuk penentuan kepekatan karbohidrat dengan kaedah ini.

(6 markah)

...9/-

7. *Jawab kedua-dua bahagian soalan ini.*

(a) *Larutan piawai diguna dalam bagi melakukan analisis kuantitatif kromatografik.*

(i) *Terangkan perbezaan antara piawai luaran dan dalaman.*

(ii) *Terangkan satu situasi yang mana anda akan mengguna piawai dalaman dan satu situasi yang mana anda akan mengguna piawai luaran.*

(10 markah)

(b) *Satu larutan natrium dianalisa dengan spektrometrinyalaan pemancaran menggunakan garisan dublet 589 nm (garisan-D natrium). Dalam penyediaan satu prosedur bagi analisis tersebut, seorang penguji perhatikan bahawa larutan 1-ppm natrium memberikan signal pemancaran yang lebih rendah intensitinya daripada larutan yang mengandungi kandungan natrium yang sama termasuk kandungan kalium sebanyak 10 ppm. Jika melihat fakta bahawa 10 ppm kalium tidak memberi apa-apa signal pemancaran yang boleh diukur, terangkan kenapa kalium meningkatkan pemancaran natrium. Cadangan satu kaedah bagi membetulkan gangguan unsur yang mudah terion ini dan terangkan bagaimana ianya boleh menyingkirkan masalah tersebut.*

(10 markah)