

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA
Peperiksaan Semester Pertama
Sidang Akademik 1995/96
Oktober/November 1995
KAT 241 - Kimia Analisis I
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 semuanya (5 muka surat + 5 Lampiran).

[Jadual I dan maklumat-maklumat lain disertakan selepas soalan 7.]

1. (a) Satu kaedah penyerapan atom bagi penentuan ferum dalam sampel telah didapati mempunyai sisihan piawai $2.4 \mu\text{g mL}^{-1}$. Jika purata bagi empat analisis ialah $18.5 \mu\text{g Fe mL}^{-1}$, kiralah julat keyakinan pada paras keyakinan 95%. Berapa penyukatan replikat yang diperlukan bagi analisis di atas agar julat keyakinannya ialah $\pm 1.5 \mu\text{g Fe mL}^{-1}$ bagi paras keyakinan 95% ?

(10 markah)

- (b) Cadangkan satu kaedah gravimetri bagi pemisahan kalium daripada ion-ion natrium dan litium.

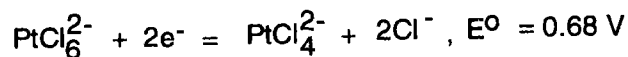
(5 markah)

- (c) Sebanyak 0.7406 g sampel magnesit tak-tulen, MgCO_3 , telah diolah dengan HCl; CO_2 terbebas telah dikumpulkan di atas kalsium oksida dan didapati beratnya ialah 0.1881 g. Kira peratus magnesium di dalam sampel tersebut.

5 markah)

2. (a) Satu siri sampel sulfat telah ditentukan dengan dimendakan sebagai BaSO_4 . Jika diketahui kandungan sulfat di dalam sampel ini adalah diantara 20 - 55%; berapakah berat sampel minimum yang perlu digunakan agar sekurang-kurangnya berat mendakan yang diperolehi ialah 0.300 g. Berapakah berat mendakan maksimum yang dijangkakan jika sampel sebanyak ini telah digunakan ?
(10 markah)
- (b) Senaraikan lima penggunaan agen pengkompleksan di dalam kimia analisis.
(5 markah)
- (c) Bandingkan kebaikan kaedah titrimetri jika dibandingkan dengan kaedah gravimetri.
(5 markah)
3. (a) Kiralah pH pada takat kesetaraan ("equivalence point") pertama bagi pentitratan 0.05 M asid fosforus dengan 0.10 M NaOH. Dengan bantuan Jadual 1, penunjuk apakah yang sesuai bagi pentitratan ini ?
(7 markah)
- (b) Apakah pH larutan yang terhasil apabila 100.0 mL 0.200 M Na_2HPO_4 telah dicampurkan dengan isipadu sama 0.0800 M
(i) HCl ?
(ii) NaOH?
(6 markah)

- (c) Daripada keupayaan piawai bagi tindak balas setengah berikut, tentukan tindak balas yang terjadi, dan kiralah keupayaan sel daripada tindak balas tersebut .



(7 markah)

4. (a) Kiralah pemalar pembentukan bersyarat bagi ion-ion logam berikut dengan EDTA :

(i) Ca^{2+} pada pH 10.

(ii) Cu^{2+} pada pH 10.

(6 markah)

- (b) Sekuantiti kecil sampel serum darah boleh ditentukan kandungan kalsiumnya melalui pentitratan EDTA, menggunakan mikroburet. Jika 100 μL sampel diperlukan untuk mencapai takat akhir, kira miligram Ca per 100 mL serum.

(6 markah)

- (c) Cadangkan bagaimana gangguan daripada ion-ion logam boleh dikurangkan di dalam penentuan kompleksometri.

(8 markah)

5. (a) Satu sampel 0.433 g diketahui hanya mengandungi anion klorida, iodida dan nitrat. Pentitratan potensiometri telah digunakan bagi penentuan klorida dan iodida, menggunakan larutan piawai argentum nitrat (0.1103 M) sebagai titran. Semasa penentuan, keupayaan larutan disukat sebaik sahaja mendakan terbentuk.
- Keupayaan yang disukat bermula dengan satu dataran disekitar - 0.24 V, menunjukkan dua takat akhir, dan berakhir dengan dataran sekali lagi. Jika bacaan buret asal ialah 1.36 mL, dan bacaan isipadu pada takat akhir ialah 12.77 mL dan 42.97 mL, kira
- (i) peratus (w/w) klorida dan iodida di dalam sampel,
 - (ii) kepekatan argentum pada setiap takat ekuivalen.
- Bagi AgCl, $K_{sp} = 1.78 \times 10^{-10}$ pada 25°C
 Bagi AgI, $K_{sp} = 9.8 \times 10^{-17}$ pada 25°C
- (12 markah)
- (b) Senaraikan ciri-ciri EDTA yang menjadikannya salah satu titran paling berguna bagi pentitratan kompleksometri.
- (4 markah)
- (c) Berikan penjelasan mengapa larutan natrium hidroksida perlu
- (i) disimpan di dalam bekas plastik?
 - (ii) ditutup dengan baik semasa penyimpanan?
- (4 markah)
6. (a) Kiralah keupayaan sel di bawah, yang mana KHP ialah kalium asid ftalat.
- $\text{Hg}(c) | \text{Hg}_2\text{Cl}_2(p) | \text{KCl}(0.10 \text{ M}) || \text{KHP}(0.050 \text{ M}) | \text{H}_2(g, 1.00 \text{ atm}) | \text{Pt}(p)$.
- (8 markah)

- (b) Suatu zat terlarut mempunyai nisbah taburan 8.8 di antara air dan kloroform. Berapakah isipadu kloroform yang diperlukan bagi pengekstrakan tunggal jika pecahan zat terlarut tertinggal didalam 25.0 mL air adalah sama dengan pecahan tertinggal setelah tiga pengekstrakan berturut-turut dengan menggunakan 10.0 mL kloroform setiap kali pengekstrakan?

(7 markah)

- (c) Terangkan proses keseimbangan terbabit di dalam pengekstrakan pelarut kelat logam.

(5 markah)

7. (a) 50 mL 0.010 M larutan akueus telah diekstrak dengan 100 mL pelarut organik. Jika pekali taburan, $K = 3.0$ dan $K_a = 1.0 \times 10^{-9}$, kira kepekatan amina tertinggal di dalam fasa akueus pada

- (i) pH 10.00, dan
(ii) pH 8.00.

(8 markah)

- (b) (i) Apakah kegunaan-kegunaan pengekstrakan pelarut di dalam kimia analisis?
(ii) Senaraikan empat kelemahan kaedah ini.

(8 markah)

- (c) Kira pAg bagi pentitratan 25.00 mL 0.100M KBr setelah penambahan 12.50 mL 0.200 M $AgNO_3$ sebagai titran. Bagi $AgBr$, $K_{sp} = 5.00 \times 10^{-13}$ pada $25^\circ C$.

(4 markah)

oooOOOooo

LAMPIRAN :

Jadual 1 : Penunjuk Asid-bes

Penunjuk	pK	Julat Peralihan pH	Warna	
			Bentuk asid	Bentuk bes
timol biru	1.65	1.2 - 2.8	merah	kuning
dimetil kuning	3.25	2.9 - 4.0	merah	kuning
metil jingga	3.46	3.1 - 4.4	merah	jingga-kuning
bromofenol biru	4.10	3.0 - 4.6	kuning	unggu
bromokresol hijau	4.90	3.8 - 5.4	kuning	biru
metil merah	5.00	4.4 - 6.2	merah	kuning
klorofenol merah	6.25	4.8 - 6.4	kuning	merah
p-nitrofenol	7.15	5.6 - 7.6	tidak berwarna	kuning
bromotimol biru	7.30	6.0 - 7.6	kuning	biru
fenol merah	8.00	6.4 - 8.2	kuning	merah
m-kresol ungu	8.32	7.6 - 9.2	kuning	unggu-merah
timol biru	9.20	8.0 - 9.6	kuning	biru
fenolftalein	9.5	8.0 - 9.8	tidak berwarna	unggu
timolftalein	9.7	9.3 - 10.5	tidak berwarna	biru

Jadual keupayaan elektrod piawai.

<u>Tindakbalas setengah</u>	<u>E° (V)</u>
$2\text{H}^+ + 2\text{e}^- \rightleftharpoons \text{H}_{2(\text{g})}$	0.00
$2\text{H}_2\text{O} + 2\text{e}^- \rightleftharpoons \text{H}_{2(\text{g})} + 2\text{OH}^-$	-0.828
$2\text{Hg}^{2+} + 2\text{e}^- \rightleftharpoons \text{Hg}_2^{2+}$	0.920
$\text{Hg}^{2+} + 2\text{e}^- \rightleftharpoons \text{Hg}(\text{l})$	0.854
$\text{Hg}_2^{2+} + 2\text{e}^- \rightleftharpoons 2\text{Hg}(\text{l})$	0.797
$\text{Hg}_2\text{Cl}_2(\text{s}) + 2\text{e}^- \rightleftharpoons 2\text{Hg}(\text{l}) + 2\text{Cl}^-$	0.268

Jadual pemalar peruraian asid

<u>Nama</u>	<u>K_a</u>
EDTA	1×10^{-2}
	2.1×10^{-3}
	7.8×10^{-7}
	6.8×10^{-11}
Asid fosforik	7.1×10^{-3}
	6.3×10^{-8}
	4.5×10^{-13}
Asid fosforus	1×10^{-2}
	1.6×10^{-7}
Asid ftalik	1.12×10^{-3}
	3.91×10^{-6}

Jadual jisim atom relatif

<u>Unsur</u>	<u>Jisim atom relatif</u>
Ba	137.34
Ca	40.08
C	12.01
Cl	35.5
H	1.00
Mg	24.30
N	14.00
O	16.00
K	39.10
Na	23.00
S	32.06
I	126.90

Jadual pemalar pembentukan logam EDTA

<u>Logam</u>	<u>K_f</u>
Ag ⁺	2.1 x 10 ⁷
Ca ²⁺	5.0 x 10 ¹⁰
Cd ²⁺	2.9 x 10 ¹⁶
Cu ²⁺	6.3 x 10 ¹⁸
Hg ²⁺	6.3 x 10 ²¹
Zn ²⁺	3.2 x 10 ¹⁶

1. Nilai t bagi darjah pembebasan pada berbagai paras keyakinan

Paras v Keyakinan %				
	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	5.481	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
∞	1.645	1.960	2.576	2.807

Nilai F pada keyakinan 95%

v1 v2	2	3	4	5	6	7	8	9	10	15	20	30
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	2.88
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

(KAT 241)

$$t = \frac{\bar{X}_1 - \bar{X}_2}{S_p} \sqrt{\frac{N_1 N_2}{N_1 + N_2}}$$

$$S_p = \sqrt{\frac{\Sigma(X_{i1} - \bar{X}_1)^2 + \Sigma(X_{i2} - \bar{X}_2)^2 + \dots}{N - K}}$$

$$M = \frac{\Sigma(X_i - \bar{X})(Y_i - \bar{Y})}{\Sigma(X_i - \bar{X})^2} = \frac{\Sigma X_i Y_i - [(\Sigma X_i \Sigma Y_i)/n]}{\Sigma X_i^2 - [(\Sigma X_i)^2/n]}$$

$$b = \bar{Y} - M\bar{X}$$

$$r = \frac{\Sigma X_i Y_i - n\bar{X}\bar{Y}}{\sqrt{(\Sigma X_i^2 - n\bar{X}^2)(\Sigma Y_i^2 - n\bar{Y}^2)}}$$

$$= \frac{n\Sigma X_i Y_i - \Sigma X_i \Sigma Y_i}{\sqrt{[n\Sigma X_i^2 - (\Sigma X_i)^2][n\Sigma Y_i^2 - (\Sigma Y_i)^2]}}$$