
UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Semester Pertama
Sidang Akademik 2004/2005

Oktober 2004

KAT 241 – Kimia Analisis II

Masa : 3 jam

Sila pastikan bahawa kertas peperiksaan ini mengandungi ENAM muka surat yang bercetak sebelum anda memulakan peperiksaan ini.

Jawab LIMA soalan. Sekurang-kurangnya SATU soalan MESTI dijawab daripada setiap bahagian A, B dan C.

Jika calon menjawab lebih daripada lima soalan, hanya lima soalan pertama termasuk soalan yang mesti dijawab sahaja akan diberikan markah.

BAHAGIAN A: (SPEKTROSKOPI)

1. (a) Terangkan secara ringkas mengapa
- (i) molekul yang teruja menghasilkan spektrum jalur, sedangkan atom yang teruja menghasilkan spektrum garis.
 - (ii) pengatoman elektroterma dapat meninggikan kepekaan kaedah spektrometri penyerapan atom.
- (6 markah)
- (b) Suatu larutan yang mengandungi 3.00 ppm X memberikan kehantaran 65.0 % dengan menggunakan sel 1.00 cm.
- (i) Kira keserapan larutan.
 - (ii) Kira kehantaran dan keserapan bagi larutan 5.20 ppm X.
 - (iii) Kira keterserapan molar X jika jisim molekul relatif X adalah 155.
- (8 markah)
- (c) Berikan kriteria-kriteria penting untuk membolehkan berlakunya penyerapan inframerah. Bagaimanakah spektrometri inframerah dapat digunakan bagi analisis kuantitatif?
- (6 markah)
2. (a) Jelaskan secara ringkas bagaimana pemancaran pendarfluor sesuatu molekul dapat berlaku. Mengapakah pengukuran pendarfluor molekul biasanya lebih peka jika dibandingkan dengan pengukuran penyerapan molekul?
- (6 markah)
- (b) Bincangkan secara ringkas tentang spektrometri pemancaran atom nyala dan spektrometri penyerapan atom daripada segi:
- (i) Prinsip asas.
 - (ii) Peralatan.
 - (iii) Penggunaan.

(8 markah)

- (c) Kuprum di dalam bijih ditentukan dengan kaedah spektrometri penyerapan atom. Larutan sampel mengandungi 1.23 g bijih per 100 mL dan larutan piawai mengandungi 2.00×10^{-3} g kuprum per 100 mL. Ke dalam kelalang yang pertama dimasukkan 10.0 mL larutan sampel. Ke dalam kelalang yang kedua dimasukkan 10.0 mL larutan sampel dan 10.0 mL larutan piawai kuprum. Kedua-dua kelalang ini dicairkan kepada 100 mL dengan menggunakan air suling. Bacaan keserapan bagi kelalang pertama adalah 0.421 dan bagi kelalang kedua adalah 0.863. Tentukan peratus kuprum di dalam sampel bijih.

(6 markah)

3. (a) Lakarkan gambarajah blok bagi spektrometer pendarfluor molekul. Namakan komponen-komponennya.

(4 markah)

- (b) Berikan huraian ringkas berhubung dengan perkara di bawah:
- (i) Suhu nyala dalam spektrometri pemancaran atom nyala lebih rendah jika dibandingkan dengan suhu nyala dalam spektrometri penyerapan atom.
- (ii) Spektrometri penyerapan atom-wap sejuk.

(9 markah)

- (c) Suatu sampel darah berisipadu 5 mL telah diolah dengan asid trikloroasetik untuk memendakkan protein. Selepas pengemparan, larutan yang terhasil dijadikan pH 3 dan diekstrak dua kali dengan 5 mL metil isobutil keton yang mengandungi agen pengkompleksan APDC bagi Pb. Ekstrak disemburkan terus ke dalam nyala udara-asetilena dan memberikan keserapan 0.502 pada 283.3 nm. Dua alikuot 5 mL larutan piawai yang berkepekatan masing-masing 0.400 ppm dan 0.600 ppm plumbum diolah dengan cara yang sama dan menghasilkan keserapan 0.396 dan 0.599. Kira kepekatan Pb (dalam ppm) dengan menganggapkan bahawa hukum Beer dipatuhi.

(7 markah)

BAHAGIAN B: (ELEKTROKIMIA)

4. (a) Mengapakah elektrod pemilih ion (ISE) berbilang valensi kurang dalam pasaran berbanding dengan ISE univalen? Jelaskan.

(6 markah)

- (b) Berikut ialah keupayaan yang disukai bagi setiap larutan Ca^{2+} .

$[\text{Ca}^{2+}] / \text{mM}$	E vs SCE / mV
1.1×10^{-5}	0.20
1.2×10^{-4}	0.23
1.0×10^{-3}	0.26
1.2×10^{-2}	0.29
1.1×10^{-1}	0.32

Plotkan keluk yang sesuai di atas kertas semi-log berdasarkan nilai-nilai di atas. Tentukan kepekatan Ca^{2+} di dalam larutan anu jika keupayaan, E adalah 0.22 mV. Apakah plot graf yang dihasilkan menurut Nernst?

(6 markah)

- (c) Nyatakan bagaimana membran ISE fluorida yang diperbuat daripada hablur tunggal LaF berfungsi. Apakah peranan F^- yang ditambah ke dalam air paip dan ubat gigi? Mengapakah F^- di dalam air paip dan ubat gigi ini tidak boleh melebihi tahap F^- yang diluluskan oleh WHO?

(8 markah)

5. (a) Nyatakan perbezaan di antara kedua-dua teknik elektroanalisis ini, potensiometri dan voltametri. Hadkan jawapan anda kepada jenis elektrod, jenis analit dan keserbabolehan analisis.

(10 markah)

- (b) Dalam teknik polarografi, Cd diturunkan pada -0.605 V vs SCE . Suatu larutan sampel bijih (0.850 g yang diasidkan dan dicairkan kepada 250 mL) telah menghasilkan arus pambauran I_d $9.61\ \mu\text{A}$. Analisis larutan piawai Cd pada keadaan yang sama seperti anu menghasilkan yang berikut:

$[\text{Ca}^{2+}] / \text{mM}$	$I_d / \mu\text{A}$
0.5	4.12
1.0	8.26
2.0	16.56

- (i) Lakarkan gelombang polarografi penurunan Cd dalam julat $+0.5\text{ V ke } -2.0\text{ V vs SCE}$
 (ii) Kirakan peratus Cd dalam bijih tersebut.
 (JAR: Cd; 112.41)

(10 markah)

BAHAGIAN C: (PEMISAHAN)

6. (a) Sebanyak 1.50 mL larutan asid organik telah ditimbalkan pada pH 4.5 dan seterusnya telah diekstrak tiga kali menggunakan 100 mL toluena setiap kali. Jika pekali taburan, k_d adalah 6.8, kira peratus asid organik yang masih berada di dalam fasa akueus.
- (b) Satu sampel minyak telah dipisahkan menggunakan kaedah kromatografi gas. Puncak bagi lemonena mempunyai masa penahanan 8.36 minit dan lebar garis dasarnya ialah 0.96 minit, manakala terpena pula dielusikan pada 9.54 minit dan lebar garis dasarnya ialah 0.64 minit. Adakah resolusi ini memuaskan bagi pemisahan ini? Beri justifikasi anda.
- (c) Analisis kromatografi gas bagi suatu racun serangga berhalogen menghasilkan puncak yang mempunyai masa penahanan 8.68 minit dan garis dasarnya 0.29 minit. Jika turus adalah 2 m, kira bilangan dan ketinggian plat teori.

(5 markah)

(8 markah)

(7 markah)

7. (a) Kaedah kromatografi gas-cecair telah digunakan untuk menentukan kandungan propanol dalam suatu pelarut. Satu puncak pada masa penahanan 65 saat dan lebar pada dasarnya bernilai 5.5 saat telah diperolehi. Panjang turus yang digunakan ialah 3 m.
- (i) Apakah yang dimaksudkan dengan kaedah kromatografi gas-cecair?
 - (ii) Cadangkan gas pembawa yang harus digunakan.
 - (iii) Cadangkan pengesan yang harus digunakan.
 - (iv) Kira HETP dalam sebutan cm plat^{-1} .
 - (v) Beri dua cadangan bagaimana kecekapan pemisahan dapat dipertingkatkan.

Sila beri justifikasi anda bagi bahagian (ii), (iii) dan (v).

(16 markah)

- (b) Nyatakan fungsi komponen berikut:
- (i) Turus terbuka dalam kaedah kromatografi gas.
 - (ii) Turus pra-pengolahan dalam kromatografi cecair prestasi tinggi.

(4 markah)