

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Semester Kedua
Sidang Akademik 2001/2002

Februari/Mac 2002

KAT 244 – Kaedah Pemisahan

Masa : 3 jam

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

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

1. (a) Suatu sebatian mempunyai nisbah taburan 4.0 di antara air dan kloroform. Jika 75 mL larutan akueus mengandungi 35 μg sebatian,
- (i) Kira isipadu kloroform yang diperlukan untuk pengekstrakan tunggal agar 99.0 % sebatian diekstrak.
- (ii) Berapa kali pengekstrakan menggunakan 75 mL kloroform setiap kali yang diperlukan untuk mengekstrak 99.0 % sebatian?

(5 markah)

- (b) Tiga isomer xilenol daripada ekzos kereta telah dipisahkan dengan kaedah kromatografi gas. Penyuntikan 1.0 μL piawai telah menghasilkan data di bawah. Data bagi penyuntikan 0.50 μL sampel ekzos apabila disuntik di dalam keadaan yang sama ditunjukkan dalam jadual di bawah. Kira peratus isipadu setiap xilenol di dalam sampel.

Sebatian	Luas puncak	
	Piawai (cm^2)	Anu (cm^2)
2,3-xilenol	1,300	45
3,5-xilenol	1,200	54
3,4-xilenol	1,150	24

(5 markah)

.../2-

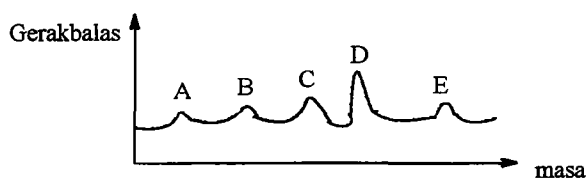
- (c) Anda telah dikehendaki untuk menentukan kandungan surihan trihalometana (CHCl_3 , CHBrCl_2 , CHBr_2Cl dan CHBr_3) dalam satu sampel air galian. Berikan skema analisis yang akan anda gunakan. Sila nyatakan jenis kromatografi, turus, dan pengesan yang digunakan.

(10 markah)

2. (a) Turus kromatografi gas boleh disediakan yang mana faktor pembauran eddy dalam persamaan van Deemter boleh diabaikan. Jika turus tersebut yang panjangnya 2 m dan mempunyai kelajuan 1.2 cm min^{-1} dan mempunyai plat teori 9000 pada kelajuan optimum ini, tentukan persamaan van Deemter bagi turus tersebut.

(10 markah)

- (b) Sebatian aktif di dalam 10.0 mL ekstrak bahan biologi telah dipisahkan menggunakan kromatografi penjerapan yang turusnya dipadatkan dengan silika gel. Eluen telah dipantau berterusan menggunakan kaedah ultralembayung dan kromatogram terhasil di tunjukkan di bawah. Isipadu eluen termasuklah komponen D (jisim molekul relatif, 194) telah disejatkan sehingga kering, dan pepejal terhasil telah dilarutkan di dalam 3.00 mL CCl_4 . Larutan ini menghasilkan keserapan 0.57. Larutan piawai $1.00 \times 10^{-4} \text{ M}$ D di dalam CCl_4 menghasilkan keserapan 0.68. Kira kepekatan D di dalam cecair biologi ini dalam unit mg mL^{-1} .



(10 markah)

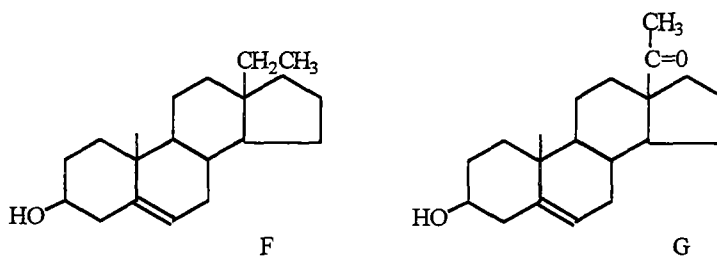
3. (a) Anda telah dikehendaki untuk menyediakan 100 mL $5.00 \times 10^{-2} \text{ M}$ HCl dengan melakukan satu larutan piawai natrium klorida melalui resin penukar kation dalam bentuk hidrogen, dan larutan hidrogen klorida yang dielusi akan digunakan sebagai asid. Untuk memastikan semua ion hidrogen dan ion klorida telah dielusikan, 25.0 mL larutan piawai natrium klorida telah dilalukan melalui turus, diikuti dengan 50.00 mL air suling, dan jumlah eluen telah dicairkan menjadi 100 mL. Kira (i) jisim natrium klorida yang diperlukan untuk dilarut, dan (ii) isipadu air suling untuk menghasilkan larutan piawai natrium klorida yang dikehendaki.

(10 markah)

- 3 -

(b) Sebatian F dan G tidak dapat dipisahkan apabila digunakan turus kromatografi gas OV-17.

- (i) Dengan bantuan maklumat yang terdapat pada Rajah 1, cadangkan (berserta dengan alasannya) turus yang lebih sesuai untuk pemisahan F dan G.
- (ii) Terangkan bagaimana kepekaan puncak dapat dipertingkatkan apabila dipisahkan menggunakan turus yang telah anda cadangkan.
- (iii) Cadangkan pengesanan yang paling sesuai untuk digunakan.



(10 markah)

4. (a) Berikan penerangan ringkas mengenai perkara berikut:

- (i) Pelebaran zon di dalam kaedah kromatografi gas lebih besar daripada kaedah kromatografi bendalir lampau genting.
- (ii) Pelebaran zon adalah lebih kecil di dalam kaedah kromatografi cecair prestasi tinggi berbanding dengan kaedah kromatografi bendalir lampau genting.
- (iii) Pengesanan jenis ultralembayung merupakan pengesanan paling popular bagi kaedah kromatografi cecair.
- (iv) Kaedah elektroforesis rerambut telah menggantikan kaedah kromatografi cecair prestasi tinggi bagi penentuan makromolekul tertentu.
- (v) Turus rerambut sesuai digunakan bagi analisis bahan mudah meruap di dalam bahan api.

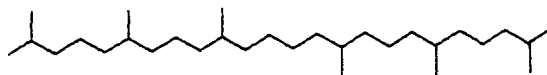
(15 markah)

.../4-

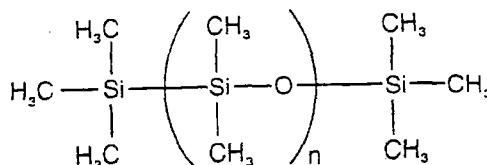
NAMA DAGANGAN

STRUKTUR

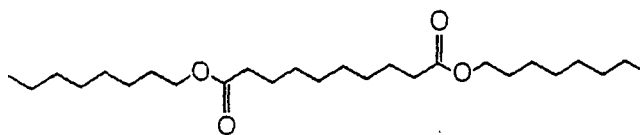
Skualana



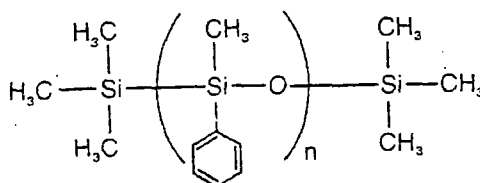
SE-30



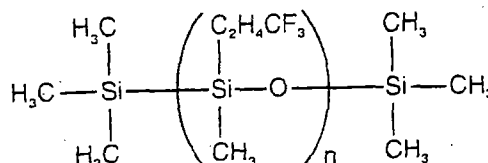
Dioktil Sebakat



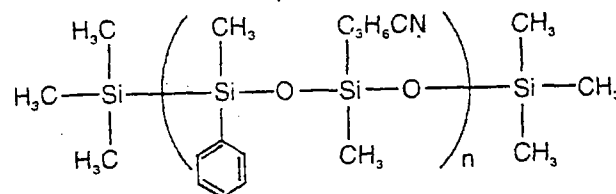
OV-17



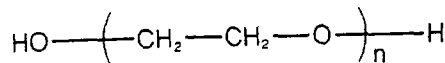
QF-1



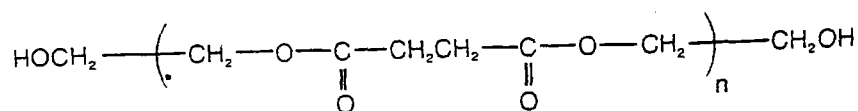
OV-225



Karbowax 20M



DEGS



Rajah 1 : Struktur kimia bagi beberapa fasa pegun kromatografi gas

- (b) Dua zat terlarut yang masing-masing mempunyai nisbah taburan 1.47 dan 1.86 telah dipisahkan di atas turus yang V_s/V_m adalah 13.6. Kiralah bilangan plat teori yang diperlukan untuk mencapai resolusi 1.35.
- (5 markah)
5. (a) Sebanyak 150 mL larutan asid organik ($K_a = 1.8 \times 10^{-5}$) telah ditampakan 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.
- (5 markah)
- (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 terpinena pula dielusikan pada 9.54 minit dan lebar garis dasarnya ialah 0.64 minit. Adakan resolusi ini memuaskan bagi pemisahan ini? Beri justifikasi anda.
- (8 markah)
- (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
- (i) Bilangan plat teori.
- (ii) Ketinggian plat teori.
- (7 markah)
6. (a) Ramalkan tertib elusi untuk n-heksana, n-heksanol dan benzena bagi pemisahan secara
- (i) Fasa normal, dan
- (ii) Fasa terbalik.
- (4 markah)
- (b) Lazimnya kaedah kromatografi gas terbatas kepada sampel yang mudah meruap sahaja. Beri komen anda kepada kenyataan di atas dengan menyatakan kebenarannya dan langkah-langkah bersesuaian untuk meluaskan batasan tersebut.
- (5 markah)

- (c) Kelebihan kaedah kromatografi cecair adalah kepilahan sampel molekul bergantung kepada saling tindak spesifik molekul tersebut dengan fasa pegun dan fasa gerak, dibandingkan dengan kaedah kromatografi gas yang hanya bergantung kepada fasa pegun. Beri ulasan anda.
(5 markah)
- (d) Untuk tujuan “preparative”, nyatakan kelebihan dan/atau kelemahan kaedah kromatografi bendalir lampau genting, kromatografi gas dan kromatografi cecair prestasi tinggi.
(6 markah)
7. (a) Tuliskan persamaan Knox untuk menggambarkan kecekapan turus pada kaedah kromatografi cecair prestasi tinggi, dan seterusnya tunjukkan bagaimana peresapan molekul mempengaruhi kecekapan.
(5 markah)
- (b) Kromatografi ion adalah kaedah lanjutan daripada kromatografi pertukaran ion. Nyatakan perkembangan kaedah kromatografi ion berdasarkan kepada perkembangan awal kaedah kromatografi pertukaran ion. Perbincangan anda hendaklah meliputi persamaan dan perbezaan kedua-dua kaedah tersebut dari segi fasa pegun dan metodologi yang memberi kemampuan pengesanan ion ke paras yang jauh lebih baik dari kaedah kromatografi pertukaran ion.
(15 markah)

OooOooo