

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

**Peperiksaan Semester Kedua
Sidang Akademik 1992/93**

April 1993

FPC 217 Analisis Farmaceutis

Masa: (3 jam)

Kertas ini mengandungi **ENAM (6)** soalan dan 13 muka surat yang bertaip.

Jawab **LIMA (5)** soalan sahaja.

Soalan 1 adalah wajib dan mesti dijawab di atas borang komputer yang disediakan.

Semua soalan mesti dijawab di dalam Bahasa Malaysia.

...2/-

ANGKA GILIRAN:

1. Soalan Pilihan Berganda. Jawab semua soalan dengan menghitamkan pada borang komputer di ruang-ruang yang dikhaskan bertentangan dengan jawapan atau pernyataan yang BETUL ATAU PALING SESUAI bagi sesuatu soalan. Hanya SATU jawapan/pernyataan sahaja yang betul atau paling sesuai bagi tiap-tiap soalan. Sebahagian markah akan ditolak bagi jawapan yang salah.

Sila hitamkan 06 untuk kod Pusat Pengajian.

- (1). Yang manakah di antara pernyataan-pernyataan berikut yang tidak benar?
- (A) Proses penurasan gel juga dikenali sebagai penelapan gel dan penyingkiran molekul.
- (B) Kepekaan pengesan mewakili had penting kepada kuantiti zat larutan yang terkecil yang dapat ditentukan.
- (C) Kedudukan jalur elusi pada paksi datar kromatogram dan tingginya akan menentukan setakat mana pengasingan campuran yang asal telah disempurnakan.
- (D) Kuantiti zat larutan yang memberi jalur elusi yang tingginya dua kali ganda aras bisingan puncak-ke-puncak menerangkan had pengesan.
- (2). Sebab utama bagi perkembangan pengesan yang lebih peka bagi kromatografi gas-cecair ialah
- (A) kuantiti komponen sampel yang lebih kecil boleh ditentukan.
- (B) masa yang diperlukan bagi analisis akan disingkatkan
- (C) adalah mungkin menggunakan turus yang lebih panjang
- (D) adalah mungkin menggunakan turus yang lebih pendek

...3/-

ANGKA GILIRAN:

- (3). Mana satu antara yang berikut tidak akan mempengaruhi isipadu retensi bagi sesuatu zat larutan dalam GLC?
- (A) mengubahkan sifat kimia cecair pegun
.... (B) meningkatkan suhu turus
.... (C) menurunkan beban cecair fasa pegun
.... (D) menukarkan kadar aliran gas pembawa
- (4). Apakah kesan terhad t_R bagi GLC apabila kuantiti fasa cecair pegun ditingkatkan?
- (A) peningkatan t_R bagi zat larutan
.... (B) pengurangan t_R bagi zat larutan
.... (C) tidak akan mempengaruhi t_R bagi zat larutan
.... (D) peningkatan atau pengurangan t_R bagi zat larutan bergantung kepada takat didih zat larutan itu
- (5). Mana satu antara pernyataan-pernyataan tentang HPLC fasa normal berikut adalah tidak benar?
- (A) Semakin berikutub sesuatu sebatian, semakin kuat ia dijerap dari sesuatu larutan.
.... (B) Berat molekul tinggi menyenangkan penjerapan.
.... (C) Semakin berikutub sesuatu pelarut, makin kuat penjerapan zat larutan.
.... (D) Isoterma penjerapan biasanya tak linear.

ANGKA GILIRAN:

- (6). Kebaikan utama pengesan pengionan nyala daripada pengesan kekonduksian terma bagi GLC ialah
- (A) pengesan pengionan nyala adalah lebih cepat
.... (B) pengesan pengionan nyala adalah lebih peka
.... (C) banyak sebatian organik boleh dikesan dengan menggunakan pengesan pengionan nyala, sementara pengesan kekonduksian terma bergerak balas hanya dengan beberapa ion tak organik
.... (D) turus yang lebih pendek boleh mencapai pengasingan yang sama apabila pengesanan pengionan nyala digunakan
- (7). Mana satu antara yang berikut tidak akan mempengaruhi bezajelas sepasang zat larutan dalam GLC?
- (A) Meningkatkan lagi panjang turus
.... (B) Menukarkan kepada pengesan yang lebih peka
.... (C) menyuntikkan sampel dengan lebih perlahan
.... (D) mengubahkan sifat kimia cecair pegun
- (8). Faktor pengasingan (S) dalam kromatografi bergantung kepada
- (A) panjang turus
.... (B) punca kuasa dua panjang turus
.... (C) bilangan plat teoretis dalam turus
.... (D) tidak ada jawapan yang benar

ANGKA GILIRAN:

- (9). Penyerapan sinar ternampakkan oleh suatu molekul melibatkan
- (A) peralihan elektronik
.... (B) pertukaran getaran
.... (C) pertukaran permutaran
.... (D) (A), (B) dan (C)
- (10). Pilih pernyataan yang benar dari pernyataan-pernyataan berikut
- (A) Pendarfluor biasa diukur pada sudut 90° kepada sinaran pengujian
.... (B) Pendarfluor berlaku apabila elektron-elektron molekul dalam keadaan teruja triplet kembali ke keadaan asas singlet
.... (C) Panjang gelombang sinaran pengujian biasa melebihi panjang gelombang pendarfluor
.... (D) Keamatan pendarfluor tidak dipengaruhi oleh perubahan suhu, pelarut dan pH
- (11). Aminofilina (berat molekul 456.5) mempunyai keserapan molar bersamaan 800 pada 275 nm. Satu tablet, beratnya 250 mg, yang mengandungi aminofilina dilarutkan dalam etanol dan dicairkan sehingga isipadunya menjadi 500 ml. Larutan tablet tersebut apabila diukur pada 275 nm dalam sel 10 mm memberi daya serap 0.40. Kirakan % aminofilina dalam tablet tersebut
- (A) 45.65 %
.... (B) 91.30 %
.... (C) 4.56 %
.... (D) 9.13 %

ANGKA GILIRAN:

(12). Pilih pernyataan yang benar dari pernyataan-pernyataan berikut

- (A) Ultraungu mempunyai tenaga yang lebih rendah berbanding dengan inframerah
- (B) Hukum Lambert-Beer tidak diikuti pada kepekatan zat larutan yang rendah
- (C) Gangguan fosfat di dalam analisis kalsium melalui spektrofotometri penyerapan atom boleh dikurangkan dengan penambahan lantanum nitrat
- (D) Kehadiran kumpulan-kumpulan yang menarik elektron dalam molekul akan menambahkan keamatan pendarfluor

(13). Yang mana di antara logam-logam berikut mudah menjadi wap atom dan sesuai ditentukan dalam spektroskopi penyerapan atom tanpa menggunakan nyala

- (A) As
- (B) K
- (C) Hg
- (D) Na

ANGKA GILIRAN:

- (14). Turutan frekuensi sinaran elektromagnet daripada yang paling tinggi kepada yang paling rendah adalah
- (A) sinar X > ultraungu > inframerah > gelombang radio
.... (B) inframerah > sinar X > ultraungu > gelombang radio
.... (C) ultraungu > inframerah > sinar X > gelombang radio
.... (D) gelombang radio > inframerah > sinar X > ultraungu
- .
- (15). Hitung berat AgCl (dalam g) yang dihasilkan dengan memendakkan klorida daripada 1.000 g kalium klorida tulen
- (BM Ag = 107.9, Cl = 35.5, K = 39.1)
- (A) 0.026
.... (B) 0.054
.... (C) 1.922
.... (D) 2.760
- (16). 50.0 ml larutan NaCl 0.100 M dititratkan dengan 0.100 M larutan AgNO_3 . Hitung kepekatan ion klorida $[\text{Cl}^-]$ dalam mmol/L pada titik kesetaraan. ($K_{\text{sp}} \text{ AgCl} = 1 \times 10^{-10}$)
- (A) 5.0×10^{-1}
.... (B) 1.0×10^{-5}
.... (C) 1.0×10^{-10}
.... (D) 5.0×10^{-5}

ANGKA GILIRAN:

- (17). Dalam penentuan kalsium secara kompleksometri, ion kalsium dititratkan dengan larutan piaawai EDTA. Penunjuk yang sesuai digunakan adalah
- (A) Eriskrom hitam T
.... (B) Diklorofluoresin
.... (C) Kalium kromat
.... (D) Matil jingga
- (18). Kompleks ion logam dengan ligan multidentat dikenal sebagai
- (A) kelat
.... (B) kelon
.... (C) kompleks akuo
.... (D) trien
- (19). Yang manakah di antara pernyataan-pernyataan yang tidak benar di dalam melakukan pentitratan pemendakan mengikut kaedah Mohr?
- (A) Dalam larutan lebih beralkali ($\text{pH} > 10$) akan terbentuk mendakan argentum hidroksida
.... (B) Dalam larutan lebih berasid ($\text{pH} < 5$) ion kromat akan terprotonkan
.... (C) Penunjuk Fe^{3+} yang digunakan akan berubah menjadi Fe^{2+} pada titik akhir
.... (D) Jika terlalu banyak penunjuk ditambah, titik akhir akan terjadi sebelum titik kesetaraan

ANGKA GILIRAN:

(20). Yang manakah di antara sebatian-sebatian berikut adalah agen pengkompleks tetapi bukan agen pengkelat?

- (a) NH_3
- (b) H_2O
- (c) I^-
- (d) $\text{H}_2\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$
- (e) EDTA

.... (A) (a), (b) dan (c)

.... (B) (a), (d) dan (e)

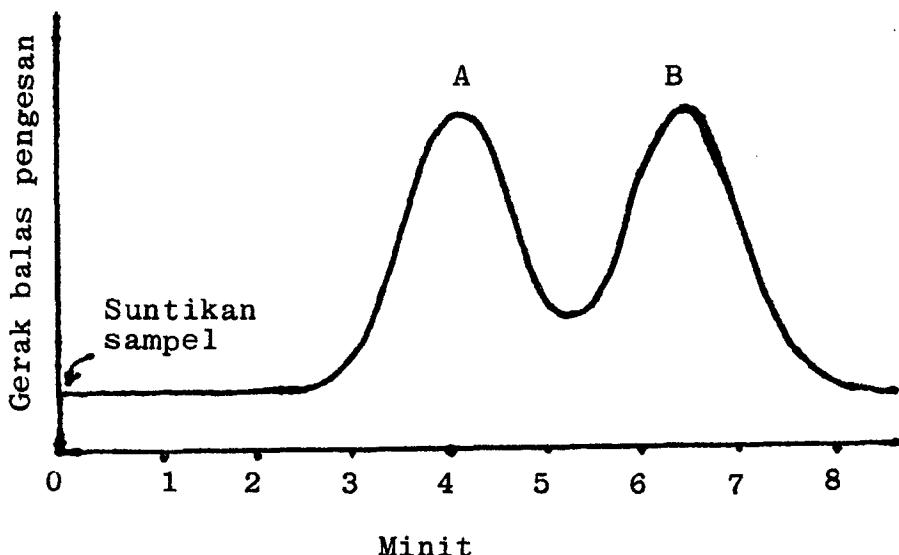
.... (C) (b) dan (c)

.... (D) (a), (b), (c), (d) dan (e)

(20 markah)

...10/-

2. (A) Analisis sesuatu sampel dengan kaedah kromatografi cecair prestasi tinggi menghasilkan kromatogram di bawah.



Kadar aliran fasa gerak = 1 ml/min
Panjang turus = 15 cm
Fasa gerak = asetonitril/air (60/40)

- Hitungkan nombor plat teoritis (n) dan HETP bagi turus ini dengan menggunakan kedua-dua puncak A dan B.
- Hitungkan bezajelas (R) di antara puncak A dan B.
- Bincangkan nilai R yang anda dapati daripada perhitungan dalam (b).

(13 markah)

- (B) Terangkan dengan ringkas faktor-faktor yang mempengaruhi masa retensi.

(7 markah)

...11/-

3. (A) Bincangkan dengan ringkas

- (i) Kepekaan dan had pengesanan
- (ii) Ciri pengesan am yang berguna dalam penilaian pengesan

(10 markah)

(B) Lukiskan satu gambarajah skematik bagi satu alat kromatografi gas-cecair danuraikan fungsi setiap komponennya.

(10 markah)

4. (A) Suatu larutan 1.00×10^{-3} M sulfadoksamina dalam metanol apabila diukur pada 254.0 nm dan 287.5 nm mempunyai daya serap masing-masing 0.374 dan 0.009 dalam sel 0.976 cm panjang. Manakala pirimetamina 2.00×10^{-4} M pula dalam sel dan pelarut yang sama memberikan daya serap 0.019 pada 254.0 nm dan 0.475 pada 287.5 nm. Suatu tablet antimalaria Fansidar, 0.250 g, yang mengandungi kedua-dua sulfadoksamina dan pirimetamina dilarutkan dalam metanol dan dicairkan ke 100 ml. Daya serap larutan tersebut ditentukan dalam sel yang sama memberikan 0.405 pada 254.0 nm dan 0.712 pada 287.5 nm. Kirakan % kepekatan sulfadoksamina dan pirimetamina dalam tablet. (Berat molekul sulfadoksamina = 310 dan berat molekul pirimetamina = 249).

(10 markah)

(B) Lukiskan satu gambarajah skematik bagi satu alat spektrofotofluorimeter danuraikan fungsi setiap komponennya.

(10 markah)

5. (A) Terangkan perbezaan di antara fotometri nyala dan spektrofotometri penyerapan atom.

(10 markah)

- (B) Suatu larutan berair mengandungi plumbum nitrat dan natrium nitrat yang terlarutkan. Plumbum (II) dimendakkan dengan penambahan setitik demi setitik natrium kromat, Na_2CrO_4 sehingga berlebihan.

Jelaskan tentang

- (a) ion terjerap primer dan
(b) ion lawan larutan tersebut

(6 markah)

- (C) Apakah pencernaan? Bagaimana pencernaan boleh membantu mutu sesuatu mendakan.

(4 markah)

6. (A) Penunjuk fenolftalein atau penunjuk metil jingga boleh digunakan dalam petitratan di antara larutan asid hidroklorik dengan larutan natrium hidroksida. Tetapi pada petitratan larutan asid assetik dengan larutan natrium hidroksida, hanya penunjuk metil jingga sahaja yang boleh digunakan.

Jelaskan pernyataan tersebut.

(6 markah)

...13/-

- (B) Suatu sampel telah dianalisis kloridanya secara pentitratan pemendakan kaedah Volhard. Daripada data berikut, hitung peratus klorida dalam sampel

Berat sampel: 314.0 mg

Argentum nitrat yang ditambah: 40.00 ml, 0.1234M
Pentitratan balek dengan tiosianat: 13.20 ml,
0.0930M

(BM: Ag 107.87
N 14.00
O 16.00
Cl 35.45
S 32.06
C 12.01)

(4 markah)

- (C) Apakah bentuk EDTA yang digunakan dalam penyediaan larutan pentitratan?

Mengapakah suatu larutan yang mengandungi ion logam perlu ditampar sebelum pentitratan dengan EDTA.

(6 markah)

- (D) Terangkan dengan ringkas tentang

- (a) oklusi atau pemerangkapan
(b) 'peptization'

(4 markah)