

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA
Peperiksaan Semester Tambahan
Sidang 1989/90
Jun 1990
KAA 311 - Kaedah Pengalatan
Masa : [2 jam]

Jawab sebarang EMPAT soalan.

Hanya EMPAT jawapan yang pertama sahaja akan diperiksa.

Jawab tiap-tiap soalan pada muka surat yang baru.

Kertas ini mengandungi LIMA soalan semuanya (3 muka surat).

1. (a) Lakarkan keluk pentitratan fotometri (plot keserapan lawan isipadu titran) yang diramalkan jika keterserapan molar bagi analit yang dititrat(a), hasil tindak balas(h) dan titran(t) adalah seperti berikut:
- (i) $\epsilon_a = \epsilon_h = 0, \epsilon_t > 0$
 - (ii) $\epsilon_a > \epsilon_t > 0, \epsilon_h = 0$
 - (iii) $\epsilon_h > \epsilon_t > 0, \epsilon_a = 0$ (9 markah)
- (b) Terangkan dengan ringkas bagaimana anda memperolehi spektrum terbitan pertama bagi keserapan menggunakan spektrofotometer panjang gelombang alur dua. (5 markah)
- (c) Bagaimanakah penyebaran sinaran polikromatik yang dihasilkan dengan monokromator prisma berbeza daripada penyebaran dengan monokromator parutan? (7 markah)
- (d) Terangkan kenapa pengesan-pengesan bagi spektrofotometri ultralembayung/nampak tidak boleh digunakan bagi spektrofotometri inframerah. (4 markah)
2. (a) Terangkan dengan ringkas tentang kaedah penyerapan pembezaan yang digunakan bagi sampel-sampel yang mempunyai keserapan kurang daripada 0.1 . Apakah masalah yang dihadapi apabila kaedah penyerapan biasa digunakan bagi sampel-sampel tersebut? (7 markah)

- (b) • Bagi setiap kes campuran A dan B di bawah, pilih samada (1) sebatian A boleh ditentukan dengan menguja A secara terpilih, (2) sebatian A boleh ditentukan dengan hanya menyukat pendarfluor A sahaja atau (3) sebatian A dan B mesti dipisahkan dahulu sebelum penentuan kepekatan A :
- (i) A menyerap daripada 200 hingga 300 nm dan berpendarfluor daripada 300 hingga 380 nm. B menyerap daripada 250 hingga 300 nm dan berpendarfluor daripada 300 hingga 390 nm.
 - (ii) A menyerap daripada 250 hingga 380 nm dan berpendarfluor daripada 380 hingga 460 nm. B menyerap daripada 250 hingga 390 nm dan berpendarfluor daripada 390 hingga 425 nm.
- (6 markah)
- (c) Bagaimanakah tebal sel inframerah ditentukan secara eksperimen?
(6 markah)
- (d) Berikan contoh masing-masing bagi sumber dan pengesan sinaran inframerah dan juga sinaran ultra lembayung.
(6 markah)
3. (a) Terangkan dengan ringkas tiga teknik tentukan yang biasa digunakan dalam kaedah spektroskopi.
(12 markah)
- (b) Terangkan kenapa garam kalium kadangkala ditambah dengan kepekatan yang tinggi kepada larutan sampel dan piawai dalam analisis pemancaran nyala.
(5 markah)
- (c) Dalam kaedah spektrometri nyala yang menggunakan penebula, hampir 90% daripada larutan sampel terbuang dan tidak sampai kepada nyala. Bagaimanakah kaedah elektroterma dapat mengatasi masalah ini? Apakah langkah-langkah utama dalam pengatoman analit menggunakan relau elektroterma?
(8 markah)

.../3-

4. (a) Kenapakah spektrum penyerapan atom lebih sempit daripada spektrum penyerapan molekul? Bagaimanakah ini mempengaruhi keperluan sumber dalam spektroskopi penyerapan atom?
(8 markah)
- (b) 10 mL daripada sampel Ca^{2+} dicairkan dengan 10 mL air dan kehantaran yang disukat bagi larutan ini adalah 70.8%. Kemudiannya 10 mL daripada sampel yang sama dicairkan dengan 10 mL larutan 40 ppm Ca^{2+} dan kehantaran larutan yang terhasil adalah 50.2%. Berapakah kepekatan kalsium dalam sampel tersebut ?
(11 markah)
- (c) Terangkan bagaimanakah lampu deuterium digunakan dalam pembetulan latar belakang bagi spektrum penyerapan atom.
(6 markah)
5. (a) Dua contoh bagi gangguan pengewapan dalam kaedah penyerapan atom adalah pengurangan penyerapan kalsium oleh fosfat dan juga pengurangan penyerapan magnesium oleh kehadiran aluminium. Berikan satu cara gangguan-gangguan ini dapat diatasi melalui pengolahan sampel dan satu lagi cara tanpa pengolahan sampel. Jelaskan bagaimana gangguan-gangguan ini dapat diatasi.
(8 markah)
- (b) Apakah syarat yang membolehkan suatu molekul menyerap sinaran inframerah ?
(5 markah)
- (c) Suatu kaedah yang peka bagi penentuan 3, 4-benzopirena boleh dilakukan dengan menyukat pendarfluor sebatian tersebut dalam larutan asid sulfurik. Panjang gelombang pengujaan yang digunakan adalah 520 nm dan panjang gelombang pemancaran adalah 548 nm. Pemerangkapan 3, 4-benzopirena daripada udara dilakukan dengan melalukan 10 liter udara melalui 10.0 mL larutan asid sulfurik cair. Satu mililiter daripada larutan asid sulfurik tersebut memberi bacaan 33.3 pada fluorometer. Dua larutan piawai yang mengandungi 0.75 μg dan 1.25 μg 3, 4-benzopirena bagi setiap larutan 10.00 mL asid sulfurik masing-masing memberi bacaan 24.5 dan 38.6. Setiap bacaan diambil menggunakan sebanyak 1.00 mL larutan-larutan piawai atau anu dengan sel yang sama. Sampel blank yang tidak mengandungi 3, 4-benzopirena memberi bacaan 3.5. Kiralah berat 3, 4-benzopirena dalam 1 liter udara.
(12 markah)