

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA
Peperiksaan Semester Kedua
Sidang Akademik 1992/93

April

KAA 311 - Kaedah Pengalatan

KAI 311 - Kaedah Pengalatan

[Masa : 2 jam]

Jawab sebarang EMPAT soalan sahaja.

Hanya EMPAT Jawapan yang pertama sahaja akan diperiksa.

Jawab tiap-tiap soalan pada muka surat yang baru.

Kertas ini mengandungi LIMA soalan semuanya (9 muka surat).

-
1. (a) Kehantaran suatu larutan kalium permanganat yang mempunyai kepekatan mangan 3.4 mg L^{-1} Mn adalah 23% pada 522 nm dan 57.5% pada 480 nm. Kira kesan +1% ralat kehantaran terhadap keserapan pada kedua-dua jarak gelombang ini. Nyatakan, dengan beberapa alasan, jarak gelombang yang manakah yang paling baik digunakan bagi analisis larutan permanganat. (522 nm ialah λ_{maks} bagi KMnO_4 , 480 nm ialah pada sisi jalur penyerapan).

(9 markah)

- (b) Penyukatan keserapan akan dilakukan kek atas satu siri larutan akueus kuprum sulfat (0 hingga 0.1 mol L^{-1} , $\lambda_{\text{maks}} = 800 \text{ nm}$, $\epsilon_{\text{maks}} = 20 \text{ m}^2 \text{ mol}^{-1}$). Alatan yang akan digunakan meliputi kawasan 350 hingga 900 nm dan mempunyai spesifikasi cahaya kesasar 1% . Malangnya pengesanan mempunyai kepekaan yang rendah pada jarak gelombang melebihi 700 nm. Terangkan dengan ringkas apakah yang dapat ditawarkan oleh pilihan-pilihan berikut bagi mendapatkan analisis yang mudah dan kepresisan yang tinggi.
- (i) Menambahkan laluan jalur alatan daripada 2 kepada 5 nm untuk memperbaiki kekuatan isyarat,
 - (ii) Mengurangkan panjang laluan sampel daripada 10 kepada 5 nm bertujuan untuk mengecilkan kesan sinaran kesasar,
 - (iii) Mengubahsuai tatacara analisis dan membentuk kompleks kuprum-ammonia dengan $\lambda_{\text{maks}} = 600 \text{ nm}$ dan $\epsilon_{\text{maks}} = 80 \text{ m}^2 \text{ mol}^{-1}$,
 - (iv) Mengubahsuai tatacara analisis dan membentuk kompleks Cu-DEDC dengan $\lambda_{\text{maks}} = 430 \text{ nm}$ dan $\epsilon_{\text{maks}} \approx 10,000 \text{ m}^2 \text{ mol}^{-1}$.

(8 markah)

(c) Suatu analisis berenzim biokimia sedang dilakukan pada 340 nm dengan penyukatan spektrometri. Terangkan dengan ringkas apakah kesan perkara-perkara berikut terhadap keserapan yang disukat:

- (i) Sampel menjadi keruh disebabkan oleh keterlarutan rendah.
- (ii) Sampel secara tidak sengaja diletakkan di dalam satu sel kaca dan bukan sel silika.
- (iii) Sumber tungsten digunakan dan bukan sumber deuterium.
- (iv) pH sistem tindak balas tidak dilaraskan kepada nilai optimum.

(8 markah)

2. (a) Terangkan secara ringkas samada kenyataan-kenyataan berikut tentang kaedah pendarfluor benar atau salah :

- (i) Kecekapan pendarfluor suatu sebatian di dalam suatu larutan dipengaruhi oleh kehadiran sebatian lain.
- (ii) Penswalindapan menyebabkan keamatan pendarfluor mengurang apabila kepekatan bertambah.

- (iii) Pendarfluor dan pemfotouraian adalah proses saingan kerana keduanya menyebabkan pendeaktifan molekul keadaan teruja.
- (iv) Pemfotouraian analit akan mengurangkan keamatan pendarfluor.
- (v) Terdapat dua faktor yang menyebabkan graf kalibrasi keamatan pendarfluor melawan kepekatan melengkung. Faktor-faktor ini ialah kesan penapis dalaman dan penggantungan keamatan pendarfluor ke atas e^{-kcd} .
- (vi) Ungkapan bagi keamatan pendarfluor ialah
$$I_f = \phi_f I_0 (1 - e^{-kcd})$$
.
- (vii) Had pengesanan bagi pendarfluor biasanya 10 kali lebih besar berbanding dengan had pengesanan bagi spektroskopi penyerapan.
- (viii) Di dalam kawasan linear graf kalibrasi pendarfluor, kecerunan adalah bersamaan dengan $\phi_f \epsilon$ bagi alatan tertentu.
- (ix) Kepekaan suatu alatan dinyatakan sebagai "0.005 ng L⁻¹ bagi kuinina" bererti alatan ini dapat merekodkan kepekatan kuinina dengan nisbah isyarat/bisingan bersamaan 50.

(x) Penyahujaan melalui lintasan antara sistem dicapai terutamanya dengan pengenduran getaran.

(20 markah)

(b) Bagaimanakah

(i) calar dan

(ii) cap jari

di atas permukaan optik suatu sel mempengaruhi penyukatan pendarfluor?

(5 markah)

3. (a) 5 mL alikuot air buangan telah dianalisis kandungan kadmiumnya dengan menambahkan jumlah berbeza-beza larutan piawai yang kandungan kadmiumnya diketahui dan larutan dijadikan 10 mL. Gunakan data di bawah untuk menentukan kepekatan kadmium di dalam sampel air asal menerusi plot penambahan piawai.

Cd ditambahkan (mg L ⁻¹)	Keserapan
-----	-----
0.0	0.070
0.2	0.112
0.4	0.156
0.6	0.194

(5 markah)

(b) Yang manakah kaedah spektroskopi atom yang paling sesuai bagi hanya lima analisis berikut ?

(i) Sampel akueus selenium pada paras 10 ng mL^{-1} (ppb).

(ii) Sampel air sungai bagi 20 atau 30 unsur pada paras 0.01 hingga 100 mg L^{-1} (ppm).

(iii) Natrium di dalam cecair badan.

(iv) Besi di dalam sebatian organologam (10%)

(v) Plumbum di dalam debu jalan (0.5%).

(vi) Penentuan aloi berbilang unsur termasuk fosforus.

(vii) Paras surih kadmium di dalam makanan ($< 0.1 \text{ mg kg}^{-1}$).

(viii) Raksa di dalam ikan ($< 0.1 \text{ mg kg}^{-1}$).

(10 markah)

(c) Bandingkan spektrofotometri pemancaran nyala dan penyerapan atom daripada segi alatan, kepekaan dan gangguan.

(10 markah)

4. (a) Bezakan di antara dua jenis monokromator penyebaran yang digunakan di dalam spektrofotometer dan senaraikan kelebihan dan kekurangan setiap monokromator. (6 markah)
- (b) Satu sel kosong menunjukkan 12 puncak gangguan di dalam julat panjang gelombang 6.0 hingga 12.2 μm . Kira panjang laluan sel tersebut (dalam cm). (4 markah)
- (c) Nitrogen dioksida, NO_2 , mungkin wujud sebagai konfigurasi linear, $\text{O}-\text{N}-\text{O}$, atau konfigurasi bengkok. Spektrum inframerah gas NO_2 menunjukkan tiga jalur yang berkeamatan tinggi pada 1616 cm^{-1} , 1323 cm^{-1} dan 750 cm^{-1} . Berdasarkan kepada spektrum ini dan dengan memberikan alasan-alasan yang sesuai, apakah konfigurasi sebenar NO_2 ? (10 markah)
- (d) Suatu larutan 1% w/v heksan-1-ol mempunyai keserapan 0.37 pada 3660 cm^{-1} di dalam sel 1.0 cm. Kira kedayaserapan molar pada frekuensi ini. (5 markah)

5. (a) Amina (bes lemah) membentuk garam dengan asid pikrik (trinitrofenol) dan amina pikrat menunjukkan penyerapan maksimum pada 359 nm dengan kedayaserapan molar sebanyak 1.25×10^4 . Sebanyak 0.200 g sampel anilina ($C_6H_5NH_2$) telah dilarutkan di dalam 500 mL air. Sebanyak 25.0 mL larutan ini telah ditindakbalaskan dengan asid pikrik di dalam kelalang volumetri 250 mL dan dicairkan ke takat isipadu. Sebanyak 10.0 mL alikuot larutan ini dicairkan kepada 100 mL dan keserapan dibaca pada 359 nm di dalam sel 1 cm. Jika keserapan ialah 0.425, berapakah peratus ketulenan anilina ?

(J.M.R. anilina ialah 93.1).

(7 markah)

- (b) Huraikan dengan ringkas satu teknik pembetulan latar belakang di dalam spektroskopi penyerapan atom.

(4 markah)

- (c) Terangkan mengapa pengatom elektroterma menyebabkan kepekaan yang lebih baik di dalam spektrofotometri penyerapan atom ?

(4 markah)

- (d) Seorang ahli kimia analisis mendapati bahawa 1 ppm larutan natrium memberikan isyarat pemancaran nyala sebanyak 110, tetapi larutan yang sama dan mengandungi 20 ppm kalium memberikan bacaan 125. Telah ditentukan bahawa 20 ppm kalium tidak memberikan bacaan blank. Terangkan keputusan ini.

(3 markah)

- (e) Mengapakah sumber garis tajam diperlukan bagi spektroskopi penyerapan atom ?

(3 markah)

- (f) Sebanyak 12 ppm larutan plumbum memberikan isyarat 8% penyerapan. Berapakah kepekaan penyerapan atom ini ?

(4 markah)

ooo000ooo