

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA  
Peperiksaan Semester Kedua  
Sidang 1989/90  
Mac/April 1990  
KAA 311 Kaedah Pengalatan  
KAI 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 (6 muka surat).

---

1. [a] Takrifkan:

- [i] kromofor,
- [ii] penyerapan pemindahan cas, dan
- [iii] bisingan dalam sukatan spektrofotometri.

(6 markah)

[b] Lakarkan kelok-kelok pentitratan spektrofotometri yang terhasil daripada pentitratan-pentitratan di bawah. Abaikan kesan pencairan. Tindak balas pentitratan adalah  $A + B \rightarrow C + D$ .

- [i] Pentitratan larutan B dengan A. B dan C menyerap pada panjang gelombang pentitratan tetapi keterserapan B adalah 2 kali keterserapan C. Komen tentang perbezaan di antara keserapan selepas takat kesetaraan dengan keserapan awal.
- [ii] Pentitratan larutan B dengan A. A dan D menyerap pada panjang gelombang pentitratan tetapi keterserapan A adalah 2 kali keterserapan D. Komen tentang perubahan kecerunan bagi kelok yang terhasil.

(6 markah)

.../2-

[c] Kompleks titanium(IV)-peroksida mempunyai penyerapan maksimum pada 415 nm tetapi kompleks vanadium(V)-peroksida menunjukkan penyerapan maksimum pada 455 nm. Suatu alikuot 50 mL larutan  $1.06 \times 10^{-3}$  M Ti(IV) diolah dengan hidrogen peroksida yang berlebihan dan isipadu akhir diselaraskan kepada 100 mL. Keserapan larutan yang terhasil adalah 0.435 pada 415 nm dan 0.246 pada 455 nm. Suatu alikuot 25 mL larutan  $6.28 \times 10^{-3}$  M vanadium(V) diolah seperti larutan Ti(IV) di atas dan didapati keserapan larutan ini adalah 0.215 pada 415 nm dan 0.377 pada 455 nm.

Suatu alikuot 20 mL campuran anu Ti(IV) dan V(V) diolah seperti larutan-larutan piawai di atas dan dicairkan kepada 100 mL.

Keserapan bagi larutan yang terhasil adalah 0.645 pada 415 nm dan 0.555 pada 455 nm. Semua pengukuran dilakukan dalam sel 1- cm.

Berapakah kepekatan Ti(IV) dan V(V) dalam alikuot asal larutan anu tersebut?

(13 markah)

2. [a] Cadangkan komponen-komponen peralatan khususnya sumber, pemilih panjang gelombang, bekas sampel dan pengesan yang akan digunakan bagi kajian-kajian berikut:

[i] Kajian jalur-jalur penyerapan dalam kawasan 450 hingga 750 nm.

[ii] Penentuan panjang gelombang garisan pemancaran nyala bagi unsur-unsur logam dalam kawasan 200 hingga 780 nm.

[iii] Bagi memperolehi spektrum penyerapan dalam kawasan 2.5 hingga 15  $\mu$ m.

(12 markah)

[b] Suatu monokromator mempunyai parutan echellete 2000 garisan per milimeter dan panjang fokus 0.65 m.

[i] Kira penyebaran linear songsang peralatan tersebut bagi spektrum tertib pertama.

[ii] Jika 3.0 cm daripada parutan yang diterangi sinaran, berapakah kuasa resolusi pada tertib pertama monokromator tersebut?

[iii] Berapakah perbezaan minimum dalam panjang gelombang yang dapat diresolusikan oleh peralatan tersebut pada 560 nm?

(6 markah)

[c] Berikan persamaan yang menghubungkan lebar celahan suatu monokromator dengan lebar jalur. Kenapakah lebar celahan bagi monokromator prisma perlu diubah untuk menghasilkan lebar jalur yang tetap manakala lebar celahan yang hampir tetap boleh digunakan bagi monokromator parutan?

(4 markah)

[d] Suatu sel inframerah menghasilkan 12 puncak gangguan di dalam julat panjang gelombang 6.0 hingga 12.2  $\mu\text{m}$ . Kira panjang laluan sel tersebut.

(3 markah)

3. [a] Suatu penapis gangguan dibina bagi pemencilan jalur penyerapan  $\text{CS}_2$  pada 4.54  $\mu\text{m}$ .

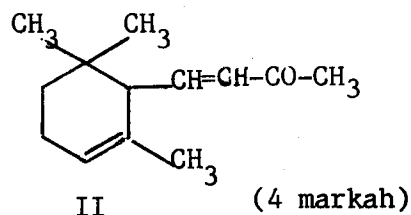
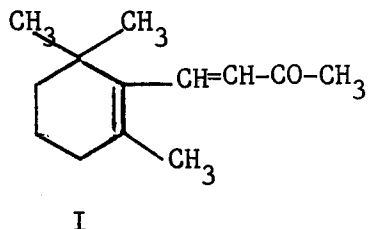
[i] Berapakah tebal lapisan dielektrik (indeks pembiasan 1.34) yang diperlukan pada gangguan tertib pertama?

[ii] Apakah panjang gelombang-panjang gelombang lain yang akan terhantar oleh penapis tersebut?

(4 markah)

.../4-

- [b] Isomer  $\alpha$  bagi suatu sebatian mempunyai puncak penyerapan pada 228 nm ( $\epsilon = 14,000$ ) manakala isomer  $\beta$  sebatian tersebut mempunyai puncak pada 296 nm ( $\epsilon = 11,000$ ). Berdasarkan maklumat yang diberi ini pilih struktur (daripada I atau II) yang sesuai bagi isomer-isomer sebatian tersebut. Berikan alasan bagi pilihan anda.



- [c] Bagaimanakah perkara-perkara di bawah mempengaruhi hasil kuantum pendarfluor suatu sebatian? Terangkan dengan ringkas.

- [i] Pengurangan suhu.
- [ii] Perubahan dalam kepekatan sebatian tersebut.
- [iii] Kelikatan pelarut.
- [iv] penggunaan pelarut yang mengandungi Br atau I.

(8 markah)

- [d] Bagaimanakah pemilihan panjang gelombang pengujaan dan pemancaran yang sesuai dapat mengatasi masalah analisis campuran-campuran berikut tanpa pengolahan sampel:

- [i] Dua sebatian teruja pada panjang gelombang yang sama tetapi berpendarfluor pada panjang gelombang yang berbeza.
- [ii] Dua sebatian teruja pada panjang gelombang yang berbeza tetapi berpendarfluor pada panjang gelombang yang sama.
- [iii] Dua sebatian mempunyai spektrum penyerapan yang bertindih tetapi hanya salah satu daripada sebatian ini berpendarfluor.

(6 markah)

- [e] Apakah perbezaan di antara tatacara memperolehi spektrum pengujaan pendarfluor dengan spektrum penyerapan bagi suatu sebatian?

(3 markah)

4. [a] Jelaskan tentang perbezaan di antara penempatan sampel di dalam spektrofotometer ultralembayung dan di dalam spektrofotometer inframerah. (5 markah)
- [b] Apakah masalah yang dihadapi dalam menggunakan kuvet yang sepadan bagi pelarut dan analit untuk mendapat sukatan di dalam kawasan inframerah? Terangkan dengan ringkas bagaimana masalah tersebut diatasi dalam analisis kuantitatif. (5 markah)
- [c] Kenapakah sisihan peralatan daripada hukum Beer lebih ketara dalam spektroskopi inframerah? (4 markah)
- [d] Anda akan menggunakan spektrofotometer penyerapan atom yang telah dilengkapi dengan penunu pracampur dengan bekalan bahan api dan pengoksidaan yang biasa digunakan. Terangkan bagaimana anda dapat mengatasi masalah-masalah di bawah dengan hanya menyelaraskan spektrofotometer tanpa melakukan sebarang pengolahan sampel.
- [i] Kepekaan rendah yang berpunca daripada pembentukan oksida di dalam nyala.
  - [ii] Gangguan kimia seperti kesan fosfat ke atas penyerapan Ca.
  - [iii] Isyarat daripada garisan sumber terlalu rendah yang menyebabkan bisingan amplifier terlalu tinggi.
  - [iv] Keamatan garisan sumber adalah tinggi dan paras bisingan adalah rendah tetapi nilai keserapan adalah terlalu rendah untuk mendapat bacaan.
- (11 markah)
5. [a] Larutan 12 ppm plumbum menghasilkan isyarat penyerapan atom 30% penyerapan. Berapakah kepekaan penyerapan atom? (2 markah)

[b] Apakah tujuan dilakukan langkah-langkah berikut:-

- [i] Penyelarasan tinggi penunu dalam spektroskopi penyerapan atom.
- [ii] Penyelarasan nisbah bahan api kepada bahan pengoksidaan dalam spektroskopi penyerapan atom.
- [iii] Penambahan sesium atau rubidium kepada sampel dalam spektroskopi pemancaran nyala.
- [iv] Penambahan garam lantanum atau strontium kepada sampel.

(8 markah)

[c] Terangkan proses-proses fizikal atau kimia yang berlaku dalam setiap langkah bagi pengatoman analit menggunakan relau elektroterma.

(7 markah)

[d] Litium dianalisiskan dalam suatu sampel serum dengan spektroskopi pemancaran nyala menggunakan kaedah penambahan piawai. Tiga alikuot 0.500 mL sampel ditambah kepada tiga bahagian air masing-masing sebanyak 5.00 mL . Kepada ketiga-tiga larutan ini ditambah 0, 10.0 dan 20.0  $\mu$ L larutan piawai 0.0500 M LiCl. Isyarat pemancaran bagi ketiga-tiga larutan tersebut adalah masing-masing 23.0, 45.3 dan 68.0 . Berapakah kepekatan litium dalam sampel tersebut dalam unit ppm?

(Jisim formula relatif, LiCl = 42.39).

(8 markah)

ooo000ooo