

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA
Peperiksaan Semester Tambahan
Sidang Akademik 1990/91
Jun 1991
KAA 331 Kaedah Pemisahan
Masa : [3 jam]

Jawab LIMA soalan sahaja. DUA soalan dalam Bahagian A dan TIGA soalan dalam Bahagian B.

Hanya LIMA jawapan pertama sahaja akan diperiksa.

Jawab tiap-tiap soalan pada muka surat yang baru.

Kertas ini mengandungi TUJUH soalan semuanya (4 muka surat).

BAHAGIAN A (Jawab DUA soalan sahaja)

1. (a) Bincangkan dengan ringkas tentang teknik pengekstrakan dalam taburan arus berlawanan.
(10 markah)
- (b) Air kencing manusia mengandungi banyak garam organik dan garam tak organik yang tidak dapat diekstrak oleh suatu pelarut organik tetapi beberapa jujuk organik dapat diekstrak. Cadangkan bagaimana pengekstrakan pelarut dapat digunakan untuk "membersihkan" sampel air kencing apabila kita hendak menganalisis kandungan suatu metabolit drug berbes yang terekstrakan.
(5 markah)
- (c) Sebanyak 90% suatu kelat logam terekstrak apabila isipadu fasa akueus dan isipadu fasa organik yang digunakan adalah sama. Berapa peratuskah kelat logam tersebut akan terekstrak apabila isipadu fasa organik digandadukan?
(5 markah)
2. (a) Bincangkan dengan ringkas tentang teknik pengesanan komponen yang sukar dilihat dalam kromatografi lapisan nipis.
(10 markah)
- (b) Berikan enam kelebihan selulosa asetat berbanding dengan kertas turas sebagai medium penyokong dalam elektroforesis zon.
(6 markah)

.../2-

(c) Nyatakan empat jenis fasa pegun yang digunakan dalam kromatografi kertas.

(4 markah)

3. (a) Bandingkan antara kromatografi sesaran dan kromatografi elusi. Yang manakah lebih sesuai untuk analisis kuantitatif?

(5 markah)

(b) Nyatakan dengan ringkas mengapa puncak-puncak kromatografi menyamai kelok taburan normal.

(5 markah)

(c) Mengapakah kadar alir yang sangat rendah boleh menghasilkan suatu pemisahan kimia yang tidak cekap? Mengapakah kadar alir yang lebih tinggi daripada kadar alir optimum dari persamaan Van Deemter kadang-kadang digunakan?

(5 markah)

(d) Apakah kesan terhadap t_R dan puncak sampel jika jumlah fasa pegun atas penyokong ditambah apabila keadaan lain malar? Mengapakah penyokong kadang-kadang disilanakan?

(5 markah)

BAHAGIAN B (Jawab TIGA soalan sahaja)

4. (a) Senaraikan beberapa sifat yang perlu untuk fasa pegun kromatografi gas (KG). Apakah peraturan umum pemilihan fasa pegun bagi sesuatu jenis sampel?

(5 markah)

(b) Dengan ringkas nyatakan mengapa suatu sampel cecair perlu disuntik dengan segera ke dalam suatu turus KG. Mengapakah kuantiti sampel yang disuntik ke dalam turus rerambut perlu lebih kecil dibandingkan dengan yang disuntik ke dalam turus padat?

(7 markah)

.n./3-

- (c) Kadar alir purata (\bar{u}) suatu turus yang panjangnya 2000 cm ialah 43.6 cm s^{-1} . Sebatian A dan B yang akan dipisahkan masing-masing mempunyai nisbah muatan (k) 6.05 dan 6.12. Dengan menganggap \bar{u} adalah malar disepanjang turus, kirakan berapa jauh (dalam cm) gerakan sebatian B dalam turus bila puncak sebatian A mula keluar daripada turus. Kirakan juga masa penahanan (dalam saat) untuk sebatian-sebatian tersebut.

(8 markah)

5. (a) Nyatakan pengesan KG yang akan anda gunakan bagi analisis berikut:

- (i) Surih racun serangga terklorin dalam satu ekstrak daging burung.
- (ii) Air dalam pelarut organik.
- (iii) Wap benzena terpekat daripada satu sampel udara kilang.

(6 markah)

- (b) Cadangkan satu atau lebih keadaan eksperimen yang sesuai untuk memperbaiki pemisahan KG yang berikut;

- (i) t_R 9.2, 10.3, dan 12.5 min diperoleh untuk sampel dalam turus yang panjangnya 3 kaki pada 120°C . Puncak kromatogram agak lebar
- (ii) dalam satu turus dengan fasa pegun Carbowax 600 sebatian A dan B terpisah elok, tetapi R_s untuk sebatian C dan D sangat rendah. Penambahan dua kali panjang turus tidak memperbaiki R_s dan
- (iii) dalam suatu turus padat OV-1 di atas chromosorb-W pada 80°C , t_R sebatian ialah 2.1, 2.3, 3.4, 7.8, 10.7 dan 13.5 min. Puncak yang terakhir terlalu lebar, tidak sesuai untuk penentuan kuantitatif.

(6 markah)

- (c) Apakah yang dimaksudkan dengan muatan penukaran suatu resin penukar ion? Bagiamanakah resin penukar ion yang lebih moden berbeza muatan penukarannya daripada resin klasik?

(8 markah)

.../4-

6. (a) Sebanyak 200 mL sampel air liat dilalukan menerusi suatu turus penukar kation (bentuk H^+). Turus dielusi dengan air suling dan hasil elusi dititratkan dengan larutan 0.0558 M NaOH. Jika 22.30 mL bes diperlukan untuk mencapai takat akhir fenolftalein, kira keliatan sampel air dalam ppm $CaCO_3$.
(JAR; Ca = 40.08, C = 12.01, O = 15.99)
(4 markah)
- (b) Puncak suatu racun serangga yang mengandungi S sangat sukar untuk dikenal di antara puncak-puncak sampel ekstrak sayuran menggunakan pengesan pengionan nyala (F.I.D.) . Bagaimanakah anda dapat mengatasi masalah ini?
(4 markah)
- (c) Bandingkan KG dan kromatografi pertukaran ion sebagai teknik pemisahan berdasarkan fasa yang terlibat, pengelusi, teknik kuantitatif dan kegunaan tipikal.
(12 markah)

7. (a) Suatu turus yang disediakan menggunakan 2.30 g Sephadex G-100 kering mempunyai had penyisihan atasan, jisim molekul relatif (JMR) 100,000. Dekstran biru (JMR = 2×10^6) terelusi dengan 15.0 mL, dan sorbitol (JMR = 182) terelusi 38.0 mL. Jika kimotripsinogen terelusi 22.3 mL, berapakah isipadu dalaman (V_i) yang tersedia untuk molekul ini?
(8 markah)

- (b) Bilangan plat teori pada pelbagai kadar alir suatu turus KG yang panjangnya 200 cm yang ditentukan menggunakan masa penahanan dan lebar puncak suatu analit, adalah seperti berikut;

\bar{u} (cm s ⁻¹)	N (plat)
50	870
30	1000
0	980

Tentukan \bar{u}_{opt} , H_{min} dan N pada keadaan \bar{u}_{opt} .

(12 markah)

ooo000ooo