

KAA 333 - Kaedah Spektroskopi

[3 jam]

-----  
Jawab LIMA soalan sahaja.

Hanya LIMA jawapan yang pertama sahaja akan diperiksa.

Jawab tiap-tiap soalan pada muka surat yang baru.

Kertas ini mengandungi TUJUH soalan semuanya (8 muka surat).  
-----

1. (a) Bincangkan secara ringkas perkara-perkara berikut :

- (i) Spektrum penyerapan yang didapati dengan menggunakan sinaran ultralembayung atau nampak lebih lebar puncaknya jika dibandingkan dengan spektrum inframerah.
- (ii) Pentitratan spektrometri adalah lebih presis bagi penentuan takat akhir jika dibandingkan dengan menggunakan mata.
- (iii) Molekul yang teruja menghasilkan spektrum jalur, sedangkan atom yang teruja menghasilkan spektrum garis.

(9 markah)

.../2-

- (b) Sebatian A dan B menyerap dalam kawasan ultralembayung. A menunjukkan maksimum penyerapan pada 267 nm ( $a = 157$ ) dan bahu puncaknya pada 312 nm ( $a = 12.6$ ). B mempunyai maksimum penyerapan pada 312 nm ( $a = 186$ ) dan tidak menyerap pada 267 nm. Suatu larutan yang mengandung dua bahan menunjukkan keserapan (menggunakan sel 1.00 cm) 0.726 dan 0.544 masing-masing pada 267 nm dan 312 nm. Berapakah kepekatan A dan B dalam mg/L ?

(7 markah)

- (c) Dua larutan biru yang setiap satunya mengandung hanya satu spesies penyerap memberikan keserapan dalam sel 1.00 cm seperti berikut :

Larutan	A pada 770 nm	A pada 820 nm
1	0.622	0.417
2	0.391	0.240

Adakah larutan ini mengandung bahan yang sama?

Terangkan.

(4 markah)

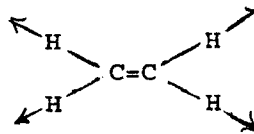
.../3-

2. (a) Nyatakan kriteria yang diperlukan untuk berlakunya penyerapan dalam kawasan inframerah. Apakah jenis-jenis getaran molekul yang dihubungkan dengan penyerapan inframerah?

(5 markah)

- (b) Nyatakan sama ada getaran-getaran berikut akan aktif atau tidak aktif dalam kawasan inframerah :

<u>Molekul</u>	<u>Gerakan</u>
(i) $\text{CH}_3\text{CH}_3$	peregangan C-C
(ii) $\text{CH}_3\text{CCl}_3$	peregangan C-C
(iii) $\text{SO}_2$	peregangan simetri
(iv) $\text{CH}_2\text{CH}_2$	peregangan C-H



(6 markah)

.../4-

(c) Umbai gangguan didapati bagi dua sel yang kosong bagi menentukan panjang laluan. Tentukan panjang laluan sel jika bilangan umbai diantara 1200 dan 1000  $\text{cm}^{-1}$  adalah :

(i) 13

(ii) 6

(6 markah)

(d) Terangkan mengapa spektrometri inframerah sangat berguna bagi analisis kualitatif.

(3 markah)

3. (a) Terbitkan perhubungan diantara kepekatan dengan keamatan pendarfluor daripada hukum Beer. Dibawah keadaan apa, keamatan pendarfluor berkadar dengan kepekatan? Mengapakah plot keluk tentukan pendarfluor molekul menjadi tidak linear pada kepekatan yang tinggi?

(8 markah)

(b) Suatu larutan piawai fenilalanina mengandungi 3.0 mg/100 mL memberikan bacaan pendarfluor 25 unit. Pada fluorometer yang sama, suatu larutan yang tidak diketahui mengandungi fenilalanina memberikan bacaan pendarfluor 21 unit. Kirakan kepekatan fenilalanina dalam larutan yang tidak diketahui itu.

(4 markah)

.../5-

(c) Bagi sesetengah molekul, spektrum penyerapan dan pendarfluor adalah arca cermin diantara satu sama lain. Terangkan.

(4 markah)

(d) Bezakan komponen-komponen asas bagi pengukuran penyerapan molekul dan pengukuran pendarfluor molekul.

(4 markah)

4. (a) Tentukan kepekatan Ca dalam sampel yang mana data yang telah didapati dengan menggunakan spektrometri pemancaran nyala adalah seperti berikut. Larutan piawai Ca mengandungi 1 ug/mL Ca.

Larutan -----	Keamatan relatif -----
20 mL sampel, dicair kepada 25 mL	10.0
20 mL sampel + 1 mL piawai, dicair kepada 25 mL	13.3
20 mL sampel + 2 mL piawai, dicair kepada 25 mL	16.5

(6 markah)

- (b) Terangkan mengapa penambahan sesetengah pelarut organik kepada larutan sampel dapat meninggikan kepekaan dalam kaedah spektrometri nyala.

(3 markah)

.../6-

- (c) Bandingkan spektrometri pemancaran nyala dengan penyerapan atom daripada segi prinsip asas, peralatan, kepekaan dan gangguan.

(11 markah)

5. (a) Terangkan secara ringkas kenyataan berikut :

- (i) Teknik hidrida bagi As dan Se, dan teknik wap sejuk bagi Hg menghasilkan had penentuan penyerapan atom yang lebih baik jika dibandingkan dengan spektrometri penyerapan atom menggunakan penebulaan larutan.
- (ii) Nyala nitrus oksida-asetilena yang bersuhu tinggi kadang-kadang diperlukan dalam spektrometri penyerapan atom.
- (iii) Pengatoman elektroterma dapat meninggikan kepekaan jika dibandingkan dengan pengatoman menggunakan nyala dalam spektrometri penyerapan atom.
- (iv) Pengionan dalam nyala dapat mempengaruhi penentuan unsur tertentu dalam spektrometri pemancaran nyala dan penyerapan atom.

(12 markah)

.../7-

(b) Suatu sampel darah berisipadu 5 mL telah diolah dengan asid trikloroasetik untuk memendakkan protein. Selepas pengemparan, larutan yang terhasil dijadikan pH 3 dan diekstrak dua kali dengan 5 mL metil isobutil keton yang mengandungi agen pengkompleksan plumbum APDC. Ekstrak disemburkan terus ke dalam nyala udara-asetilena dan memberikan keserapan 0.502 pada 283.3 nm. Sebanyak 5 mL alikuot larutan piawai yang mengandungi 0.400 dan 0.600 ppm plumbum diolah dengan cara yang sama dan menghasilkan keserapan 0.396 dan 0.599. Kira ppm plumbum dalam sampel dengan menganggapkan hukum Beer dipatuhi.

(8 markah)

6. (a) Mengapakah, jikapun ada, sangat sedikit penyediaan sampel yang diperlukan dalam pendarfluor sinar-X?

(4 markah)

(b) Tuliskan hubungan peralihan bagi garis  $K_{\alpha 2}$  dan  $K_{\beta 1}$  dalam spektroskopi sinar-X.

(6 markah)

(c) Terangkan mengapa gas lengai tidak termasuk dalam 70 unsur yang dapat dianalisis dengan spektroskopi pemancaran.

(4 markah)

.../8-

- (d) Berikan beberapa faktor penting mengapa punca plasma berganding secara aruhan dan punca plasma arus terus menghasilkan data analisis kuantitatif yang lebih baik jika dibandingkan dengan punca-punca pemancaran yang lain.

(6 markah)

7. (a) Terangkan mengapa hanya ion bercas positif yang direkodkan dalam spektrometer jisim.

(3 markah)

- (b) Bagi suatu ion berjisim  $m$ , bercas  $e$  dan berhalaju  $v$ , terbitkan suatu persamaan bagi menentukan nilai  $m/e$  yang dihasilkan dalam spektrometer jisim. Daripada nilai-nilai  $m/e$ , terangkan bagaimana spektrum jisim boleh didapati.

(7 markah)

- (c) Bagi jarak penerbangan 100 cm dalam spektrometer jisim masa penerbangan, berapakah perbezaan masa ketibaan diantara ion-ion  $m/e = 44$  dan  $m/e = 43$  apabila voltan pemecutan adalah 2800 V? ( $e = 1.6 \times 10^{-19}$  C).

(6 markah)

- (d) Apakah kombinasi-kombinasi C, H dan N yang boleh didapati bagi ion  $m/e = 43$ ?

(4 markah)

oooOooo