

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA
Peperiksaan Semester Pertama
Sidang 1995/96
Oktober/November 1995
KAA 333 Kaedah Spektroskopi
[Masa: 3 jam]

Jawab LIMA soalan.

Hanya LIMA jawapan yang pertama sahaja akan diperiksa.

Jawab tiap-tiap soalan pada muka surat yang baru.

Kertas ini mengandungi TUJUH soalan semuanya (7 muka surat).

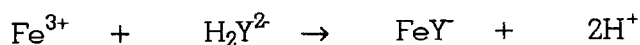
1. (a) Suatu sampel anu keluli seberat 1.000 g dicairkan di dalam asid nitrik dan mangan dioksidakan kepada permanganat oleh kalium persulfat. Larutan yang terhasil kemudiannya di cairkan kepada 500 mL di dalam kelalang volumetri. Suatu sampel keluli piawai daripada National Bureau of Standards seberat 0.658 g yang telah disahkan mengandungi 0.31 % Mn diolah dengan cara yang sama. Keserapan sampel keluli anu adalah 1.79 kali lebih tinggi daripada keserapan sampel keluli piawai. Kira peratus Mn di dalam sampel anu keluli. Jisim atom relatif bagi Mn ialah 54.938.

(8 markah)

- (b) Maklumat tentang pembentukan kompleks Fe(III) dan Cu(II) dengan EDTA serta pemalar pembentukannya adalah seperti berikut:



Hanya CuY^{2-} yang menyerap pada 750 nm di antara bahan-bahan dan hasil-hasil tindak balas pengkompleksan tersebut. Terangkan dengan ringkas bagaimana Cu(II) boleh digunakan sebagai penunjuk bagi pentitratan fotometri Fe(III) dengan larutan EDTA, H_2Y^{2-} . Tindak balas bagi pentitratan ini adalah:



(5 markah)

- (c) Jelaskan tentang monokromator echelle. Bagaimanakah monokromator ini berbeza daripada monokromator yang menggunakan parutan echelle?

(7 markah)

2. (a) Kedua-dua bentuk asid dan bes suatu penunjuk pH, HA, pada kepekatan 10^{-4} M menyerap sinaran. Keserapan adalah masing-masing 0.3 dan 0.2 pada 450 nm dan 650 nm bagi larutan zat penunjuk pada pH 1. Pada pH 12, keserapan adalah masing-masing 0.1 dan 0.8 pada 450 nm dan 650 nm. Kuvet 2 cm digunakan bagi semua sukatan. Keserapan larutan penunjuk pada pH 5 adalah masing-masing 0.2 dan 0.5 pada 450 nm dan 650 nm. Berapakah pK_a bagi penunjuk pH tersebut?

(12 markah)

- (b) Kenapakah penyimpangan daripada Hukum Beer lebih ketara bagi spektroskopi penyerapan dalam kawasan inframerah dibandingkan dengan kawasan ultra lembayung dan nampak?

(5 markah)

- (c) Suatu sel inframerah menghasilkan 12 puncak gangguan di dalam julat panjang gelombang 6.0 hingga 12.2 μm . Kira panjang laluan sel tersebut.

(3 markah)

3. (a) Bagaimanakah pemilihan panjang gelombang pengujian 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)

- (b) Kandungan ion fluorida di dalam suatu sampel air perlu ditentukan. Berdasarkan maklumat yang diberikan di bawah, cadangkan suatu kaedah bagi penentuan kandungan ion fluorida di dalam suatu sampel air menggunakan teknik pendarfluor.

Kompleks aluminium dengan reagen Alizarin Garnet R adalah suatu kompleks yang berpendarfluor dengan kuat. Diketahui bahawa ion fluorida akan bertindakbalas dengan kompleks tersebut untuk menghasilkan AlF_6^{3-} . Ion AlF_6^{3-} dan reagen Alizarin Garnet R yang tidak berkompleks tidak berpendarfluor.

(7 markah)

- (c) Lakarkan gambarajah skematik yang menunjukkan komponen-komponen asas bagi spektrofotometer inframerah alur ganda dua. Berikan contoh tertentu bagi setiap komponen asas.

(7 markah)

4. (a) Suatu sampel racun serangga seberat 6.81 g diuraikan dengan pencernaan basah dan dicairkan kepada 200.0 mL di dalam kelalang volumetri. Penentuan kandungan kuprum di dalam sampel tersebut dilaksanakan dengan kaedah penambahan piawai. Data analisis adalah seperti berikut:

	Isipadu sampel yang digunakan, mL	Isipadu reagen yang digunakan, mL			Keserapan, A pada 545 nm (sel 1.00 cm)
		Larutan $3.00 \mu\text{g/mL Cu}^{2+}$	Larutan ligan	Air	
I	50.0	0.00	20.0	30.0	0.376
II	50.0	4.00	20.0	26.0	0.697

Berapakah peratus kuprum di dalam sampel racun tersebut?
(10 markah)

- (b) Spektrum pemancaran daripada lampu katod berongga bagi molibdenum didapati mempunyai puncak yang tajam pada 313.3 nm jika arus lampu adalah kurang daripada 50 mA. Pada arus yang lebih tinggi, puncak tersebut menunjukkan suatu minimum pada puncak pemancarannya. Terangkan fenomenon ini.

(5 markah)

- (c.) Terangkan kenapa kaedah pemancaran atom dengan sumber plasma berganding secara aruhan lebih sesuai bagi analisis berbagai unsur daripada kaedah penyerapan atom nyala.

(5 markah)

5. (a) Lakarkan gambarajah blok yang menunjukkan komponen-komponen spektrometer jisim. Nyatakan fungsi setiap komponen tersebut.
(6 markah)
- (b) Bagaimanakah penganalisis pemfokusan tunggal dan penganalisis pemfokusan ganda dua bekerja? Bandingkan resolusi yang diperolehi oleh kedua-duanya.
(10 markah)
- (c) Dalam spektrometer jisim masa penerbangan, apakah perbezaan masa penerbangan di antara ion, $m/z = 44$ dan ion, $m/z = 43$? Voltan pemecutan ialah 2800 V dan jarak penerbangan ialah 100 cm.
(4 markah)
6. (a) Apakah prinsip asas bagi kaedah pendarfluor sinar-X? Bagaimana pula ini berbeza dengan pendarfluor molekul dalam kawasan ultralembayung dan nampak?
(8 markah)
- (b) Suatu bahan anu dianalisis menggunakan spektrometer pendarfluor sinar-X-Hablur mika yang mempunyai ruangan kekisi 9.984 \AA digunakan sebagai hablur penganalisis. Pemantulan diperhatikan pada sudut (2θ), $9^\circ 34'$, $12^\circ 8'$, $19^\circ 12'$, $24^\circ 24'$ dan $38^\circ 58'$. Kira panjang gelombang garisan-garisan pendarfluor dan kenalpasti unsur-unsur dalam bahan anu tersebut. Sila gunakan jadual 1 sebagai rujukan.
(12 markah)
7. (a) Bagaimanakah pembetulan latar belakang berdasarkan kesan Zeeman dilakukan dalam spektroskopi penyerapan atom?
(6 markah)

- (b) Kepekaan pengatoman elektroterma lebih tinggi daripada pengatoman nyala tetapi kepresisan relatif lebih rendah. Jelaskan kenapa.
(6 markah)
- (c) Suatu siri larutan piawai strontium masing-masing mengandungi $1000 \mu\text{g mL}^{-1}$ kalium telah disediakan dan digunakan untuk memperoleh kelok tentukan keserapan strontium pada panjang gelombang tertentu. Jelaskan kesan langkah-langkah di bawah ke atas kecerunan kelok tentukan yang diperolehi:
- (i) Nyala udara-asetilena digantikan dengan nyala nitrus oksida-asetilena.
- (ii) Kandungan kalium ditingkatkan kepada $10,000 \mu\text{g mL}^{-1}$ bagi siri larutan piawai strontium tersebut.

(8 markah)

oooOOOooo

LAMPIRAN:

Jadual 1

Unsur	Pinggir penyerapan K(Å)	Kβ(Å)	Kα ₁ (Å)	Pinggir penyerapan L _{III} (Å)	Lα ₁ (Å)
Magnesium	9.54	9.558	9.889	247.9	251.0
Titanium	2.50	2.514	2.748	27.37	27.39
Kromium	2.070	2.085	2.290	20.7	21.67
Mangan	1.895	1.910	2.102	19.40	19.45
Kobalt	1.607	1.621	1.789	15.93	15.97
Nikel	1.487	1.500	1.658	14.58	14.57
Kuprum	1.380	1.392	1.541	13.29	13.33
Zink	1.283	1.295	1.435	12.13	12.26
Molibdenum	0.620	0.632	0.709	4.912	5.406
Argentum	0.484	0.497	0.559	3.698	4.154
Tungsten	0.178	0.184	0.209	1.215	1.476
Platinum	0.158	0.164	0.186	1.072	1.313