

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA
Peperiksaan Semester Pertama
Sidang 1990/91

Oktober/November 1990

KAA 333 Kaedah Spektroskopi

Masa : [3 jam]

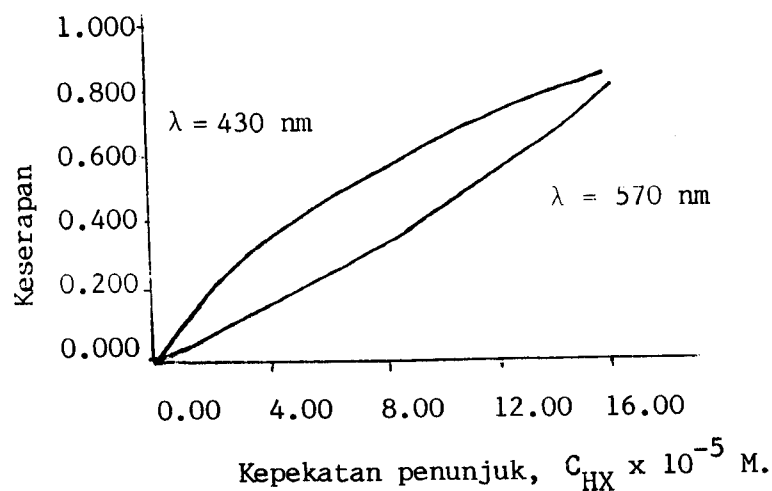
Jawab LIMA soalan; EMPAT dari Bahagian A dan SATU dari Bahagian B.

Jawab tiap-tiap soalan pada muka surat yang baru.

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

BAHAGIAN A

1. [a] Plot keserapan suatu siri larutan penunjuk HX pada pelbagai kepekatan pada $\lambda = 430 \text{ nm}$ dan $\lambda = 570 \text{ nm}$ diberikan dalam Rajah 1. Larutan-larutan HX tersebut tidak ditampakan. Terangkan kenapa terdapat sisihan daripada hukum Beer bagi plot-plot tersebut.



RAJAH 1

[5 markah]

- [b] Berikan tiga jenis ketidakpastian dalam menyukat kehantaran melalui suatu sampel dan nyatakan juga satu contoh bagi sumber setiap jenis ketidakpastian tersebut.

[6 markah]

.../2-

- [c] Andaikan bahawa M dan N dalam suatu campuran bertindakbalas dengan T secara berperingkat iaitu dengan membentuk MT dahulu dan NT kemudiannya. Lakarkan kelok pentitratan spektrofotometri yang diramalkan jika keserapan disukat pada panjang gelombang di mana hanya M dan NT menyerap.
(4 markah)
- [d] Apakah kebaikan spektrofotometer dua alur dibandingkan dengan spektrofotometer alur tunggal?
(5 markah)
2. [a] Nyatakan dengan ringkas kegunaan spektroskopi akustik.
(3 markah)
- [b] Suatu larutan mempunyai keserapan 0.450 di dalam sel 1.00 cm apabila disukat dengan air suling sebagai rujukan. Suatu blank reagen di dalam sel yang sama mempunyai keserapan 0.068 dengan air suling sebagai rujukan. Kira keserapan larutan tersebut apabila disukat merujuk kepada blank reagen.
(6 markah)
- [c] Suatu monokromator mempunyai spesifikasi berikut:
penyebaran linear songsang, 2.5 nm mm^{-1} ; panjang fokus, 0.30 m; angka-F, 6.0; ketumpatan lurah, 1200 lurah per milimeter.
- [i] Kira penyebaran bersudut dan penyebaran linear monokromator tersebut.
- [ii] Jika suatu sinaran pada 500 nm ditujukan pada sudut 20.0° , kira sudut pembelauan pada tertib pertama.
(6 markah)
- [d] Bagaimanakah parutan replika dihasilkan?
(5 markah)
3. [a] [i] Lakarkan gambarajah blok bagi spektrofluorometer.
[ii] Apakah perbezaan utama dalam susunan komponen-komponen asas di antara spektrofluorometer dengan spektrofotometer? Jelaskan kenapa wujud perbezaan tersebut.
(6 markah)
- [b] Bagi pepejal tertentu, tidak wujud sebarang pelarut sesuai yang lutsinar terhadap sinaran inframerah. Apakah cara-cara memperolehi spektrum inframerah pepejal berkenaan?
(4 markah)
- .../3-

[c] Suatu sampel ubat seberat 4.80 g dikisar sehingga menjadi serbuk halus. Dua bahagian sampel tersebut masing-masing seberat 0.135 g dilarutkan di dalam asid cair dan kemudian dimasukkan ke dalam kelalang volumetri 50-mL, A dan B. 5.00 mL larutan 40.0 ppm Mn^{2+} ditambah kepada kelalang A dan kemudian kedua-dua kelalang diisi dengan air suling hingga ke tanda. Penyerapan mangan bagi larutan-larutan A dan B disukat dengan menggunakan spektrometer penyerapan atom dan adalah masing-masing 0.372 dan 0.642.

[i] Kira peratus Mn dalam sampel asal.

[ii] Teknik tentukan apakah yang digunakan dalam analisis ini?

[10 markah]

4. [a] Terangkan dua faktor yang menyebabkan plot keamatan pendarfluor melawan kepekatan menunjukkan suatu maksimum pada kepekatan tinggi.

(6 markah)

[b] Bagaimanakah keperluan sumber dan pengesan bagi spektroskopi inframerah berbeza daripada spektroskopi ultralembayung-nampak?

(6 markah)

[c] Bincangkan langkah-langkah dalam analisis kandungan kuprum suatu sampel hati lembu menggunakan spektroskopi penyerapan atom.

(8 markah)

5. [a] Suatu siri larutan piawai strontium masing-masing mengandungi 1000 $\mu\text{g mL}^{-1}$ kalium telah disediakan dan digunakan untuk memperolehi 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)

[b] Lakarkan gambarajah bagi sumber plasma arus terus (dc). Tunjukkan kawasan pemerhatian pemancaran bagi plasma tersebut.

(6 markah)

[c] Bagaimanakah kaedah-kaedah pemancaran atom dengan sumber plasma berganding secara aruhan lebih sesuai bagi analisis berbagai unsur daripada kaedah penyerapan atom nyala?

(6 markah)

BAHAGIAN B

6. [a] Terangkan bagaimana kaedah analisis jisim menggunakan masa penerbangan dan caturkutub berkerja. Nyatakan kebaikan dan penghadan setiap kaedah ini. (10 markah)
- [b] Berapakah resolusi yang diperlukan bagi analisis kualitatif berdasarkan puncak induk bagi tridekilbenzena dan fenil undekilketon? Puncak induk spektrum jisim tridekilbenzena dan fenil undekilketon adalah masing-masing 260.2504 dan 260.2140. (3 markah)
- [c] Kiralah keupayaan pengujian genting bagi siri-siri K dan L untuk Al jika penyerapan tepi K dan tepi L₁₁₁ adalah masing-masing 7.951°A dan 170 °A. Berapakah panjang gelombang garisan K_{α1} bagi unsur tersebut? (7 markah)

7. [a] Dua cara yang boleh digunakan untuk pengionan dan penyerpihan molekul untuk spektrometri jisim ialah kaedah hentaman elektron dan punca bunga api. Terangkan operasi kedua-dua kaedah ini serta nyatakan kebaikan masing-masing. (8 markah)

- [b] Lukisan minyak boleh dipastikan keasliannya dengan mengkaji komposisi pigmennya dengan menggunakan kaedah pendarfluor sinar-x. Dengan menggunakan hablur ammonium dihidrogen fosfat (d = 5.325) ciri spektrum sinar-x dan keamatan relatifnya (nombor dalam kurungan) diperolehi:

<u>Lapisan putih atas, 2θ</u>	<u>Lapisan putih bawah, 2θ</u>
27.3° (8)	33.7° (12)
29.9° (60)	36.8° (100)
54.6° (4)	73.6° (2)
59.8° (18)	

Adakah lukisan tersebut dihasilkan sebelum atau selepas terdapatnya pigmen titanium putih?. Bagi Ti, K_β = 2.53 A°, K_{α1} = 2.75°A; bagi Ca, K_β = 3.10 A°, K_{α1} = 3.28 A°.

(8 markah)

- [c] Terangkan dengan ringkas bagaimana anda boleh menentukan ketebalan lapisan zink di atas substrat besi dengan menggunakan kaedah pendarfluor sinar-x.

(4 markah)

oooo0000oooo