

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Semester Pertama

Sidang Akademik 1993/94

Oktober/November 1993

**KAA 333 - Kaedah Spektroskopi**

[Masa : 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 (7 muka surat).  
-----

1. (a) Pemilihan suatu panjang gelombang tertentu adalah kritis di dalam analisis spektroskopi optik. Jelaskan bagaimana suatu pemilih panjang gelombang penyebaran membantu alatan memperoleh panjang gelombang ini.

(10 markah)

- (b) Bisingan putih dan tembak merupakan dua bisingan yang kerap menghasilkan isyarat latar belakang dalam alatan spektroskopi. Terangkan bagaimana anda membendung gangguan ini dalam analisis anda.

(10 markah)

2. (a) Dengan ringkas bandingkan spektrometri inframerah dan ultralembayung-nampak dari segi alatan dan analisis.

(10 markah)

[KAA 333]

(b) Dalam hal-hal yang berikut nyatakan sama ada terjadi penyimpangan positif, negatif atau tiada penyimpangan daripada hukum Beer;

(i) bahan menyerap ialah suatu asid lemah yang sukar mengurai,

(ii) bahan menyerap ialah suatu kation yang berkeseimbangan dengan asid lemah dan

(iii) suatu logam yang ditentukan menggunakan suatu reagen yang menghasilkan warna.

Kesemua di atas disukat dengan suatu fotometer dan penapis kaca yang sesuai. Jelaskan jawapan anda.

(10 markah)

3. (a) Apakah kriteria yang membolehkan sesetengah sebatian organik dan organologam sangat berpendarfluor dibandingkan dengan yang lainnya? Mengapakah analisis sebatian-sebatian ini lebih baik menggunakan spektrofluorometer berbanding dengan spektrometri ultralembayung-nampak?

(10 markah)

- (b) Dengan ringkas nyatakan beberapa faktor yang menyebabkan pelindapan pendarfluor dan berikan suatu contoh analisis kuantitatif yang menggunakan kejadian pelindapan.

(10 markah)

4. (a) Nyatakan perbezaan dari segi prinsip dan alatan di antara spektrometri pemancaran nyala dan spektrometri penyerapan atom.

(10 markah)

- (b) Satu daripada kelemahan spektrometri penyerapan atom relau grafit ialah penyerapan latar belakang yang agak serius. Masalah ini boleh diminimumkan dengan menggunakan sama ada pembedahan latar belakang Zeeman atau Smith-Hieftjie. Jelaskan perbezaan di antara kedua-dua pembedahan ini.

(10 markah)

5. (a) Kandungan ferum di dalam suatu sampel boleh ditentukan sama ada dengan menggunakan spektrometri molekul ultra-lembayung-nampak atau spektrometri penyerapan atom. Bandingkan kedua-dua kaedah ini dari segi kepekaan dan kepilihan. Sila jelaskan jawapan anda menggunakan contoh-contoh yang sesuai.

(10 markah)

(b) Kandungan nikel di dalam air sungai akan ditentukan dengan menggunakan spektrometri penyerapan atom nyala. Oleh kerana kepekatan nikel dalam sampel tersangat rendah, prapemekatan perlu dilakukan terlebih dahulu. Nikel dalam sampel di prapekat menggunakan suatu turus resin penukar kation dalam bentuk natrium. Sejumlah 10 L sampel air sungai dilalukan di dalam turus. Semua kation termasuk nikel telah menggantikan tempat natrium. Asid perklorik kemudiannya dilalukan dalam turus untuk membebaskan nikel daripada resin. Larutan yang terkumpul (hasil elusi) dicairkan sehingga 50.00 mL. Satu siri 10 mL alikuot larutan ini ditambah dengan sejumlah larutan piawai  $\text{Ni}(\text{ClO}_4)_2$  mengandungi  $0.0700 \times 10^{-6}$  g Ni per mL dan seterusnya disedut ke dalam nyala. Hasil analisis berikut diperoleh pada 232.0 nm, dalam sebutan ketinggian puncak isyarat perakam;

10 mL anu		20 mm
10 mL anu	+ 5 mL piawai	48 mm
10 mL anu	+ 10 mL piawai	76 mm
10 mL anu	+ 15 mL piawai	104 mm

Kirakan kepekatan nikel dalam air sungai tersebut, dalam bahagian per  $10^9$ .

(10 markah)

6. (a) Kaedah spektrometri pemancaran arka-bunga api bolehlah dianggap ketinggalan zaman. Ianya lebih banyak digunakan untuk analisis kualitatif unsur-unsur logam di dalam kilang keluli.

Nyatakan sejauh mana anda bersetuju dengan kenyataan di atas.

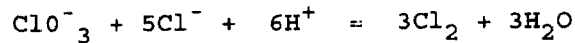
(10 markah)

- (b) Spektrometri pemancaran nyala untuk analisis unsur dianggap 'inferior' berbanding dengan spektrometri penyerapan atom sehinggalah terciptanya sumber plasma, terutamanya plasma berganding aruhan.

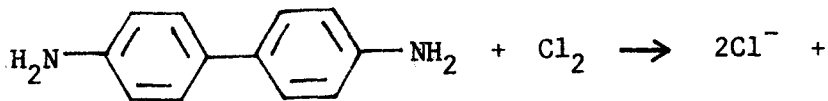
Jelaskan kenyataan di atas.

(10 markah)

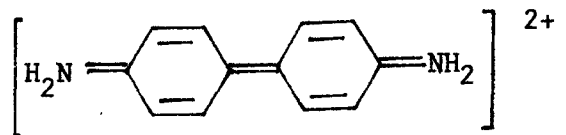
7. E.A. Burns (Anal. Chem. 32,1800(1960)) melaporkan bendasing klorat dalam ammonium perklorat (suatu komponen bahan bakar roket) boleh ditentukan menggunakan spektrometri ultralembayung-nampak. Ini berasaskan penurunan klorat kepada klorin bebas;



Klorin seterusnya bertindak balas dengan benzidin (I) dan menghasilkan (II), suatu sebatian berwarna yang menyerap maksimum pada 438 nm.



(I)



(II)

Percubaan menggunakan larutan piawai  $\text{KClO}_3$  menunjukkan suatu kelok linear (pada keadaan percubaan) diperoleh menerusi persamaan;

$$A = (1.17 \times 10^3) c - 0.186$$

yang mana  $c$  ialah kepekatan molar  $\text{KClO}_3$  dan ketebalan sel  $b$  ialah 1.0 sm. Terangkan;

- (a) Mengapa (II) adalah larutan berwarna manakala (I) tidak?

- (b) Apakah warna larutan (II) dan warna penapis kaca yang sesuai digunakan untuk penentuannya?
- (c) Apakah analisis ini mematuhi hukum Beer?
- (d) Sebutan '-0.186' dianggap disebabkan bendasing di dalam reagen bersifat penurunan. Mengapakah ini menghasilkan sebutan negatif?
- (e) Suatu sampel  $\text{NH}_4\text{ClO}_4$  komersial (6.000 g) ditindakbalaskan dengan reagen yang dimaksudkan diatas dan dicairkan kepada 100.0 mL. Sebahagian daripada larutan ini menunjukkan keserapan 0.450 di dalam kuvet 1.0 sm pada 438 nm. Kirakan kepekatan  $\text{NH}_4\text{ClO}_3$  di dalam  $\text{NH}_4\text{ClO}_4$  dalam sebutan peratus mol.  
(Jisim atom relatif N, 14.00; H, 1.00; Cl, 35.45; O, 15.99).

(20 markah)

oooOOOooo