

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Semester Pertama

Sidang Akademik 1996/97

Oktober /November 1996

KAA 431/3 - Kaedah Elektroanalisis

Masa : (3 Jam)

Jawab sebarang **LIMA** soalan.

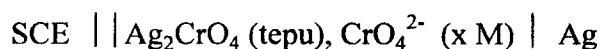
Hanya LIMA jawapan yang pertama sahaja akan diperiksa.

Jawab setiap soalan dalam buku jawapan yang baru

Kertas ini mengandungi TUJUH soalan semuanya dan lampiran. (11 muka surat).

[Maklumat-maklumat penting seperti jadual penurunan piawai , formula elektrokimia dan lain-lain dilampirkan bersama].

1. (a) (i) Sel berikut digunakan bagi penentuan $pCrO_4$:



Kira $pCrO_4$ apabila keupayaan sel ialah 0.402 V.

(ii) Simbol garisan dubel menegak di dalam sel di bahagian (i) di atas membawa erti titian garam. Jelaskan bagaimana titian garam boleh mengatasi masalah keupayaan simpangan cecair yang boleh memberikan ralat kepada bacaan keupayaan sel.

(12 markah)

- (b) Satu sampel racun serangga seberat 3.67 g diuraikan di dalam larutan asid dimana sebarang As(V) diturunkan kepada As(III). Ia kemudiannya dicairkan di dalam kelalang volumetri kepada 250 mL. Satu alikuot, 5 mL, di ambil dan dimasukkan ke dalam 125 mL larutan 0.05 M KI yang ditampankan kepada pH 7. Pentitratan kulometri kemudiannya dilakukan menggunakan I_3^- melalui penjanaan elektro yang mengoksidakan arsenik kepada As(V). Proses ini memerlukan 287 saat pada arus 24.25 mA untuk mencapai takat akhir kanji-iodin. Kira peratus As_2O_3 di dalam racun serangga tersebut.
- (9 markah)
- (c) Terangkan bagaimana lapisan ganda dua elektrik boleh mempengaruhi analisis voltametri.
- (6 markah)
4. (a) Sekiranya 300 mL, 0.1 M $CuSO_4$ dielektrolisiskan menggunakan katod dengan keluasan permukaannya 250 cm^2 dan arus permulaan 5 A, berapa lamakah masa yang diperlukan bagi mengeluarkan 99.99 % kuprum daripada larutan tersebut ?
- (7 markah)
- (b) Berdasarkan persamaan Cottrel dibawah, terbitkan persamaan Illkovic yang menjadi asas analisis kuantitatif untuk polarografi.

$$I_t = nFAC (D/\pi t)^{1/2}$$

n = bilangan elektron terlibat

F = pemalar Faraday, 96487 C

C = kepekatan analit, mmol/L

D = pekali pembauran, $\text{cm}^2\text{ s}^{-1}$

t = masa, saat

(13 markah)

- (b) Satu analisis polarografi telah dilakukan bagi mencari kandungan pencemar plumbum (Pb) di dalam satu sampel logam zink (Zn). Sebanyak 9.440 g sampel Zn telah dilarutkan di dalam asid nitrik dan kemudiannya disejatkan hingga kering. Residu yang diperolehi di larutkan di dalam air dan larutan yang terhasil dicairkan tepat kepada 250 mL dengan larutan KCl agar kepekatan akhir KCl menjadi 1 M. Sebanyak 25 mL alikuot sampel ini bersama 5.00 mL alikuot larutan piawai 0.00968 M Cd (II) dipipetkan ke dalam sel polarografi. Polarogram yang diperolehi memberikan nisbah arus pembauran Pb(II) kepada Cd(II) sebagai 1.76. Polarogram larutan yang mengandungi 0.00532 M Pb(II) dan 0.00422 M Cd(II) memberikan nisbah arus pembauran 1.22. Kira peratus berat Pb di dalam sampel zink sekiranya nisbah pekali pembauran kedua-dua logam tersebut adalah 1.

(10 markah)

- (b) Satu proses elektrolisis industri memerlukan bahan mentah pada kos RM 1.00 per kilogram produk dan kos tenaga kerja dan kapital pada RM 5.00 per sel elektrolisis per hari (tidak bergantung samaada ada atau tidak produk yang terhasil). Keupayaan sel untuk i (arus) > 1 A ialah:

$$E = E_0 + \beta \log i + iR$$

dimana $\beta = 1.0$ V , $R = 0.10 \Omega$ dan $E_0 = 1.50$ V. Kos kuasa elektrik ialah RM 0.10 per kilowatt-jam.

- (i) Apakah nilai arus optimum per sel untuk kos minimum per kilogram produk ? Anggaphlah 50 g produk dihasilkan per Faraday cas yang mengalir dan keberkesanan arus ialah 100% manakala loji beroperasi 24 jam sehari.
- (ii) Berapakah pengeluaran per sel per hari ?
- (iii) Berapakah kos per kilogram bahan mentah, kapital dan tenaga kerja dan tenaga elektrik ?
- (iv) Sekiranya kos per kilowatt-jam meningkat dua kali ganda , apakah nilai arus optimum ?
- (v) Apakah pula jadinya jumlah keseluruhan kos produk ?
(10 markah)

oooOOOooo

LAMPIRAN:

Jadual Berkala

Kumpulan																		
I	II											III	IV	V	VI	VII	VIII	
		1.0 H 1																4.0 He 2
6.9 Li 3	9.0 Be 4	a = jisim atom relatif (<i>relative atomic mass</i>) X = simbol atom (<i>atomic symbol</i>) b = nombor atom (<i>atomic number</i>)										10.8 B 5	12.0 C 6	14.0 N 7	16.0 O 8	19.0 F 9	20.2 Ne 10	
23.0 Na 11	24.3 Mg 12											27.0 Al 13	28.1 Si 14	31.0 P 15	32.1 S 16	35.5 Cl 17	39.9 Ar 18	
39.1 K 19	40.1 Ca 20	45.0 Sc 21	47.9 Ti 22	50.9 V 23	52.0 Cr 24	54.9 Mn 25	55.8 Fe 26	58.9 Co 27	58.7 Ni 28	63.5 Cu 29	65.4 Zn 30	69.7 Ga 31	72.6 Ge 32	74.9 As 33	79.0 Se 34	79.9 Br 35	83.8 Kr 36	
85.5 Rb 37	87.6 Sr 38	88.9 Y 39	91.2 Zr 40	92.9 Nb 41	95.9 Mo 42	— Tc 43	101 Ru 44	103 Rh 45	106 Pd 46	108 Ag 47	112 Cd 48	115 In 49	119 Sn 50	122 Sb 51	128 Te 52	127 I 53	131 Xe 54	
133 Cs 55	137 Ba 56	La to Lu	178 Hf 72	181 Ta 73	184 W 74	186 Rc 75	190 Os 76	192 Ir 77	195 Pt 78	197 Au 79	201 Hg 80	204 Tl 81	207 Pb 82	209 Bi 83	— Po 84	— At 85	— Rn 86	
— Fr 87	— Ra 88	Ac to Lw																

139 La 57	140 Ce 58	141 Pr 59	144 Nd 60	— Pm 61	150 Sm 62	152 Eu 63	157 Gd 64	159 Tb 65	163 Dy 66	165 Ho 67	167 Er 68	169 Tm 69	173 Yb 70	175 Lu 71
— Ac 89	— Th 90	— Pa 91	— U 92	— Np 93	— Pu 94	— Am 95	— Cm 96	— Bk 97	— Cf 98	— Es 99	— Fm 100	— Mv 101	— No 102	— Lw 103

Keupayaan Piawai,

Kupel Elektrod	Keupayaan, V Vs S.C.E
$A^+ + e^- \rightleftharpoons Ag$	+0.7991
$Pb^{2+} + 2e^- \rightleftharpoons Pb$	-0.126
$AgCl + e^- \rightleftharpoons Ag + Cl^-$	0.222
$Mg^{2+} + 2e^- \rightleftharpoons Mg$	-2.37
$Zn^{2+} + 2e^- \rightleftharpoons Zn$	-0.763
$Hg_2Cl_2(s) + 2e^- \rightleftharpoons 2Hg(p) + 2Cl^-$	+0.244

Persamaan-persamaan Elektrokimia

$$-J_o(x,t) = \frac{D \partial C_o(x,t)}{\partial x}$$

$$\left[\frac{\partial C(x,t)}{\partial t} \right]_x = D \left[\frac{\partial^2 C(x,t)}{\partial x^2} \right]_x$$

$$i_i = nFAD \left(\frac{\partial C}{\partial x} \right)_{x=0}$$

$$i_t = nFAC_o (D/\pi t)^{1/2}$$

$$i_{net} = nFAK_{s,h} \left[C_o e^{-\alpha n f (E - E^o) / RT} - C_R e^{(1-\alpha) n f (E - E^o) / RT} \right]$$

$$E = E^o \pm \frac{RT}{nF} \ln a_m^{n+}$$

$$E_{obs} = K \pm \frac{0.0591}{n} pM$$

$$\Delta E = S \log \left(\frac{C_o + C\Delta}{C_o} \right)$$