

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Semester Kedua

Sidang Akademik 1992/93

April 1993

KAA 431 - Kaedah Elektroanalisis

[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 (8 muka surat).

1. (a) Seberat 0.200 g sampel ubat gigi diampaiakan dalam 50 mL medium penimbal kekuatan ion (TISAB) fluorida dan dididihkan seketika untuk mengekstrak fluorida. Campuran kemudian disejukkan dan dipindahkan secara kuantitatif ke dalam kelalang volumetri 100 mL, seterusnya dicairkan sehingga takat isipadu dengan air ternyah ion. Suatu alikuot 25 mL dimasukkan dalam satu bikar. Satu elektrod pemilih ion fluorida dan satu elektrod rujukan dimasukkan ke dalam alikuot ini. Selepas penseimbangan suatu keupayaan sel -155.3 mV diperoleh. Tambahan 0.10 mL larutan stok fluorida (0.5 mg mL⁻¹) ke dalam alikuot kemudiannya menghasilkan keupayaan sel -176.2 mV. Kirakan peratusan berat F⁻ dalam sampel asal ubat gigi.

(10 markah)

(b) Mengapakah membran hablur suatu elektrod pemilih ion berbilang cas pada dasarnya kurang peka dan lebih mudah diganggu oleh ion-ion gangguan berbanding dengan elektrod pemilih ion cas tunggal?

(10 markah)

2. (a) Dengan kenyataan bahawa bagi suatu proses kawalan pembauran arus menghad boleh dinyatakan dengan persamaan Ilkovic, tunjukkan bahawa arus menghad berkadar langsung kepada $h^{\frac{1}{2}}$ (yang mana h adalah ketinggian merkuri dalam turus rerambut).

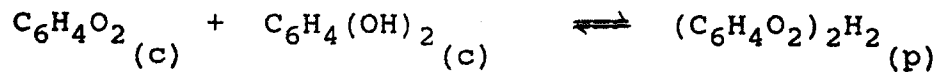
(8 markah)

(b) Satu polarogram DC suatu sebatian organik mempunyai arus menghad 5.00 μA . Data berikut diperoleh daripada bahagian gelombang yang menaik:

<u>E, V</u>	<u>I, μA</u>
- 0.475	0.62
- 0.490	1.57
- 0.510	3.43
- 0.525	4.38

Nyatakan samada penurunan elektrokimia sebatian tersebut berbalik atau tak berbalik. Jika berbalik tentukan nilai n dan $E_{\frac{1}{2}}$. (12 markah)

3. (a) Elektrod kuinhidron kadang-kadang digunakan untuk mengukur pH. Kuinhidron ialah suatu sebatian terlarutkan sedikit yang mudah disediakan dengan mencampurkan jumlah mol yang sama benzokuinon dan hidrokuinon:



Dalam praktis, keupayaan elektrod kuinhidron dalam suatu larutan anu disukat melawan elektrod kalomel tepu (SCE).

- (i) Tunjukkan bahawa keupayaan elektrod kuinhidron memberikan nilai pH secara langsung.
- (ii) Sekiranya keupayaan sel yang disukat melawan SCE adalah +0.160 V, apakah nilai pH larutan ?
- (iii) Mengapakah elektrod kuinhidron tidak boleh digunakan bagi pH > 9 .

(12 markah)

(b) Nyatakan perbezaan peranan di antara sel dalam suatu teknik elektroanalisis dengan sel dalam suatu kaedah spektrofotometri. Setakat mana terdapat satu analogi yang berguna di antara pengubahan voltan dalam suatu teknik elektroanalisis dengan pengubahan frekuensi dalam kaedah spektroskopi ?

(8 markah)

4. (a) Bandingkan potensiometri langsung dengan pentitratan potensiometri dari segi julat kepekatan optimum, kepresisan dan kemudahan penggunaan. Terangkan asas perbandingan ini.

(10 markah)

(b) Satu elektrod kaca yang peka pH menghasilkan bacaan yang rendah dalam suatu larutan natrium hidroksida. Sebaliknya, tiada ralat dalam bacaan bila elektrod tersebut diletakan dalam suatu larutan tetrametil ammonium hidroksida yang sama kepekataannya. Bincangkan dengan menggunakan hal-hal di atas bagi menerangkan sifat elektrod kaca.

(10 markah)

5. (a) Cadangkan satu prosedur teknik polarografi bagi analisis :

(i) Satu campuran ion Zn(II) dan ion Co(II) yang kira-kira sama kepekannya.

(ii) Surihan (< 100 ppm) ion Zn(II) di dalam larutan 1000 ppm Co(II).

(10 markah)

(b) Penentuan kandungan zink di dalam sampel air laut akan dilakukan menggunakan kaedah elektroanalisis. Dalam air laut, kehadiran zink adalah pada tahap surih, sebahagian sebagai ion bebas, dan sebahagian lagi dalam bentuk ion kompleks. Nyatakan kesesuaian teknik di bawah bagi menyukat kepekatan masing-masing spesies zink dalam sampel air laut tersebut :

(i) Polarografi sapuan linear.

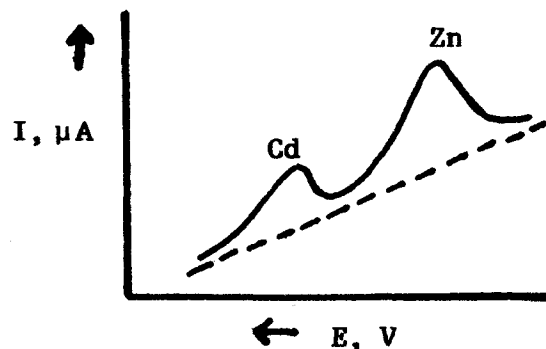
(ii) Polarografi denyut.

(iii) Voltammetri pelucutan.

(10 markah)

6. (a) Rajah 1 adalah contoh polarogram yang diperoleh bagi analisis polarografi sapuan linear suatu larutan anu yang mengandungi Cd(II) dan Zn(II). Garisdasar adalah arus untuk elektrolit penyokong. Lukiskan semula kelok arus-voltan bagi sistem yang sama jika teknik yang digunakan adalah:

- (i) Voltammetri berkitar.
- (ii) Polarografi DC atau Lazim.
- (iii) Polarografi denyutan pembezaan.
- (iv) Voltammetri pelucutan.



Rajah 1

(12 markah)

- (b) Apakah masalah yang mungkin akan anda lalui semasa melakukan analisis menggunakan elektrod pemilih ion? Anggap elektrod berkenaan digunakan dalam julat kepekatan yang sesuai.

(8 markah)

7. Dengan ringkas banding dan bezakan yang berikut :
- (a) Pengutuban dan voltan lampau.
 - (b) Potensiostat dan galvanostat.
 - (c) Penderia amperometri dan penderia potensiometri.
 - (d) Polarografi klasik dan voltammetri klasik.
 - (e) Voltammetri sapuan linear dan voltammetri berkitar.

(20 markah)

ooo000ooo

LAMPIRAN

1. Keupayaan elektrod piawai dalam larutan akueus pada 25°C melawan elektrod hidrogen normal (NHE).

<u>TINDAKBALAS</u> -----	<u>E^o, V</u> -----
$\text{Pt}^{2+} + 2\text{e}^- \rightleftharpoons \text{Pt}$	+ 1.20
$2\text{Hg}^{2+} + 2\text{e}^- \rightleftharpoons \text{Hg}_2$	+ 0.90
$\text{Hg}_2^{2+} + 2\text{e}^- \rightleftharpoons 2\text{Hg}$	+ 0.79
$\text{C}_6\text{H}_4\text{O}_2 + 2\text{H}^+ + 2\text{e}^- \rightleftharpoons \text{C}_6\text{H}_4(\text{OH})_2$	+ 0.69
$\text{Hg}_2\text{Cl}_2 + 2\text{e}^- \rightleftharpoons 2\text{Hg} + 2\text{Cl}^-$	+ 0.26
	(+ 0.24 dalam KCl tepu)
$2\text{H}^+ + 2\text{e}^- \rightleftharpoons \text{H}_2$	0.00
$\text{Co}^{2+} + 2\text{e}^- \rightleftharpoons \text{Co}$	- 0.28
$\text{Cd}^{2+} + 2\text{e}^- \rightleftharpoons \text{Cd}(\text{Hg})$	- 0.35
$\text{Cd}^{2+} + 2\text{e}^- \rightleftharpoons \text{Cd}$	- 0.40
$\text{Zn}^{2+} + 2\text{e}^- \rightleftharpoons \text{Zn}$	- 0.76
$\text{ZnO}_2^{2-} + 2\text{H}_2\text{O} + 2\text{e}^- \rightleftharpoons \text{Zn} + 4\text{OH}^-$	- 1.21

2. Jisim atom relatif :

Hidrogen	=	1.00
Fluorin	=	18.99
Kobalt	=	58.93
Zink	=	65.38
Kadmium	=	112.41