

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA
Peperiksaan Semester Kedua
Sidang Akademik 1991/92
Mac/April 1992

KAA 434 Kimia Analisis Lanjutan I

[Masa : 3 jam]

Jawab sebarang 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 (9 muka surat).

1. Kaedah kinetik dalam analisis kimia setanding dengan kaedah-kaedah lainnya. Sebagai contoh Os(VIII) boleh ditentukan serendah $10^{-10} M$, yang memangkinkan suatu tindak balas. Kaedah kinetik bermangkinkan ini sangat pemilih dan kaedah kinetik enzim pula sangat spesifik dan digunakan dengan meluas dalam analisis klinikal.
- (a) Apakah yang dimaksudkan dengan kaedah kinetik dalam analisis kimia?
(3 markah)
- (b) Apakah kelebihan kaedah ini dibandingkan dengan kaedah keseimbangan?
(3 markah)
- (c) Beri dua contoh persamaan tindak balas yang dimangkinkan oleh Os(VIII) dan berikan satu mekanisme tindak balas yang menunjukkan Os(VIII) sebagai mangkinkan. Terbitkan persamaan kadar yang membolehkan Os(VIII) ditentukan secara kinetik.
(7 markah)
- (d) Mengapakah analisis kinetik enzim lebih spesifik? Beri satu contoh tindak balas enzim dan terbitkan persamaan kadar untuk penentuan suatu analit.
(7 markah)

.../2-

2. Biasanya tertib tindak balas analisis seboleh-bolehnya dibuat supaya bertertib pertama atau pseudo pertama. Dalam hal ini kadar tindak balas hanya bergantung kepada satu kepekatan spesies sahaja, sama ada spesies bahan tindak balas atau spesies hasil tindak balas. Kepekatan-kepekatan spesies ini diikuti dengan pelbagai cara. Akhir sekali graf tentukuran dilakarkan untuk penentuan anu.
- (a) Apakah yang dimaksudkan dengan tertib pseudo pertama dan pseudo kedua?
(3 markah)
- (b) Mengapakah tertib pertama atau pseudo pertama diminati untuk kaedah analisis?
(3 markah)
- (c) Berilah empat teknik pemantauan kepekatan spesies tindak balas berserta huraian ringkas mengenai teknik yang dinyatakan. Apakah peranan penunjuk dalam tindak-tindak balas ini? Jawapan hendaklah disertakan dengan contoh-contoh yang sesuai.
(7 markah)
- (d) Berilah tiga kaedah pembentukan graf tentukuran dalam kaedah kinetik bermangkin dan tidak bermangkin. Huraian ringkas bersama-sama contoh yang sesuai diperlukan.
(7 markah)
3. Berilah huraian ringkas mengenai perkara-perkara di bawah;
- (a) Bagaimanakah penentuan serentak dua bahan dapat dilakukan dalam kaedah kinetik serta senaraikan syarat-syarat yang mesti dipenuhi bersama-sama dengan contoh yang sesuai?
(7 markah)
- (b) Bagaimanakah perencat dan pengaktif boleh digunakan dalam penentuan suatu analit?
(3 markah)
- (c) Perlukah seseorang mengetahui mekanisme tindak balas untuk menggunakan kaedah kinetik dalam analisisnya?
(3 markah)
- (d) Bolehkah suatu sampel air sungai yang keroh dianalisis terus secara kinetik tanpa pengolahan? Kalau boleh bagaimana dan kalau tidak boleh, mengapa?
(7 markah)

4. (a) Daripada sebuah kelok kuasa yang dilukis untuk mendapatkan bilangan optimum pemerhatian dalam analisis penentuan kualiti suatu bahan organik nilai-nilai ini diperolehi:

$$\mu_{0.16} = 13.465, \mu_{0.84} = 13.545 \text{ (bahagian kiri)}$$

$$\mu_{0.16} = 13.335, \mu_{0.84} = 13.255 \text{ (bahagian kanan)}$$

Seterusnya diberi nilai benar bahan organik tersebut ialah 13.4 unit dan $\sigma = 0.085$. Risiko penolakan tidak melebihi 1.00% dan risiko penerimaan tidak melebihi 1.00% apabila penyimpangan hasil analisis lebih daripada 0.2 unit.

Daripada data-data di atas kiralah x_{0+} , x_{0-} dan n . Berilah ulasan tentang jawapan yang didapati.

(6 markah)

- (b) Sifat-sifat fizikal (iaitu takat lebur, kelikatin, dan lain-lain) sangat bergantung terhadap nisbah silika-kapor. Ini benar bagi kebanyakan slag-slag industri yang kandungan utamanya ialah kalsium silikat. Penyukatan sisihan piawai untuk kandungan silika suatu slag ialah 0.35% SiO_2 , sisihan piawai kandungan kapor ialah 0.13% SiO_2 . Apakah sisihan piawai nisbah silika - kapor, bagi slag yang mengandungi 45% SiO_2 dan 55% CaO ?
- (c) Apakah kebarangkalian bahawa analisis batuan piawai yang mengandungi 61.35% SiO_2 dengan kaedah yang mempunyai sisihan piawai 0.48% SiO_2 akan memberikan hasil melebihi 60%, 61%, 61.5%, 62% dan 63%? Jika batuan yang sama dianalisiskan menggunakan kaedah yang sama, apakah kebarangkalian min daripada empat hasil melebihi nilai-nilai di atas?
- (d) Seorang ahli kimia kanan dan seorang pelatih menganalisis sampel yang sama untuk nikel. Ahli kimia kanan memperoleh hasil 0.81% Ni (min dari dua hasil analisis dan pelatih memperoleh 0.75% Ni (min dari empat hasil analisis). Jika sisihan piawai kaedah yang digunakan adalah 0.04% Ni, apakah kebarangkalian mendapatkan perbezaan hasil analisis ini lebih besar dari yang dicerap?

(6 markah)

(4 markah)

(4 markah)

.../4-

5. (a) Suatu kaedah baru bagi penentuan nitrogen dalam protein diuji secara menganalisis suatu protein piawai yang mengandungi 4.52% nitrogen. Hasil analisis yang diperolehi ialah 4.51%, 4.38%, dan 4.43%. Apakah kebarangkalian untuk mendapatkan nilai min lebih besar daripada yang sebenarnya diperolehi? Apakah anda akan menggunakan kaedah ini? Berikan sebab.

(10 markah)

- (b) Suatu kaedah baru penentuan paraquat dalam air diuji dengan menganalisis suatu sampel yang telah pun dianalisis dengan kaedah piawai. Kaedah piawai ini mempunyai kebolehulangan yang kurang memuaskan tetapi bebas dari sebarang ralat bersistem dan hasil yang diperolehi dengan kaedah ini ialah 0.011, 0.018, 0.013, 0.017 dan 0.010 ppm. Hasil daripada kaedah baru ialah 0.014, 0.014, 0.016, 0.015 dan 0.013 ppm. Kaedah ini dijangka memberi hasil yang lebih tinggi kerana gangguan matriks. Apakah kebarangkalian kaedah baru memberikan hasil lebih daripada kaedah baru memberikan hasil lebih daripada 0.020 ppm, iaitu ralat bersistem kaedah baru lebih dari 0.020 ppm?

(10 markah)

6. Kajian kandungan aluminium dalam air paip dikendalikan dalam enam daerah. Kaedah kinetik dipilih untuk melakukan analisis-analisis ini. Aluminium bertindakbalas dengan piroketekol ungu dalam penimbal heksamina pada pH 6.0 bersama-sama dengan penopeng ion pengganggu (Fe(III)). Bacaan keserapan, pada masa 5 saat selepas tindak balas dimulakan, disukat pada jarak gelombang 615 nm. Hasil yang diperolehi seperti di bawah,

Daerah	1	2	3	4	5	6
Kepekatan Al/ppm	0.09	0.11	0.11	0.08	0.07	0.09
	0.08	0.09	0.10	0.09	0.08	0.08
	0.09	0.10	0.11	0.09	0.09	0.09
	0.09	0.11	0.09	0.07	0.08	0.09

- (a) Bagaimana ion Fe(III) ditopengkan dalam tindak balas di atas?

(5 markah)

.../5

- (b) Jika kadar tindak balas adalah bertertib pseudo pertama terhadap kepekatan pirokatekol ungu, tuliskan persamaan kadar dalam sebutan keserapan (A) , dan cadangkan cara-cara graf tentukan boleh dibina.
(8 markah)
- (c) Apakah terdapat perbezaan kandungan aluminium antara daerah-daerah tersebut? Beri penjelasan untuk jawapan anda.
(7 markah)

7. Berikan huraian ringkas mengenai perkara-perkara di bawah:

- (a) Kadar awal tindak balas. (4 markah)
- (b) Hipotesis nol. (4 markah)
- (c) Had pengesanan pelanggan lebih tinggi daripada had pengesanan penganalisis. (4 markah)
- (d) Taburan normal. (4 markah)
- (e) Kaedah kinetik bermungkin lebih peka daripada kaedah kinetik tidak bermungkin. (4 markah)

ooo000ooo

Jadual Q pada had keyakinan 90%

Jumlah pemerhatian	Q
3	0.94
4	0.76
5	0.64
6	0.56
7	0.51
8	0.47
9	0.44
10	0.41
	0.00

Nilai t bagi derajat pembebasan pada berbagai paras keyakinan

Paras keyakinan v	90	95	99	99.5
1	6.314	12.706	63.657	127.32
2	2.920	4.303	9.925	14.089
3	2.353	3.182	5.841	7.453
4	2.132	2.776	4.604	5.598
5	2.015	2.571	4.032	4.773
6	1.943	2.447	3.707	4.317
7	1.895	2.365	3.500	4.029
8	1.860	2.306	3.355	3.832
9	1.833	2.262	3.250	3.690
10	1.812	2.228	3.169	3.581
15	1.753	2.131	2.947	3.252
20	1.725	2.086	2.845	3.153
25	1.708	2.060	2.787	3.078
	1.645	1.960	2.576	2.807

Nilai F pada keyakinan 95% .

v1 v2	2	3	4	5	6	7	8	9	10	15	20	30
2	19.0	19.2	19.2	19.3	19.3	19.4	19.4	19.4	19.4	19.4	19.4	19.5
3	9.55	9.28	9.12	9.01	8.94	8.89	8.85	8.81	8.79	8.70	8.66	8.62
4	6.94	6.59	6.39	6.26	6.16	6.09	6.04	6.00	5.96	5.86	5.80	5.75
5	5.79	5.41	5.19	5.05	4.95	4.88	4.82	4.77	4.74	4.62	4.56	4.50
6	5.14	4.76	4.53	4.39	4.28	4.21	4.15	4.10	4.06	3.94	3.87	3.81
7	4.74	4.35	4.12	3.97	3.87	3.79	3.73	3.68	3.64	3.51	3.44	3.38
8	4.46	4.07	3.84	3.69	3.58	3.50	3.44	3.39	3.35	3.22	3.15	3.08
9	4.26	3.86	3.63	3.48	3.37	3.29	3.29	3.18	3.14	3.01	2.94	2.86
10	4.10	3.71	3.48	3.33	3.22	3.14	3.07	3.02	2.98	2.85	2.77	2.70
15	3.68	3.29	3.06	2.90	2.79	2.71	2.64	2.59	2.54	2.40	2.33	2.25
20	3.49	3.10	2.87	2.71	2.60	2.51	2.45	2.39	2.35	2.20	2.12	2.04
30	3.32	2.92	2.69	2.53	2.42	2.33	2.27	2.21	2.16	2.01	1.93	1.84

(KAA 434)

Jadual Taburan Normal

		$u = (x - \mu) / \sigma$									
u	0.00	0.01	0.02	0.03	0.04	0.05	0.06	0.07	0.08	0.09	
0.0	.5000	.4960	.4920	.4880	.4840	.4801	.4761	.4721	.4681	.4641	
0.1	.4602	.4562	.4522	.4483	.4443	.4404	.4364	.4325	.4286	.4247	
0.2	.4207	.4168	.4129	.4090	.4052	.4013	.3974	.3936	.3897	.3859	
0.3	.3821	.3783	.3745	.3707	.3669	.3632	.3594	.3557	.3520	.3483	
0.4	.3446	.3409	.3372	.3336	.3300	.3264	.3228	.3192	.3156	.3121	
0.5	.3085	.3050	.3015	.2981	.2946	.2912	.2877	.2843	.2810	.2776	
0.6	.2743	.2709	.2676	.2643	.2611	.2578	.2546	.2514	.2483	.2451	
0.7	.2420	.2389	.2358	.2327	.2296	.2266	.2236	.2206	.2177	.2148	
0.8	.2119	.2090	.2061	.2033	.2005	.1977	.1949	.1922	.1894	.1867	
0.9	.1841	.1814	.1788	.1762	.1736	.1711	.1685	.1660	.1635	.1611	
1.0	.1587	.1562	.1539	.1515	.1492	.1469	.1446	.1423	.1401	.1379	
1.1	.1357	.1335	.1314	.1292	.1271	.1251	.1230	.1210	.1190	.1170	
1.2	.1151	.1131	.1112	.1093	.1075	.1056	.1038	.1020	.1003	.0985	
1.3	.0968	.0951	.0934	.0918	.0901	.0885	.0869	.0853	.0838	.0823	
1.4	.0808	.0793	.0778	.0764	.0749	.0735	.0721	.0708	.0694	.0681	
1.5	.0668	.0655	.0643	.0630	.0618	.0606	.0594	.0582	.0571	.0559	
1.6	.0548	.0537	.0526	.0516	.0505	.0495	.0485	.0475	.0465	.0455	
1.7	.0446	.0436	.0427	.0418	.0409	.0401	.0392	.0384	.0375	.0367	
1.8	.0359	.0351	.0344	.0336	.0329	.0322	.0314	.0307	.0301	.0294	
1.9	.0287	.0281	.0274	.0268	.0262	.0256	.0250	.0244	.0239	.0233	
2.0	.0228	.0222	.0217	.0212	.0207	.0202	.0197	.0192	.0188	.0183	
2.1	.0179	.0174	.0170	.0166	.0162	.0158	.0154	.0150	.0146	.0143	
2.2	.0139	.0136	.0132	.0129	.0125	.0122	.0119	.0116	.0113	.0110	
2.3	.0107	.0104	.0102		.00964		.00914		.00866		
2.4	.00820		.00776		.00734		.00695		.00657		
2.5	.00621		.00587		.00554		.00523		.00494		
2.6	.00466		.00440		.00415		.00391		.00368		
2.7	.00347		.00326		.00307		.00289		.00272		
2.8	.00256		.00240		.00226		.00212		.00199		
2.9	.00187		.00175		.00164		.00154		.00144		
	0.00		0.02		0.04		0.06		0.08		

