

---

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Second Semester Examination  
2010/2011 Academic Session

April/May 2011

**IMG 204 – INSTRUMENTAL ANALYSIS OF FOOD**  
**[ANALISIS PERALATAN MAKANAN]**

Duration: 3 hours  
[Masa: 3 jam]

---

Please check that this examination paper consists of NINE pages of printed material before you begin the examination.

*[Sila pastikan bahawa kertas peperiksaan ini mengandungi SEMBILAN muka surat yang bercetak sebelum anda memulakan peperiksaan ini.]*

**Instructions:** Answer FIVE questions. You may answer the questions either in Bahasa Malaysia or in English. Question in Part A is **COMPULSORY**.

**Arahan:** Jawab LIMA soalan. Anda dibenarkan menjawab soalan sama ada dalam Bahasa Malaysia atau Bahasa Inggeris.] Soalan dalam Bahagian A adalah **WAJIB**.

In the event of any discrepancies, the English version shall be used.

*[Sekiranya terdapat sebarang percanggahan pada soalan peperiksaan, versi Bahasa Inggeris hendaklah diguna pakai.]*

**PART A.** This question is **COMPULSORY** and related to the laboratory experiments.

1. Answer all parts of this question related to UV-Vis spectroscopy :

- (a) Why there is no absorbance recorded when one use plastic cuvet in the UV region during measurement?  
(4 marks)
- (b) What are the advantages of selecting the wavelength at which the analyte demonstrates maximum absorbance for measurement?  
(6 marks)
- (c) Figure 1 depicts a typical calibration curve, comment on the linearity shown and explain briefly why the predicted linear relationship was not observed.  
(10 marks)

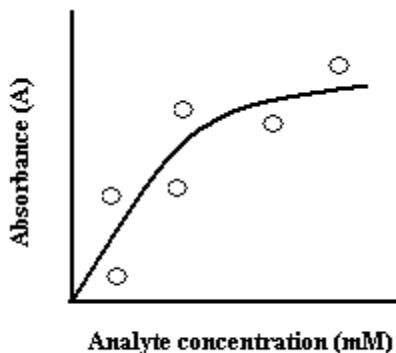


Figure 1

**PART B.** Answer only **FOUR** questions.

2. Answer all parts of this question

- (a) Explain the physical stages that occur during flame atomization in Atomic absorption spectroscopy (AAS).  
(10 marks)
- (b) What is a phase transition? Explain its detection by Differential Scanning Calorimetry?  
(10 marks)

3. Answer all parts of this question

- (a) It is possible to measure the glucose content of a pure glucose solution using polarimetry. Briefly explain how this can be done. (10 marks)
- (b) In fluorescence spectroscopy, why is the wavelength of the emitted radiation longer than the wavelength of the radiation used for excitation of the analyte? (5 marks)
- (c) What is meant by infrared spectroscopy (IR) (5 marks)

4. Answer all parts of this question

- (a) Briefly describe the primary mode of analyte separation for the following types of chromatography
  - i) Gel-Permeation chromatography
  - ii) Cation Exchange chromatography(10 marks)
- (b) Explain briefly the method of sodium dodecyl sulfate-polyacrylamide gel electrophoresis (SDS-PAGE). Give an example of its application. (10 marks)

5. Answer all parts of this question

- (a) An analysis on a milk sample was performed using flame atomic absorption spectroscopy to determine the calcium content. As a part of the analysis, the amount of calcium in a known sample (NIST standard reference material) was also determined. This allows one to determine the accuracy of the analysis. The value obtained for this standard was low. Describe four problems that could have caused this to occur and how can one correct each of these problems. (10 marks)

- (b) A sodium solution is analyzed by flame emission spectrometry using the 589- nm doublet line (the so-called sodium D-lines). In developing a procedure for the analysis, the analyst notes that a 1-ppm solution of sodium gives a less intense emission signal than a solution containing the same amount of sodium as well as 10 ppm of potassium. In view of the fact that the 10 ppm potassium gives no measurable emission at 589 nm,
- i) Explain why the potassium enhances the sodium emission.
  - ii) Suggest a method to correct for this easily ionizable element interference and explain how it would eliminate the problem.
- (10 marks)
6. Describe a method for quantitative analysis in chromatography that takes into account the variation in sample volume that is being injected into the chromatography system. What kind of errors are compensated by using this method of quantitative analysis?
- (20 marks)

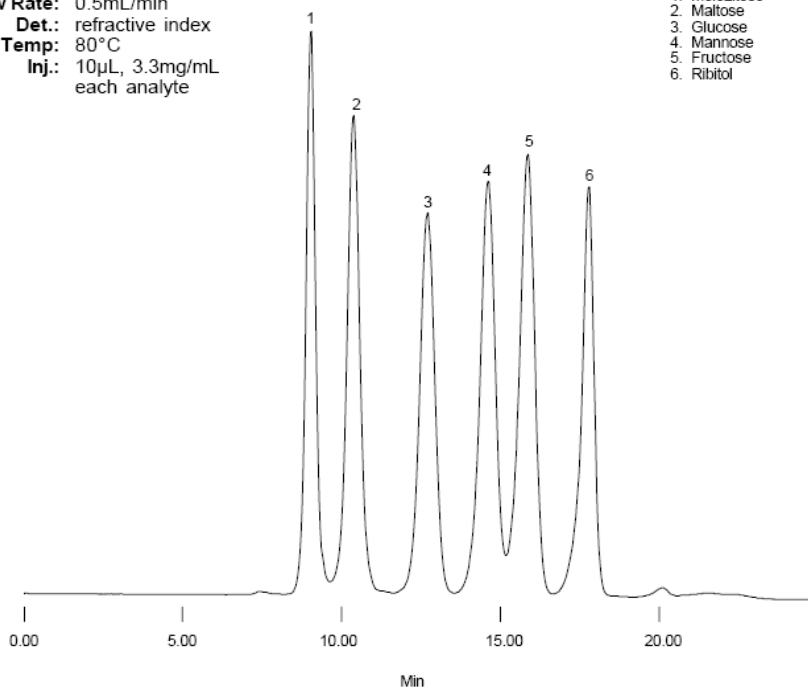
7. Referring to chromatogram below and information given about the column used, describe and explain the separation mechanism of monosaccharides using this particular column. Detail the steps for **sample clean-up** for the determination of simple sugars content in a fruit sample, that you would use prior to the chromatographic analysis.

(20 marks)

**QC Conditions**

**Mobile Phase:** deionized water  
**Flow Rate:** 0.5mL/min  
**Det.:** refractive index  
**Temp:** 80°C  
**Inj.:** 10µL, 3.3mg/mL  
 each analyte

1. Melezitose  
 2. Maltose  
 3. Glucose  
 4. Mannose  
 5. Fructose  
 6. Ribitol

**Chromatographic conditions:**

Mobile phase: deionized water

Flow rate: 0.5 mL/min

Detector: Refractive index

Temperature: 80°C

Injection: 10 µL, 3.3 mg/mL each analyte

Column packings: Sulfonated polystyrene divinylbenzene in Ca<sup>2+</sup> form

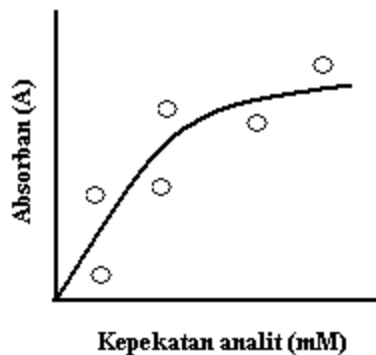
**PART A. Soalan ini adalah WAJIB dan berkenaan dengan kelas amali.**

1. Jawab semua bahagian soalan ini berkaitan dengan spektroskopi UV-Vis:

(a) Mengapakah absorban tidak dapat direkod apabila seseorang menggunakan kuvet plastik dalam julat UV semasa pengukuran?  
(4 markah)

(b) Apakah kelebihan memilih panjang gelombang di mana analit menunjukkan absorban maksimum untuk pengukuran?  
(6 markah)

(c) Rajah 1 memaparkan satu kurva piawai tipikal, komen terhadap kelinearan yang ditunjukkan dan jelaskan secara ringkas mengapa perhubungan linear yang dijangka tidak dapat diperhatikan  
(10 markah)



Rajah 1

**BAHAGIAN B. Jawab EMPAT soalan.**

2. Jawab semua bahagian soalan ini.

(a) Terangkan peringkat-peringkat fizikal yang berlaku semasa pengatoman nyala di dalam spektroskopi penyerapan atom.  
(10 markah)

(b) Apakah peralihan fasa? Jelaskan pengesanannya dengan kalorimetri penskanan diferensial.  
(10 markah)

3. *Jawab semua bahagian soalan ini.*

(a) *Kandungan glukosa bagi sesuatu larutan glukosa tulen boleh ditentukan dengan polarimetri. Secara ringkas terangkan bagaimana ini boleh dilakukan.*

*(10 markah)*

(b) *Dalam spektroskopi pendarflor, kenapa panjang gelombang bagi sinaran terpancar adalah lebih panjang daripada panjang gelombang sinaran untuk pengujaan analit?*

*(5 markah)*

(c) *Apakah yang dimaksudkan dengan spektroskopi inframerah (IR)?*

*(5 markah)*

4. *Jawab semua bahagian soalan ini.*

(a) *Secara ringkas terangkan mod primer bagi pemisahan analit bagi jenis kromatografi berikut.*

*i) Kromatografi ketelapan gel*

*ii) Kromatografi penukaran kation*

*(10 markah)*

(b) *Terangkan dengan ringkas kaedah elektroforesis gel poliakrilamida natrium dodesil sulfat (SDS-PAGE). Berikan satu contoh aplikasinya.*

*(10 markah)*

5. (a) *Suatu analisis keatas sampel susu telah dilakukan dengan spektroskopi penyerapan atom bagi menentukan kandungan kalsium. Sebagai Sebahagian daripada analisis ini, kandungan kalsium dalam sampel (bahan rujukan standard NIST) juga ditentukan. Ini dapat memberi penentuan kejituan analisis. Nilai yang didapati bagi bahan rujukan ini adalah rendah. Terangkan empat masalah yang mungkin menyebabkan ini berlaku dan bagaimana setiap masalah ini dapat diatasi.*

*(10 markah)*

(b) Satu larutan natrium dianalisis dengan spektrometri pemancaran bernyala menggunakan garisan dublet 589 nm (iaitu garisan-D natrium). Semasa penyediaan suatu prosedur bagi analisis tersebut, penganalisa mendapati bahawa 1-ppm larutan natrium memberi isyarat pemancaran yang mempunyai keamatan yang lebih rendah daripada larutan lain yang mengandungi campuran kepekatan natrium yang sama dan juga 10 ppm kalium. Memandangkan bahawa 10 ppm larutan kalium tidak memberi nilai pemancaran yang boleh diukur pada 589 nm,

- i) Jelaskan kenapa kalium meningkatkan pemancaran natrium
- ii) Cadangkan satu kaedah, untuk membetulkan gangguan elemen mudah terion ini dan jelaskan bagaimana masalah ini boleh diatasi.

(10 markah)

6. Terangkan suatu kaedah analisis kuantitatif dalam kromatografi yang mengambil kira variasi dalam isipadu sampel yang disuntik ke dalam sistem kromatografi. Apakah jenis jenis ralat yang di tangani dengan kaedah analisis kuantitatif ini?

(20 markah)



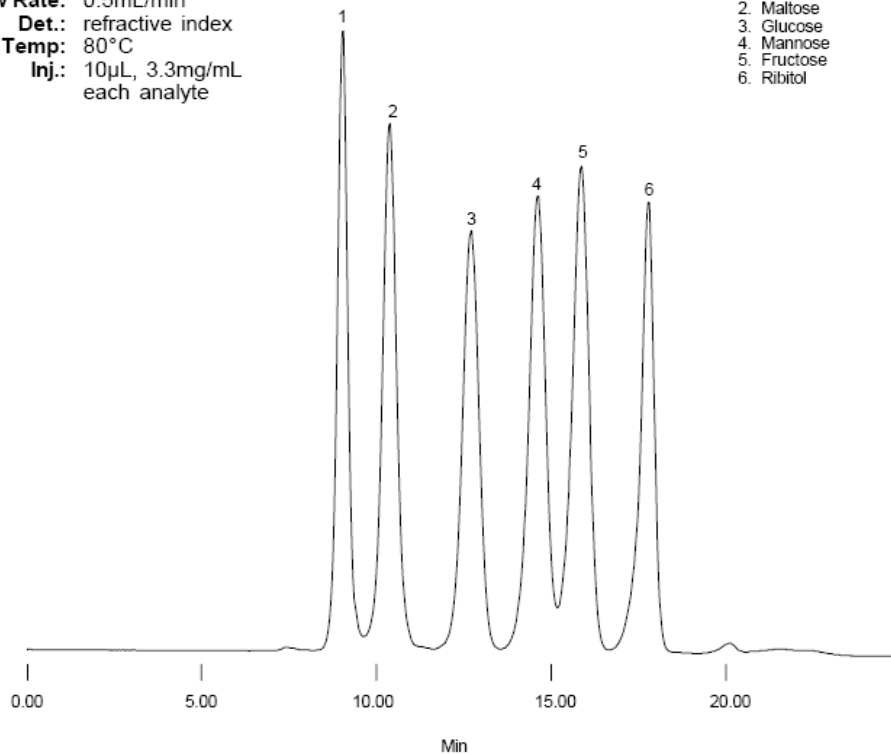
7. Berpandukan kromatogram di bawah dan maklumat yang diberi tentang turus yang diguna, terangkan mekanisme pemisahan monosakarida dengan turus tersebut. Nyatakan langkah langkah pembersihan sampel untuk penentuan kandungan gula ringkas dalam sesuatu sampel buah, yang perlu diguna sebelum analisis kromatografi.

( 20 markah)

**QC Conditions**

**Mobile Phase:** deionized water  
**Flow Rate:** 0.5mL/min  
**Det.:** refractive index  
**Temp:** 80°C  
**Inj.:** 10µL, 3.3mg/mL  
 each analyte

1. Melezitose  
 2. Maltose  
 3. Glucose  
 4. Mannose  
 5. Fructose  
 6. Ribitol



**Kondisi Kromatografi:**

*Fasa bergerak: air nyah terion*

*Kadar aliran: 0.5 mL/min*

*Pengesanan: Indeks refraktif*

*Suhu: 80°C*

*Suntikan: 10 µL, 3.3 mg/mL setiap analit*

*Bahan pematik turus: Polistirena divinilbenzena tersulfat bentuk Ca<sup>2+</sup>*