

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Semester Pertama

Sidang Akademik 1994/95

Oktober/November 1994

KAT 241 - Kimia Analisis I

[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) dan
2 lampiran.

1. (a) Anda telah diterima bekerja dengan Syarikat Amalgamated Metals sebagai pegawai kawalan mutu. Tugas pertama anda ialah menganalisa kandungan mangan dalam besi keluli menggunakan teknik spektrofotometri. Keputusan analisis anda ialah : 0.357, 0.359, 0.375, 0.367 dan 0.340% Mn.

(i) Apakah terdapat sebarang nilai yang perlu ditolak di dalam keputusan di atas?

(ii) Berikan nilai kandungan Mn dalam sampel anda pada had keyakinan 99%.

(8 markah)

.../2-

- (b) Satu mangsa pembunuhan didapati menggenggam segumpal rambut di dalam tangannya. Analisis paras kandungan zink ke atas rambut tersebut telah dibandingkan dengan paras kandungan zink dalam rambut tertuduh. Keputusan-keputusan berikut diperolehi menggunakan satu kaedah yang mempunyai nilai sisihan piawai 18 ppm zink. Apakah tertuduh melakukan pembunuhan ini?

Rambut Tertuduh : 263, 281, 261, 268 ppm Zn

Rambut diperolehi
daripada mangsa : 253, 237, 218, 222 ppm Zn

(8 markah)

- (c) Jelaskan perbezaan di antara ralat tentu dan ralat tak tentu.

(4 markah)

2. (a) Jelaskan dengan ringkas kenapa aspek-aspek di bawah perlu diambil kira ataupun dilakukan dalam analisis gravimetri agar keputusan yang memuaskan diperolehi:

- (i) Pembasuhan mendakan tertentu perlu dilakukan menggunakan larutan elektrolit.

.../3-

- (ii) Proses penghadaman ke atas larutan mendakan dilakukan sebelum proses penurasan dimulakan.

(4 markah)

- (b) Kandungan fosforus dalam satu sampel baja boleh ditentukan secara gravimetri dengan melarutkan sampel tersebut dan kemudian memendakkan fosforus sebagai MgNH_4PO_4 . Mendakan yang diperlukan dibakar menjadi $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ untuk penimbangan. Sekiranya 1.53 g sampel menghasilkan 316 mg $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$, berapakah peratus kandungan P_2O_5 dalam sampel baja tersebut?

(8 markah)

- (c) Kandungan fluorida di dalam 250 mL sampel air telaga telah ditentukan dengan memendakannya sebagai PbClF yang kemudiannya diikuti dengan pentitratan Volhard untuk ion Cl^- . Sekiranya 10.00 mL 0.0215 M AgNO_3 ditambahkan kepada larutan PbClF dan 6.13 mL 0.0178 M KSCN diperlukan untuk mencapai takat akhir $\text{Fe}(\text{SCN})^{2+}$, kira kandungan ion fluorida dalam sampel air tersebut dalam nilai ppm.

(8 markah)

.../4-

3. (a) Apakah perbezaan diantara piawai primer dan piawai sekunder dalam analisis volumetri. Berikan contoh-contoh yang sesuai bagi membantu jawapan anda.

(4 markah)

- (b) Apakah yang dimaksudkan dengan penimbangan? Tunjukkan kawasan penimbangan dalam satu contoh kelok pentitratan asid-bes.

(4 markah)

- (c) Lima sampel yang setiap satu beratnya 5.041 g dijangka mengandungi samada HClO_4 atau H_3PO_4 atau KH_2PO_4 secara bersendirian bersama bahan lengai atau campuran masing-masing dan bahan lengai; telah dititratkan dengan 0.1533M NaOH dan mencapai takat akhir seperti di bawah :-

Sampel	Isipadu NaOH, mL ⁻¹	
	takat akhir metil oren	takat akhir fenolftalein
1	20.67	20.67
2	12.06	33.90
3	18.74	37.48
4	0.00	31.49
5	15.41	26.39

Tentukan komposisi dan kira peratusan komponen tertitrat dalam sampel 1 dan 2.

(12 markah)

.../5-

4. (a) Bandingkan dan bezakan sifat penunjuk 'visual' bagi penentuan takat akhir pentitratan asid-bes, kompleks dan redoks.

(12 markah)

- (b) Suatu sampel bijeh besi seberat 0.2146 g dilarutkan dalam larutan asid nitrik dan dilalukan dalam penurun Walden (campuran $\text{SnCl}_2 + \text{HgCl}_2$). Larutan yang terhasil memerlukan 21.27 mL larutan 0.01436 M $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ untuk mencapai takat akhir penunjuk 'visual' asid difenilamina sulfonik. Kirakan % Fe_3O_4 dalam sampel bijeh itu.

(8 markah)

5. (a) Apakah yang dimaksudkan dengan pentitratan iodimetri dan iodometri? Jelaskan jawapan anda.

(12 markah)

- (b) Suatu sampel susu tepung seberat 1.450 g dicampurkan dengan suatu larutan penimbal akueus pH 11.5. Beberapa titik penunjuk metalokromik kalmagit ditambah ke dalam larutan. Larutan memerlukan 31.62 mL 1.538×10^{-2} M EDTA bagi penunjuk berubah warna. Tentukan % Ca yang ada dalam sampel tersebut.

(8 markah)

.../6-

6. (a) Terangkan bagaimana suatu bes organik seperti anilina, $C_6H_5NH_2$ boleh dipisahkan daripada sebatian neutral seperti toluena.

(5 markah)

- (b) Asid benzoik terion separa dalam fasa organik dan membentuk dimer di dalam pelarut organik tertentu. Terbitkan satu persamaan untuk menerangkan nisbah taburan dengan mengambil kira kedua-dua keseimbangan di atas.

(8 markah)

- (c) Bagi suatu sebatian yang nilai nisbah taburan ialah 25.0, tunjukkan dengan perkiraan pengekstrakan yang mana lebih cekap :

Pengekstrakan 10 mL larutan sebatian akueus dengan 10 mL pelarut organik, atau pengekstrakan dua kali dan setiap kali menggunakan 5.0 mL pelarut organik.

(7 markah)

...7/-

7. (a) Gallium(III) membentuk kompleks dengan halida. Telah dilaporkan bahawa kompleks terbentuk di antara gallium(III) dengan halida di dalam larutan akueus 4 M KBr mempunyai kecekapan pengekstrakan 55% apabila diekstrakan dengan dietil eter. Cadangkan beberapa cara bagaimana kecekapan pengekstrakan dapat ditingkatkan.

(6 markah)

- (b) Dengan menggunakan contoh yang sesuai, terangkan penggunaan pengekstrakan pelarut didalam kimia analisis. Juga senaraikan keburukan kaedah ini?

(8 markah)

- (c) Suatu kompleks logam mempunyai nilai nisbah taburan 5.96 bagi pengekstrakan dari fasa akueus pada pH 3.0 ke dalam metil isobutil keton (MIBK). Kiralah bilangan pengekstrakan yang diperlukan untuk mengekstrak 50.00 mL sampel logam pada pH 3.0 supaya mencapai kecekapan pengekstrakan 99.9% menggunakan 25.0 mL MIBK setiap kali.

(6 markah)

oooOooo

LAMPIRAN

Values of t for ν Degrees of Freedom for Various Confidence Levels*

ν	Confidence Level, %	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	

* $\nu = N - 1 =$ degrees of freedom.

Values of F at the 95% Confidence Level

$\nu_2 \backslash \nu_1$	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	3.23	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

Rejection Quotient, Q at 90 Percent Confidence Limit*

Number of Observations	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

635

The Periodic table

[KAT 241]

Period

VIII 18																																																												
I	II		III										IV	V	VI	VII	VIII																																											
1	2		13										14	15	16	17	18																																											
3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20																																											
Li 6.94	Be 9.01	Na 22.99	Mg 24.31	K 39.10	Ca 40.08	Sc 44.96	Ti 47.88	V 50.94	Cr 52.01	Mn 54.94	Fe 55.85	Co 58.93	Ni 58.71	Cu 63.54	Zn 65.37	Ga 69.72	Ge 72.61	As 74.92	Se 78.96	Br 79.91	Kr 83.80																																							
11	12	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35	36	37	38	39	40	41	42	43	44	45	46	47	48	49	50	51	52	53	54																							
Rb 85.47	Sr 87.62	Y 88.91	Zr 91.22	Nb 92.91	Mo 95.94	Tc 98.91	Ru 101.07	Rh 102.91	Pd 106.4	Ag 107.87	Cd 112.40	In 114.82	Sn 118.69	Sb 121.75	Te 127.60	I 126.90	Xe 131.30	Cs 132.91	Ba 137.34	Lu 174.97	Hf 178.49	Ta 180.95	W 183.85	Re 186.2	Os 190.2	Ir 192.2	Pt 196.09	Au 196.97	Hg 200.59	Tl 204.37	Pb 207.19	Bi 208.98	Po 210	At 210	Rn 222																									
55	56	57	58	59	60	61	62	63	64	65	66	67	68	69	70	71	72	73	74	75	76	77	78	79	80	81	82	83	84	85	86	87	88	89	90	91	92	93	94	95	96	97	98	99	100	101	102													
Fr 223	Ra 226.03	Lr 257	Unq 104	Unp 105	Unh 106	Uns 107	Uno 108	U 238.03	Np 237.05	Pu 239.05	Am 241.06	Cm 247.07	Bk 249.08	Cf 251.08	Fm 257.10	Md 268.10	No 255	Ac 227.03	Th 232.04	Pa 231.04	U 238.03	Np 237.05	Pu 239.05	Am 241.06	Cm 247.07	Bk 249.08	Cf 251.08	Fm 257.10	Md 268.10	No 255	La 138.91	Ce 140.12	Pr 140.91	Nd 144.24	Pm 146.92	Sm 150.35	Eu 151.96	Gd 157.25	Tb 158.92	Dy 162.50	Ho 164.93	Er 167.26	Tm 168.93	Yb 173.04	Lu 174.97	Hf 178.49	Ta 180.95	W 183.85	Re 186.2	Os 190.2	Ir 192.2	Pt 196.09	Au 196.97	Hg 200.59	Tl 204.37	Pb 207.19	Bi 208.98	Po 210	At 210	Rn 222
Lanthanides	Actinides	Lr	Unq	Unp	Unh	Uns	Uno	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Fm	Md	No	Ac	Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Fm	Md	No	La	Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn