

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Semester Kedua
Sidang Akademik 1996/97

April 1997

EKC 206 - Kimia Analisis

Masa : [3 jam]

ARAHAN KEPADA CALON:

Sila pastikan kertas peperiksaan ini mengandungi **LIMA (5)** mukasurat dan **DUA (2)** lampiran bercetak sebelum anda memulakan peperiksaan.

Kertas peperiksaan ini mengandungi **LIMA (5)** soalan.

Jawab **SEMUA** soalan dari **Bahagian A** dan **SATU (1)** soalan dari **Bahagian B**.

Semua soalan **mestilah** dijawab dalam Bahasa Malaysia.

BAHAGIAN A

1. [a] [i] Terangkan prinsip ketiga-tiga alat pengesanan berikut yang digunakan dalam kromatografi gas: pengesanan kekonduksian terma, pengesanan pengionan nyala, pengesanan penangkap elektron. (10 markah)

- [ii] Berikan kegunaan dan kekurangan untuk ketiga-tiga alat pengesanan di atas. (5 markah)

- [b] Sampel A dan B mempunyai masa penahanan 16.40 dan 17.63 min masing-masing, di atas turus yang panjangnya ialah 30.0 cm. Spesi yang tidak tertahan melalui turus dalam masa 1.30 min. Lebar puncak (pada dasar) untuk sampel A dan B ialah 1.11 dan 1.21 min masing-masing.

Kirakan:

- [i] resolusi turus
- [ii] purata bilangan plat dalam turus
- [iii] tinggi plat
- [iv] panjang turus yang diperlukan untuk mencapai resolusi 1.5 $\frac{R_s = 1.5}{R_s = \frac{1}{2} \sqrt{N_c}}$
- [v] masa yang diperlukan untuk sampel B dielusikan dari panjang turus yang dikira dalam [iv]. $\frac{R_s = 1.5}{R_s = \frac{1}{2} \sqrt{N_c}}$ (10 markah)

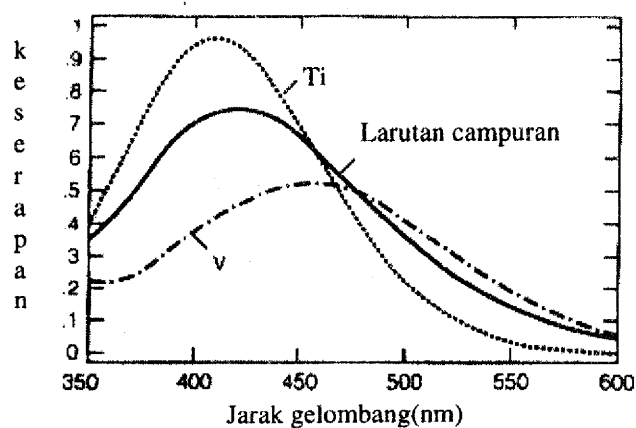
2. [a] Pertimbangkan satu ujikaji kromatografi. Dalam ujikaji ini, 2 komponen yang mempunyai faktor kapasiti ($k_1 = 4.00$ dan $k_2 = 5.00$) telah disuntik ke dalam turus yang mempunyai plat teori ($N = 1.00 \times 10^3$). Masa penahanan puncak untuk komponen yang kurang tertahan ialah $t_{r1} = 10.0$ min.

- [i] Kirakan t_m , t_{r2} , dan $(w_{1/2})$ untuk setiap puncak.
- [ii] Kirakan lebar dasar puncak, w untuk setiap puncak.
- [iii] Lakarkan satu kromatogram dengan andaian kedua-dua puncak mempunyai amplitud (tinggi) yang sama. Lukiskan, t_m , t_{r1} dan t_{r2} .
- [iv] Kirakan resolusi kedua-dua puncak. (15 markah)

- [b] Beri definisi untuk sebutan-sebutan di bawah:
- [i] Fasa pegun
 - [ii] Fasa gerak
 - [iii] Masa penahanan
 - [iv] Gas pembawa
 - [v] Isipadu penahanan
- (5 markah)
- [c] Bezakan antara kromatografi elusi dan kromatografi sesaran.
- (5 markah)
3. [a] Terangkan 2 prinsip sistem pengekstrakan pelarut untuk ion logam. Berikan contoh untuk setiap satu.
- (8 markah)
- [b] Bincangkan prinsip pengekstrakan lawan arus. Gunakan alat taburan lawan arus Craig sebagai ilustrasi jawapan anda.
- (9 markah)
- [c] Satu zat terlarut yang mempunyai pekali sekatan 4.0 telah diekstrakkan daripada 10 mL fasa pertama ke dalam fasa kedua.
- [i] Apakah isipadu fasa kedua yang diperlukan untuk mengekstrak 99% zat terlarut dalam satu kali pengekstrakan?
 - [ii] Apakah isipadu total pelarut kedua yang diperlukan untuk mengeluarkan 99% zat terlarut dalam tiga kali pengekstrakan yang sama?
- (4 markah)
- [d] Pekali taburan untuk iodin antara CCl_4 dan H_2O ialah 85. Kirakan kepekatan I_2 yang tinggal dalam fasa akuas selepas pengekstrakan 50.0 mL $1.00 \times 10^{-3} \text{ M I}_2$ dilakukan dengan kuantiti CCl_4 yang berikut.
- [i] 50.0 mL
 - [ii] dua bahagian 25.0 mL
 - [iii] lima bahagian 10.0 mL
- (4 markah)

BAHAGIAN B

4. Gambarajah S4 menunjukkan spektra bagi 1.32 mM Ti^{4+} , 1.89 mM V^{5+} dan larutan campuran untuk kedua-dua spesies. Kecerapan pada beberapa jarak-gelombang diberi dalam Jadual S4. Cari kepekatan setiap species di dalam larutan campuran tersebut dengan menggunakan kaedah kuasa dua terkecil.



Gambarajah S4

Nilai keserapan untuk gambarajah S4.

Jarak gelombang (nm)	A_{x_s}	A_{y_s}	A_m
	Piawai Titanium	Piawai Vanadium	Campuran
390	0.895	0.326	0.651
430	0.884	0.497	0.743
450	0.694	0.528	0.665
470	0.481	0.512	0.547
510	0.173	0.374	0.314

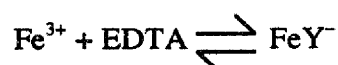
Jadual S4

(25 markah)

5. [a] Bezakan antara kejituan dan kepersisan. Berikan 4 sebutan untuk menyatakan kepersisan. (4 markah)
- [b] Berikut ialah luas puncak relatif bagi kromatografi larutan piawai metil vinil keton (MVK)

Kepekatan MVK, mmol/L	Luas puncak relatif
0.50	3.76
1.50	9.16
2.50	15.03
3.50	20.42
4.50	25.33
5.50	31.97

- [i] Terbitkan persamaan garis-lurus melalui kaedah kuasa dua dengan data di atas.
- [ii] Satu sampel yang mengandungi MVK menghasilkan luas puncak relatif sebanyak 6.3. Kirakan kepekatan MVK dalam sampel tersebut. (8 markah)
- [c] Skala keserapan satu spektrometer diuji pada satu panjang gelombang dengan larutan piawai yang memberi keserapan sebanyak 0.470. 10 ukuran telah dilakukan dan spektrometer memberi $\bar{x} = 0.461$ dan $S = 0.003$. Kirakan selang keyakinan (pada aras 95%) untuk keserapan min spektrometer itu. Adakah ralat sistematik ujud dalam spektrometer tersebut? (5 markah)
- [d] Pemalar pembentukan untuk FeY^- ialah 1.3×10^{25} . Kirakan kepekatan Fe^{3+} bebas dalam larutan 0.10 m FeY^- pada pH 8.00 dan pH 2.00. Tindakbalas pembentukan kompleks diberi:-



(8 markah)

-ooo0ooo-

Lampiran 1Value of $\alpha_{Y^{4-}}$ for EDTA at 20°C and $\mu = 0.10 \text{ M}$

pH	$\alpha_{Y^{4-}}$
0	1.3×10^{-23}
1	1.9×10^{-18}
2	3.3×10^{-14}
3	2.6×10^{-11}
4	3.8×10^{-9}
5	3.7×10^{-7}
6	2.3×10^{-5}
7	5.0×10^{-4}
8	5.6×10^{-3}
9	5.4×10^{-2}
10	0.36
11	0.85
12	0.98
13	1.00
14	1.00

Lampiran 2

Values of Student's t

Degrees of freedom	Confidence level (%)				
	50	80	90	95	99
1	1.000	3.078	6.314	12.706	63.657
2	0.816	1.886	2.920	4.303	9.925
3	0.765	1.638	2.353	3.182	5.841
4	0.741	1.533	2.132	2.776	4.604
5	0.727	1.476	2.015	2.571	4.032
6	0.718	1.440	1.943	2.447	3.707
7	0.711	1.415	1.895	2.365	3.500
8	0.706	1.397	1.860	2.306	3.355
9	0.703	1.383	1.833	2.262	3.250
10	0.700	1.372	1.812	2.228	3.169
15	0.691	1.341	1.753	2.131	2.947
20	0.687	1.325	1.725	2.086	2.845
∞	0.674	1.282	1.645	1.960	2.576