

---

# UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Semester Pertama  
Sidang Akademik 2004/2005

Oktober 2004

**EBS 336/3 - Kimia Analitis**

Masa : 3 jam

---

Sila pastikan bahawa kertas peperiksaan ini mengandungi LIMA BELAS muka surat beserta SATU muka surat (Lampiran) yang bercetak sebelum anda memulakan peperiksaan.

Kertas soalan ini mengandungi TUJUH soalan.

Jawab LIMA soalan. Jika calon menjawab lebih daripada lima soalan hanya lima soalan pertama mengikut susunan dalam skrip jawapan akan diberi markah.

Mulakan jawapan anda untuk setiap soalan pada muka surat yang baru.

Semua soalan mesti dijawab dalam Bahasa Malaysia.

1. [a] Berikut adalah keputusan analisis kandungan timah dan zink dalam sampel tembaga:

(i) Zn: 33.27, 33.37 dan 33.34%

(ii) Sn: 0.022, 0.025 dan 0.026%

Kirakan sisihan piawai dan pekali varian bagi setiap analisis.

(15 markah)

[b] Pelbagai banyak faktor menyumbang kepada perjalanan licin suatu motor elektrik. Khususnya, getaran dan bunyi bising motor mestilah pada tahap minima. Untuk mengkaji kesan jenama bearing terhadap getaran pada motor, pemeriksaan terhadap dua jenama bearing dijalankan. Setiap jenama bearing dipasangkan dalam enam motor yang berasingan dan semasa 12 motor sedang diuji, amaun getaran diukur (dalam micron). Jadual 1.1 di bawah memberikan keputusan data yang diukur.

**Jadual 1.1 : Data getaran yang diukur bagi dua jenama**

NOVA	LEON
10.2	10.5
12.7	11.9
8.6	8.7
17.5	16.9
11.2	10.9
11.5	11.1

Adakah wujud perbezaan yang bermakna dalam getaran purata yang disebabkan oleh dua jenama bearing tersebut? Jalankan satu ujian statistik dan seterusnya sahkan keputusan anda.

(Rujuk kepada Jadual Statistik 1A dan 1B dalam lampiran)

(60 markah)

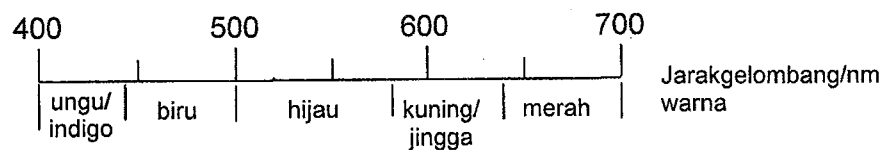
- [c] (i) Bezakan di antara satu zat piawai primer dan zat piawai sekunder.  
(5 markah)
- (ii) Pempiawaan satu larutan natrium hidroksida dengan 0.8592 g zat piawai primer kalium asid fthalate ( $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ ) memerlukan 32.67 mL untuk mencapai kepada takat akhir fenolphthalein. Berapakah kemolaran larutan basa tersebut?  
(Diberikan: At. wt.: K = 39.1; C = 12.01; H = 1.0 dan O = 16.0)  
(10 markah)
- (iii) Satu 10.00 mL alikuot larutan asid hydroklorik dirawat dengan argentum nitrat yang berlebihan dan mendakan argentum klorida yang terbentuk ditentukan secara gravimetrik. Jika 0.1682 g mendakan diperolehi, berapakah kemolaran asid tersebut?  
(Diberikan: At. wt.: Ag = 107.87; N = 14.01 dan Cl = 35.45)  
(10 markah)

2. Satu kaedah baru telah diperkembangkan bagi mengukur kandungan etanol dalam minuman beralkohol berdasarkan kepada pengoksidaan etanol oleh ion-ion dikromat (VI) yang berasid .

Dalam analisis kaedah ini, intensiti warna satu larutan ion-ion dikromat (VI) di mana minuman beralkohol ditambahkan dibandingkan dengan satu larutan yang hanya mengandungi ion-ion dikromat (VI) sahaja.

Berbandingan ini dibuat menggunakan satu kalorimeter. Oleh kerana larutan ion-ion dikromat (VI) ini mempunyai warna jingga yang kuat, cahaya pada jarakgelombang 440 nm dipilih dalam penggunaan calorimeter ini. Perbezaan absorban di antara dua larutan dikur pada jarakgelombang ini. Di bawah keadaan analisis, perubahan absorban ini adalah berkadar secara langsung dengan amaun ion-ion dikromat (VI) (dalam mol) yang telah bertindakbalas. Maka, ia adalah berkadar secara langsung juga dengan amaun etanol (dalam mol) yang telah ditambahkan dalam minuman alkohol.

Rajah 2.1 menunjukkan julat jarakgelombang bagi warna-warna dalam cahaya ternampakkan



**Rajah 2.1 : Julat jarakgelombang dan warna dalam cahaya ternampakkan**

- (a) Menggunakan maklumat dalam Rajah 2.1, terangkan mengapa cahaya dengan jarakgelombang 440 nm digunakan bagi mengukur kepekatan larutan jingga ion-ion dikromat (VI).  
(15 markah)
- (b) Huraikan secara ringkas, bagaimana penyerapan cahaya oleh satu atom, molekul atau ion boleh diterangkan dalam bentuk kesan cahaya keatas elektron-elektron yang hadir.  
(15 markah)
- (c) Berikut adalah kaedah yang digunakan untuk menganalisis kandungan satu botol arak:
- 25.0 cm<sup>3</sup> satu larutan yang mengandungi ion-ion dikromat (VI) dipipetkan masuk ke dalam satu kelalang volumetrik 50 cm<sup>3</sup>.
  - Menggunakan satu mikropipet, 50.0 µl sampel arak ditambahkan ke dalam kelalang volumetrik tersebut.  
(1 µl = 1 x 10<sup>-6</sup> dm<sup>3</sup> = 1 x 10<sup>-3</sup> cm<sup>3</sup>)
  - Asid sulfurik cair kemudian ditambahkan ke dalam kelalang volumetrik sehingga kepada isipadu 50 cm<sup>3</sup>.
  - Bacaan absorban satu sampel dari campuran ini dicatatkan. Bacaan absorban dari satu larutan "blank" yang disediakan dengan cara yang sama tetapi tanpa kehadiran sebarang etanol juga dicatatkan.
  - Perbezaan bacaan absorban di antara larutan "blank" dan sampel dikirakan.

**Jadual 2.1** menunjukkan bacaan perbezaan dalam pengukuran absorban (A) yang diambil dari beberapa larutan ion-ion dikromat (VI) di mana amaun berbeza etanol telah ditambahkan.

**Jadual 2.1 : Data pengukuran absorban yang diambil pada amaun etanol yang berbeza**

Perbezaan Absorban (A)	25	50	100	125	150
Amaun etanol yang ditambahkan kepada larutan ion-ion dikromat ( $\times 10^{-6}$ mol)	0.12	0.22	0.44	0.55	0.65

- (i) Menggunakan data dari Jadual 2.1, plotkan satu graf penentukuran bagi absorban yang diambil pada 440 nm, bagi larutan ion-ion dikromat (VI) di mana amaun etanol yang berbeza telah ditambahkan. (40 markah)
- (ii) Label pada botol arak yang dianalisis menunjukkan bahawa ia mengandungi 12% etanol mengikut isipadu. Perubahan dalam absorban yang dicatatkan dalam analisis, bagi arak ini adalah 0.45.

Dari keluk penentukuran, apakah amaun etanol yang ditambahkan kepada larutan ion-ion dikromat (VI) dalam 50.0 $\mu$ l sampel arak?

Kirakan kepekatan etanol dalam botol arak (dalam  $\text{cm}^3$  per  $\text{dm}^{-3}$ ) dengan menunjukkan langkah-langkah yang jelas dan **sahkan** nilai yang terdapat pada label botol arak itu adalah betul.

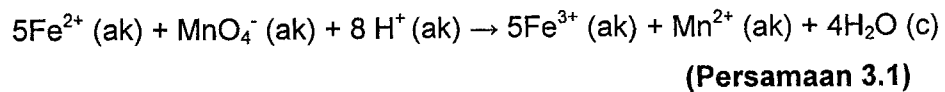
Diberikan: Ketumpatan etanol =  $0.789 \text{ g cm}^{-3}$ ;

JMR etanol =  $46 \text{ g/mol}$

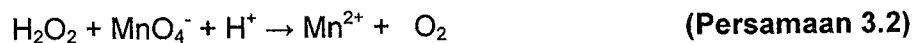
(30 markah)

3. [a] Dalam satu eksperimen untuk mencari kandungan ferum dalam satu sampel keluli, 1.40 g logam dilarutkan dengan cara pendidihan dalam asid. Kemudian semua ferum dalam larutan ditukarkan kepada keadaan pengoksidaan +2 dan larutan dicairkan kepada isipadu 100.0 cm<sup>3</sup> menggunakan asid sulfurik cair. 10.0 cm<sup>3</sup> alikuot larutan ini dititratkan dengan larutan 0.02 mol/dm<sup>-3</sup> kalium permanganat. Sebanyak 24.2 cm<sup>3</sup> larutan kalium permanganat diperlukan untuk mencapai takat akhir pentitratan.

Tindakbalas yang berlaku dalam pentitratan adalah:



- (i) Kirakan jisim ferum dalam sampel keluli (JAR Fe: 56.0)  
(10 markah)
- (ii) Kirakan peratus jisim ferum dalam keluli.  
(10 markah)
- [b] Dalam larutan berasid, kalium permanganat bertindakbalas dengan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> membentuk Mn<sup>2+</sup>:



- (i) Tulis satu persamaan seimbang bagi persamaan (3.2)  
(10 markah)
- (ii) Kirakan bilangan milliliter 0.1560M larutan KMnO<sub>4</sub> yang akan bertindakbalas dengan 28.9 mL isipadu 0.25 M larutan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>  
(20 markah)

- [c] Satu larutan hidrogen peroksida dianalisis dengan menambahkan sedikit berlebihan larutan piawai  $\text{KMnO}_4$  dan melakukan pentitratan-balik  $\text{KMnO}_4$  yang tidak bertindakbalas itu dengan larutan piawai  $\text{Fe}^{2+}$ . Sebanyak 0.587 g sampel dari larutan  $\text{H}_2\text{O}_2$  itu diambil dan 25.0 mL 0.0215 M larutan  $\text{KMnO}_4$  ditambahkan dan pentitratan-balik memerlukan sebanyak 5.10 mL 0.112 M larutan  $\text{Fe}^{2+}$ .

(Diberikan: JAR : Fe = 55.85; H = 1.0; O = 16.0 dan Mn = 54.9)

Berapakah peratus  $\text{H}_2\text{O}_2$  dalam sampel ?

(30 markah)

- [d] Zink ditentukan dengan cara pemendakan dan menimbang berat zink sebagai  $\text{Zn}_2\text{Fe}(\text{CN})_6$ .

(i) Berikan definisi faktor gravimetri.

(5 markah)

(ii) Berapakah berat zink yang terkandung dalam sampel yang mengandungi 0.348 g mendakan?

(10 markah)

(iii) Berapakah berat mendakan yang akan terbentuk dari 0.50 g zink?

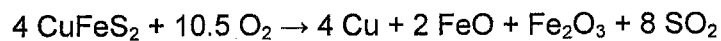
(Diberikan: JAR: Zn = 65.37; C = 12.01; Fe = 55.85; N = 14.01)

(5 markah)



4. [a] Kebanyakan mineral kuprum dijumpai dalam enapan hidrotermal di mana ia terbentuk secara pengabluran dari larutan panas yang terperangkap di bawah tanah pada tekanan tinggi.

Satu contoh mineral kuprum tersebut adalah kalkopirit  $\text{CuFeS}_2$ , yang mengandungi kedua-dua kuprum dan ferum dalam keadaan pengoksidaan +2. Mineral ini dileburkan dalam peralatan moden menggunakan cara pemanasan dengan udara:



(Persamaan 4.1)

- (i) Kuprum diturunkan dalam tindakbalas ini. Lengkapkan **Jadual 4.1** di bawah untuk menunjukkan **dua** unsur yang **dioksidakan** dalam tindakbalas.

**Jadual 4.1 : Keadaan pengoksidaan dan penurunan unsur-unsur dalam tindakbalas**

Unsur		Dari	Kepada
Kuprum	diturunkan	+2	?
?	dioksidakan	?	?
?	dioksidakan	?	?

(15 markah)

- (ii) Kirakan peratus jisim kuprum dalam satu sampel batuan yang mengandungi 0.50 % berat kalkopirit, dengan menganggap ia adalah satu-satunya sumber kuprum dalam batuan.

(Diberikan: JAR : Cu = 63.55; Fe = 55.85; S = 32.07)

(15 markah)

- [b] Kuprum dalam air garam berhampiran discas loji perawatan kumbahan ditentukan pada mulanya dengan cara pengekstrakkan pelarut di mana ia dipisahkan dan dikonsentratkan dari kelet dithiazon pada pH 3.0 masuk ke dalam metilena klorida dan kemudian penyejatan pelarut diikuti dengan pembakaran kelet untuk memusnahkan bahagian organik dan pentutratkan kuprum dengan EDTA.

Tiga-bahagian isipadu 1 L sampel masing-masing diekstrakkan dengan 25 mL bahagian metilena klorida dan ekstrak dicampurkan dalam satu kelalang volumetric 100 mL dan dicairkan ke isipadu. Satu 50 mL alikuot disejatkan, diabukan dan dititratkan.

Jika larutan EDTA itu mempunyai isipadu titer  $\text{CaCO}_3$  sebanyak 2.69 mg/mL and 2.67 mL diperlukan bagi pentitratkan kuprum, berapakah kepekatan kuprum dalam air laut dalam bahagian per juta? (Diberikan: JAR: Cu = 63.54; Ca = 40.08; C = 12.01 dan O = 16.0)

(25 markah)

- [c] Natrium hidroksida dan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  boleh dititratkan bersama untuk mencapai takat akhir fenolftalein ( $\text{OH}^- \rightarrow \text{H}_2\text{O}$ ;  $\text{CO}_3^{2-} \rightarrow \text{HCO}_3^-$ ).

Satu campuran  $\text{NaOH}$  and  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  yang dititratkan dengan 0.25 M  $\text{HCl}$ , memerlukan sebanyak 26.2 mL untuk mencapai takat akhir fenolftalein dan sebanyak 15.2 mL isipadu tambahan untuk mencapai perubahan takat akhir metil jingga.

Berapakah milligram  $\text{NaOH}$  dan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  yang wujud dalam campuran?

(Diberikan: JAR: Cu = 63.54; Ca = 40.08; C = 12.01 dan O = 16.0)

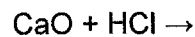
(20 markah)

- [d] Kirakan pH sebelum dan selepas penambahan 50.0 mL larutan titran 0.10 M  $\text{NaOH}$  ke dalam larutan yang mengandungi 25 mL 0.20 M  $\text{HA}$ .  
(Diberikan :  $K_a = 1.75 \times 10^{-5}$ )

(25 markah)

5. Tulang mengandungi satu campuran kompleks garam kalsium seperti kalsium karbonat dan bahan-bahan lain. Jika tulang tersebut dibakarkan, garam kalsium akan bertukar kepada oksida kalsium, CaO. Ini boleh dipisahkan dari bahan-bahan yang lain dengan melarutkannya dalam asid cair hidroklorik untuk membentuk larutan kalsium klorida, CaCl<sub>2</sub>.
- (a) Lukiskan satu rajah alir menunjukkan bagaimana kalsium karbonat dalam tulang ditukarkan kepada kalsium klorida. Tunjukkan formula sebatian-sebatian yang dihubungkan dengan anak panah berlabel.

Lengkap dan seimbangkan persamaan kimia bagi tindakbalas antara pepejal oksida kalsium dan asid hidroklorik cair dengan menunjukkan simbol-simbol keadaannya.



(10 markah)

- (b) Satu eksperimen telah menunjukkan bahawa 14.4 g oksida kalsium diperbuat daripada satu sampel tulang dengan jisim 50.0 g.

(Diberikan: JMR Ca = 40.08; O = 16.0)

Kirakan:

- (i) Amaun CaO dalam mol dalam 14.4 g  
(5 markah)
- (ii) Amaun Ca dalam mol dalam sampel tulang.  
(5 markah)
- (iii) Peratus jisim kalsium dalam tulang  
(5 markah)

(c) (i) Apakah dia tindakbalas pemendakan?  
(20 markah)

(ii) Namakan dua kaedah yang digunakan dalam penentuan klorida dalam satu sampel air laut, bezakan antara keduanya.

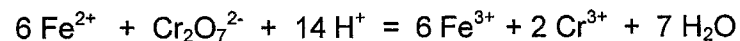
(15 markah)

(iii) Apakah dua jenis zat penunjuk yang biasa digunakan dalam tindakbalas pemendakan?

Berikan contoh-contoh yang sesuai bagi zat penunjuk tersebut.

(10 markah)

(d)  $\text{Fe}^{2+}$  and  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  bertindakbalas seperti berikut:



Pemalar keseimbangan bagi tindakbalas ini adalah  $1 \times 10^{57}$ . Kira kepekatan keseimbangan bagi spesi ferum dan kromium jika 10 mL 0.02 M  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  dalam 1.14 M HCl bertindakbalas dengan 10 mL 0.12 M  $\text{FeSO}_4$  dalam 1.14 M HCl.

(30 markah)

6. [a] Apakah dia fenomena spektrokimia?  
Huraikan secara ringkas sebarang tiga contoh fenomena spektroskopi yang mungkin berlaku disebabkan oleh beberapa proses pengujian atau penyerapan.  
(40 markah)
- [b] Terangkan secara ringkas Hukum Beer.  
(20 markah)
- [c] Satu larutan mengandungi kompleks thioerea Bismuth (III) mempunyai absorptiviti molar  $9.35 \times 10^3 \text{ L cm}^{-1} \text{ mol}^{-1}$  pada 470 nm.
- (i) Berapakah nilai absorban satu larutan kompleks  $2.52 \times 10^{-5} \text{ M}$  apabila diukur dalam sel berukuran 1.25 cm?  
(10 markah)
- (ii) Berapakah peratus transmittan larutan tersebut?  
(10 markah)
- [d] Satu 25.0-mL alikuot air Sg. Klang dirawat dengan satu agen penurunan yang lemah dan kemudian dengan berlebihan reagen 2, 9 - dimethyl -1, 10-phenanthroline. Reagen ini bertindakbalas dengan kuprum tetapi bukan dengan ferum (II). Selepas pencairan kepada isipadu 50.0 mL, larutan memberikan bacaan absorban sebanyak 0.388 pada 455 nm. Dari keluk penentukuran, bacaan absorban ini sepadan dengan kepekatan 3.1 ppm Cu.
- (i) Kirakan kepekatan kuprum dalam bahagian per juta dalam sampel asal.  
(10 markah)
- (ii) Jika ketumpatan sampel air adalah 1.00 g/mL, kirakan peratus kuprum dalam air.  
(10 markah)

7. [a] Lukiskan satu gambarajah skema komponen utama alatan spektrofotometri serapan atom. Terangkan.  
(20 markah)
- [b] Terangkan mengapa sumber sinaran dalam sesuatu alatan serapan atom lazimnya termodulat?  
(20 markah)
- [c] Kenapakah nyalaan nitrous oksida-asetilena suhu tinggi kadangkala diperlukan dalam spektrofotometri serapan atom?  
(20 markah)
- [d] Data berikut diperolehi dari penentuan unsur surih plumbum dalam satu sampel bijih menggunakan kaedah penyerapan atom:

**Jadual 7.1 : Data penyerapan atom pada pelbagai kepekatan Pb dalam satu sampel bijih**

Kepekatan Pb (ppm)	Absorbans
0.00	0.000
2.00	0.053
3.80	0.104
5.80	0.160
8.00	0.220
9.60	0.260
11.20	0.310
Sampel bijih	0.179

Kirakan kepekatan Pb dalam sampel bijih tersebut dalam unit ppm.

(40 markah)

Lampiran

## Jadual 1A

Values of  $t$  for  $\nu$  Degrees of Freedom for Various Confidence Levels<sup>a</sup>

$\nu$	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
$\infty$	1.645	1.960	2.576	2.807

<sup>a</sup> $\nu = N - 1 = \text{degrees of freedom}$ 

## Jadual 1B

Values of  $F$  at the 95% Confidence Level

$\nu_2$	$\nu_1 = 2$	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