

LAMPIRAN D3



PENYEMAKAN KERTAS SOALAN PEPERIKSAAN
Proof-reading of Examination Question Paper

Untuk Kegunaan Seksyen Peperiksaan dan Pengijazahan	
Nombor Sampul	
Tarikh Peperiksaan	
Sesi Peperiksaan	PAGI / PETANG

Gunakan satu proforma untuk satu kertas soalan peperiksaan.
Use separate proforma for each Question Paper

Kepada : Ketua Penolong Pendaftar
Seksyen Peperiksaan dan Pengijazahan

SAYA/KAMI TELAH MENYEMAK SALINAN-SALINAN KERTAS SOALAN PEPERIKSAAN BERTAIP YANG DISEBUTKAN DI BAWAH INI :

I/We have checked the typed copies of the Examination Paper stated below :

Kod Kursus : EBS 336/3 Tajuk Kursus : Analytical Chemistry
Course Code Course Title
Kimia Analitis

Jangka Masa Peperiksaan : 3 Jam Bilangan Muka Surat Bertaip : 13 + 1 Muka Surat Bilangan Soalan Yang Perlu Dijawab : 5 Soalan
Duration of Examination Hours Number of typed pages Pages Number of questions required to be answered Questions

Soalan-soalan dijawab atas : Questions to be answered in : Sila (✓) Please (✓)	BUKU JAWAPAN Answer Book	OMR OMR Form	JAWAB DALAM KERTAS SOALAN Answer In Question Paper
	✓		

DENGAN INI DISAHKAN BAHAWA KERTAS SOALAN PEPERIKSAAN INI ADALAH TERATUR, BETUL DAN SEDIA UNTUK DICETAK.
Certified that this question paper is in order, correct and ready for printing.

Nama Pemeriksa : Dr. Norlia Baharun Tandatangani : [Signature] Tarikh : 1/11/2016
Name of Examiner(s) Signature Date
Huruf Besar Dr. Norazharudin Shah Abokillah [Signature] 01/11/2016
In Block Capitals Dr. Suhaina Ismail [Signature] 27/10/16

Tandatangan dan Cop Rasmi : PROFESOR R. DR. MARIATTI JAAFAR Tarikh : 11/11/16
DEKAN/PENGARAH Timbatan Dekan Date
Signature and Official Stamp Akademik, Pelajar dan Alumni
Dean/Director Pusat Peng. Kej. Bahan & Sumber Mineral
Kampus Kejuruteraan

NOTA : Pemeriksa-pemeriksa yang menyemak kertas soalan peperiksaan adalah bertanggungjawab atas ketepatan isi kandungan kertas soalan peperiksaan berkenaan.
NOTE : Accuracy of the contents of the question paper is the responsibility of the Examiner(s) who set the question paper.

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

First Semester Examination
2016/2017 Academic Session

December 2016 / January 2017

EBS 336/3 – Analytical Chemistry [Kimia Analitis]

Duration : 3 hours
[Masa : 3 jam]

Please ensure that this examination paper contains THIRTEEN printed pages and ONE page APPENDIX before you begin the examination.
[Sila pastikan bahawa kertas peperiksaan ini mengandungi TIGA BELAS muka surat beserta SATU muka surat LAMPIRAN yang bercetak sebelum anda memulakan peperiksaan ini.]

This paper consists of SEVEN questions.
[Kertas soalan ini mengandungi TUJUH soalan.]

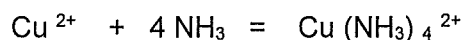
Instruction: Answer FIVE questions. If a candidate answers more than five questions only the first five questions answered in the answer script would be examined.
[Arahan: Jawab LIMA soalan. Jika calon menjawab lebih daripada lima soalan hanya lima soalan pertama mengikut susunan dalam skrip jawapan akan diberi markah.]

The answers to all questions must start on a new page.
[Mulakan jawapan anda untuk semua soalan pada muka surat yang baru.]

You may answer a question either in Bahasa Malaysia or in English.
[Anda dibenarkan menjawab soalan sama ada dalam Bahasa Malaysia atau Bahasa Inggeris.]

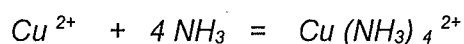
In the event of any discrepancies in the examination questions, the English version shall be used.
[Sekiranya terdapat sebarang percanggahan pada soalan peperiksaan, versi Bahasa Inggeris hendaklah digunapakai.]

1. [a] Copper forms a complex ion with ammonia that can be represented with the following reaction:



If the equilibrium constant for the reaction is 3.98×10^{12} , calculate the equilibrium concentration of Cu^{2+} in a solution containing $2.50 \times 10^{-2} \text{ M}$ $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4^{2+}$ and 0.14 M excess NH_3 .

Kuprum membentuk satu ion kompleks dengan ammonia seperti diwakili oleh tindakbalas berikutnya:



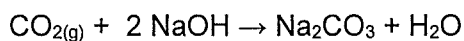
Jika pemalar keseimbangan bagi tindakbalas adalah 3.98×10^{12} , kirakan kepekatan keseimbangan Cu^{2+} dalam satu larutan yang mengandungi $2.50 \times 10^{-2} \text{ M}$ $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4^{2+}$ dan 0.14 M NH_3 yang berlebihan.

(25 marks/markah)

- [b] A sample of carbonate rock weighing 0.1428 g was pulverized and heated in a closed system with the evolution of CO_2 according to the reaction below:



A stream of nitrogen was used to sweep the CO_2 into 100.0 mL of 0.05172 M NaOH solution giving the reaction equation below:

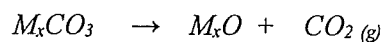


The excess NaOH required 28.14 mL of 0.1788 M HCl for titration. Calculate the % CaCO_3 in the sample.

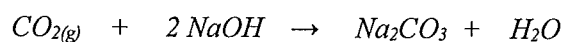
Given: Atomic weight $\text{Ca} = 40.0 \text{ g/mol}$, $\text{C} = 12.0 \text{ g/mol}$, $\text{O} = 16.0 \text{ g/mol}$.

...3/-

Satu sampel batuan karbonat dengan berat, 0.1428 g, dikisar halus dan dipanaskan secara tertutup dengan pembebasan gas CO_2 melalui tindakbalas berikut:



Satu aliran gas nitrogen digunakan untuk mengeluarkan gas CO_2 tersebut masuk ke dalam 100.0 mL larutan 0.05172 M NaOH memberikan persamaan tindakbalas berikut:



NaOH yang berlebihan memerlukan sebanyak 28.14 mL larutan 0.1788 M HCl untuk pentitratan. Kirakan % $CaCO_3$ dalam sampel.

Diberikan: Jisim atom relatif Ca = 40.0 g/mol, C = 12.0 g/mol, O = 16.0 g/mol

(40 marks/markah)

[c] (i) Calculate the pH of a 0.150 M of sodium oxalate solution.

Given:

$$\text{For } H_2C_2O_4, K_{a1} = 5.60 \times 10^{-2}$$

$$K_{a2} = 5.42 \times 10^{-5}$$

Kirakan pH satu larutan 0.150 M natrium oksalat.

Diberikan:

$$\text{Bagi } H_2C_2O_4, K_{a1} = 5.60 \times 10^{-2}$$

$$K_{a2} = 5.42 \times 10^{-5}$$

(20 marks/markah)

- (ii) A buffer solution is prepared by adding 25 mL of 0.05 M sulfuric acid solution to 50 mL of 0.10 M ammonia solution.

What is the pH of the buffer?

Given: $K_b = 1.75 \times 10^{-5}$

Satu larutan tampan disediakan dengan menambahkan sebanyak 25 mL 0.05 M larutan asid sulfurik kepada 50 mL 0.10 M larutan ammonia.

Apakah pH larutan tampan ini?

Diberikan: $K_b = 1.75 \times 10^{-5}$

(15 marks/markah)

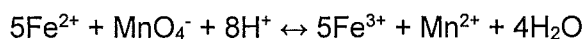
2. [a] Describe briefly the principles of complexation titration in the determination of Ca and Mg in dolomite using EDTA. Write the titration equations and the indicator-EDTA reactions describing the equivalence point determination.

Terangkan secara ringkas prinsip pentitratan kompleksometri dalam penentuan Ca dan Mg dalam dolomit menggunakan EDTA. Tuliskan persamaan pentitratan dan persamaan zat-penunjuk-EDTA dalam penentuan titik ekuivalen.

(30 marks/markah)

- [b] A sample of iron ore weighing 800 mg was treated with nitric acid, boiled to dryness and redissolved in dilute hydrochloric acid. After filtering to remove any undissolved silica, the liquid was passed through a Walden silver reductor. The collected sample then was titrated with 0.0210 M KMnO_4 , requiring 12.6 mL to reach the end point. Calculate the % Fe_2O_3 in the ore.

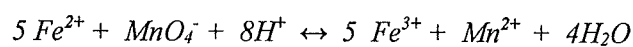
Reaction equation:



Given: Molecular weight of Fe_2O_3 is 160 g/mol

Satu sampel bijih besi dengan berat 800 mg dirawat dengan asid nitrik, dipanaskan hingga kering dan dilarutkan semula dengan larutan cair asid hidroklorik. Larutan ini dituras untuk menyingkirkan silika yang tak larut dan seterusnya melalui proses penurunan dalam "Walden silver redactor". Larutan akhirnya, dititratkan dengan 0.0210 M larutan $KMnO_4$, memerlukan sebanyak 12.6 mL untuk mencapai takat akhir. Kirakan % Fe_2O_3 dalam bijih.

Persamaan tindak balas:



Diberikan: Berat Molekul Fe_2O_3 adalah 160 g/mol.

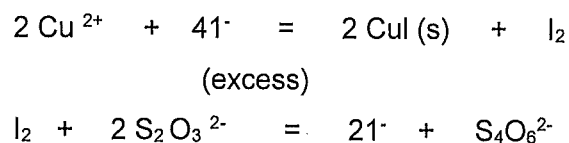
(40 marks/markah)

- [c] The iodine liberated by the action of excess KI on a sample of Cu^{2+} prepared from 0.2907 g of very pure copper wire consumed 28.37 mL of a solution of sodium thiosulfate in a titration to the starch end point.

Calculate the molar concentration of the sodium thiosulfate.

Given : AW Cu = 64 g/mol

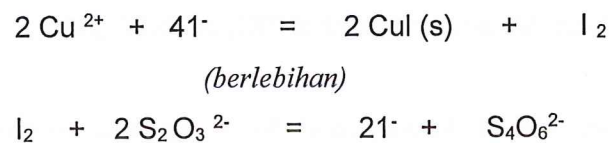
Chemical equipment:



Iodin yang dibebaskan dengan penambahan KI yang berlebihan ke atas satu sampel Cu^{2+} yang disediakan dari 0.2907 g dawai kuprum tulen memerlukan 28.37 mL larutan natrium tiosulfat dalam pentiratan menggunakan kanji sebagai titik akhir. Kirakan kepekatan molar natrium tiosulfat.

Diberikan : $JAR \text{ Cu} = 64 \text{ g/mol}$

Tindakbalas kimia :



(30 marks/markah)

3. [a] What is a masking agent?

Briefly explain with chemical equations, the function of a masking agent to eliminate Fe in the iodometric determination of copper.

Apakah satu agen masking?

Terangkan secara ringkas dengan tindakbalas kimia, fungsi suatu agen masking untuk menyingkirkan Fe dalam penentuan iodometri kuprum.

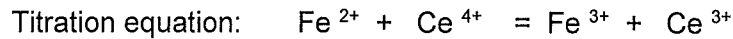
(25 marks/markah)

[b] The determination of dioxin in contaminated soil was conducted by the Environmental Protection Agency and the results obtained are as 28.4, 26.1, 26.7, 29.0, 28.3, 27.5 and 27.7 ppb. Calculate the confidence interval of the mean at 95% confidence level.

Penentuan dioksin dalam tanah yang telah dicemari dijalankan oleh Agensi Perlindungan Alam Sekitar dan keputusan yang diperolehi adalah 28.4, 26.1, 26.7, 29.0, 28.3, 27.5 and 27.7 ppb. Kirakan selang keyakinan bagi nilai purata pada paras 95%.

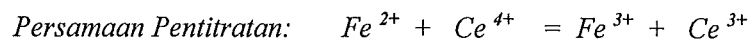
(35 marks/markah)

- [c] A sample of weight 961.4 mg containing titanium was dissolved and passed through a Jones (zinc-amalgam) reductor. The solution from the reductor, containing Ti^{3+} , was collected in 75 ml of 0.1 M $Fe_2(SO_4)_3$. The Fe^{2+} formed requires 26.73 mL of 0.05477 M Ce^{4+} for titration. Calculate the % TiO_2 in the sample.



Given: Molecular weight of TiO_2 is 95.88 g/mol

Satu sampel dengan berat 961.4 mg yang mengandung titanium telah dilarutkan dan dimasukkan ke dalam "Jones (zinc-amalgam) reductor". Larutan yang keluar dari alat ini, mengandung Ti^{3+} , dikumpulkan sebanyak 75 ml isipadu dalam 0.1 M $Fe_2(SO_4)_3$. Pentitratan Fe^{2+} yang terbentuk memerlukan 26.73 mL larutan 0.05477 M Ce^{4+} . Kirakan % TiO_2 dalam sampel.



Diberikan: Berat molekul TiO_2 adalah 95.88 g/mol.

(40 marks/markah)

4. [a] Volhard method involves the indirect determination of chloride. Briefly explain the principles of Volhard Method in precipitation titration.

Kaedah Volhard melibatkan penentuan tak-langsung klorida. Terangkan secara ringkas prinsip kaedah Volhard dalam pentitratan pemendakan.

(25 marks/markah)

- [b] The air inside a nickel refinery was analyzed for gaseous SO_2 on two successive days as shown in Table I. The method used is known to yield a standard deviation of 0.093 ppm SO_2 . Are the two means significantly different at 95% confidence level?

Udara di dalam satu loji penulenan nikel dianalisisakan untuk gas SO_2 pada dua hari berturut-turut seperti yang ditunjukkan dalam Jadual I. Kaedah yang digunakan ini diketahui memberikan sisihan piawai 0.093 ppm SO_2 . Adakah wujud perbezaan yang bermakna antara kedua-dua nilai purata ini pada paras keyakinan 95%?

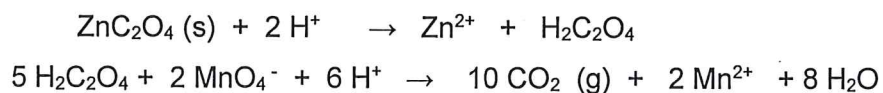
Table I : Analysis of gaseous SO_2 in the airJadual I: Analisis gas SO_2 dalam udara

Day Hari	Mean concentration SO_2 (g) Purata kepekatan SO_2 (g) (ppm)	Number of measurements Bilangan pengukuran
1	8.63	6
2	8.84	5

(40 marks/markah)

- [c] The zinc carbonate in a 3.0591 g sample of smithsonite ore was dissolved in acid and separated from the remaining insoluble substances. This solution was treated with an excess of oxalic acid and then made basic to precipitate ZnC_2O_4 . The precipitate formed was dissolved in 0.5 M H_2SO_4 , and the titration of the liberated oxalic acid requires 26.14 mL of 0.01875 M of $KMnO_4$. Calculate the % $ZnCO_3$ in the ore.

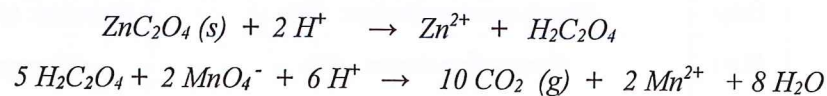
The reaction equations:



Given: MWt .of $ZnCO_3$ is 125.39 g/mol.

Kandungan zink karbonat dalam 3.0591 g sampel bijih smithsonit telah dilarutkan dalam asid dan dipisahkan dari bahan baki yang tak larut. Larutan ini dirawat dengan asid oksalik yang berlebihan dan dijadikan ia bersifat basa untuk memendakkan ZnC_2O_4 . Mendakan yang terbentuk dilarutkan dalam 0.5 M H_2SO_4 , dan pentitratan asid oksalat yang terbentuk memerlukan 26.14 mL larutan 0.01875 M $KMnO_4$. kirakan % $ZnCO_3$ dalam bijih.

Persamaan tindakbalas:



Diberikan: Berat molekul $ZnCO_3$ adalah 125.39 g/mol.

(35 marks/markah)

5. [a] State the uses of atomic absorption spectroscopy (AAS) and describe the principle of atomic absorption. Draw a schematic diagram of the basic instrumental parts of the equipment and describe the use of the following components: Fuel, atomizer, monochromatic light source and monochromatic detector.

Nyatakan kegunaan penyerapan atom spektroskopi dan huraikan prinsip penyerapan atom. Lukiskan gambarajah skema bahagian-bahagian asas instrumen tersebut dan huraikan kegunaan komponen-komponen berikut : Bahan api, pengabus, sumber cahaya monokromatik dan pengesan monokromatik.

(50 marks/markah)

- [b] Describe the basic differences between atomic emission and atomic absorption.

Huraikan perbezaan-perbezaan asas antara pancaran atom dan penyerapan atom?

(20 marks/markah)

- [c] The presence of Arsenic in gold mining waste water may have contributed to a cancer risk. A sample of gold mining waste water was analyzed using AAS spectroscopy, along with six standard solutions. Plot the calibration curve to find the concentration of the Arsenic in gold mining waste water.

Kehadiran Arsenik dalam air sisa lombong emas mungkin menyumbang kepada risiko kanser. Sampel kajian terdiri daripada air sisa lombong emas yang dianalisa dengan menggunakan AAS, bersama dengan enam larutan piawai. Plotkan keluk penentukuran untuk mencari kepekatan Arsenik dalam air sisa lombong emas.

Table 2- Analysis of As concentration in gold mining waste water by AAS

Jadual 2: Analisis kepekatan As dalam air sisa lombong emas menggunakan AAS.

Arsenic concentration ($\mu\text{g dm}^{-3}$) <i>Kepekatan Arsenic ($\mu\text{g dm}^{-3}$)</i>	Absorbance at $\lambda=193.7\text{nm}$ <i>Keserapan pada $\lambda=193.7\text{nm}$</i>
1.00	0.062
2.00	0.121
3.00	0.193
4.00	0.275
5.00	0.323
6.00	0.376
Sample <i>Sampel</i>	0.215

(30 marks/markah)

6. 25 ml aliquots of sample are pipetted into four beakers, and 0, 100, 200 and 300 μL of 500 mg/L standard solution added. The absorbances were measured, and a graph prepared as shown in Figure 1. The absorbance of the sample was found to be 0.118.

25 ml alikuot sampel telah dipipet ke dalam empat bikar dan 0, 100, 200 dan 300 μL larutan piawai 500 mg/L telah ditambah. Keserapan diukur, dan graf disediakan seperti ditunjukkan dalam Rajah 1. Keserapan sampel adalah 0.118.

- [a] Calculate the mass added in the 100 μL aliquot.

Kirakan jisim yang ditambah dalam alikuot.

(10 marks/markah)

- [b] Use the volume from [a] to complete the horizontal axis, scale-each division is equal to this value.

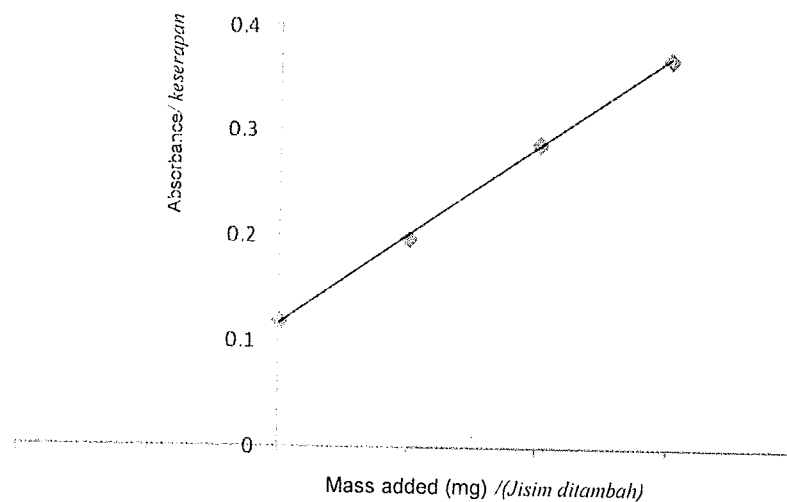


Figure 1: Standard addition calibration curve

Rajah 1 : Keluk penentuan piawai tambahan

(10 marks/markah)

- [c] Estimate the mass of analyte in the analysed sample from the graph in Figure 1.

Anggarkan jisim analit dalam sampel yang dianalisis daripada graf dalam Rajah 1.

(20 marks/markah)

- [d] The line slope was 1.694. Calculate the exact mass of analyte.

Garis cerun adalah 1.694. Kira jisim sebenar analit.

(30 marks/markah)

- [e] Calculate the concentration of analyte in the sample in mg/L. Assume the additional volume do not cause any changes in the volume from 250 mL.

Kira kepekatan analit di dalam sampel dalam mg/L. Andaikan jumlah yang ditambah tidak menyebabkan sebarang perubahan isipadu dari 250 mL.

(30 marks/markah)

7. [a] With the aid of FIVE keywords, tabulate and differentiate between XRF and XRD.

Dengan bantuan LIMA kata kunci, jadualkan dan bezakan di antara XRF dan XRD.

(30 marks/markah)

- [b] A glass sample was sent for XRD analysis. With the aid of a sketch, discuss in detail what you think the results would be and why the results are as such. Your answer should be based on the fundamental theories of XRD.

Satu sampel kaca telah dihantar untuk analisis XRD. Dengan bantuan lakaran, terangkan dengan jelas apakah yang anda fikir sebagai keputusan yang mungkin dan mengapa keputusan tersebut sedemikian. Jawapan anda seharusnya berdasarkan kepada teori asas XRD.

(20 marks/markah)

- [c] With the aid of a table, distinguish FOUR advantages and disadvantages of XRF analysis.

Dengan bantuan jadual, jelaskan EMPAT kelebihan dan kekurangan analisis XRF.

(20 marks/markah)

- [d] Explain the principles of XRF. Clarify the Auger electron emission phenomena and its effect on the XRF yield.

Terangkan prinsip-prinsip XRF. Jelaskan fenomena emisi elektron Auger dan kesannya pada hasil XRF.

(30 marks/markah)

APPENDIX 1**LAMPIRAN 1**Table 3.1: Values of t for ν , Degrees of freedom for various confidence level*Jadual 3.1 : Nilai - nilai t bagi ν , darjah kebebasan bagi pelbagai paras keyakinan*

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

