

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Semester Kedua
Sidang Akademik 1999/2000

Februari 2000

KAT 244 - Kaedah Pemisahan

[Masa : 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 (4 muka surat).

1. (a) Pengekstrakan pelarut melibatkan keseimbangan primer dan sekunder.
 - (i) Turunkan hubungan nisbah taburan suatu spesies dengan kepekatan asid di dalam fasa akueus.
 - (ii) Terangkan apakah yang terjadi apabila keasidan fasa akueus terlalu tinggi, sederhana dan terlalu rendah (larutan berbes).(12 markah)
- (b) Semasa pengekstrakan pelarut dengan pelarut tertentu akan menyebabkan sesuatu spesies akan terjadi pendimeran. Tunjukkan bagaimana pendimeran berlaku kepada suatu spesies tertentu dan turunkan persamaan nisbah taburannya.
(8 markah)
2. (a) Tunjukkan struktur gel silika yang biasa digunakan di dalam kromatografi. Terangkan peranan kumpulan silanol dipermukannya.
(8 markah)
- (b) Fasa cecair dapat terlekat kepada sokong secara fizikal di dalam kromatografi gas-cecair sedang di dalam kromatograf cecair-cecair perlu terikat secara kimia. Tunjukkan fasa cecair tertentu di dalam kedua-dua jenis kromatografi tersebut dan jelaskan perbezaan yang dinyatakan di atas.
(12 markah)

3. (a) Bincangkan prinsip kromatografi bendalir supergenting. Apakah kelebihanannya berbanding dengan kromatografi gas dan kromatografi cecair?

(12 markah)

- (b) Suatu kelat logam-APDC (ammonium pirolidinaditiokarbamat) mempunyai nisbah taburan 10.0 bagi pengekstrakan daripada larutan akueus pada pH 3 ke dalam metil isobutil keton (MIBK). Kira bilangan pengekstrakan yang diperlukan menggunakan 25.0 mL bahagian MIBK untuk mengekstrak 99.9% logam tersebut daripada 50.0 mL sampel urin pada pH 3.

(8 markah)

4. (a) Suatu logam A telah diekstrak sebanyak 95% ke dalam metilena klorida dengan ditizon pada pH 6 apabila isipadu sama pelarut akueus dan organik digunakan. Logam B pula diekstrak sebanyak 5% di bawah keadaan sama. Kira kecekapan pemisahan bagi kedua-dua logam ini pada pH 6.

(8 markah)

- (b) Apakah yang dimaksudkan dengan *keupayaan zeta dalam kromatografi elektroforesis zon rerambut (EZR) dan apakah kesannya terhadap pergerakan larutan penimbal elektrolit di dalam rerambut? Terangkan.

(6 markah)

- (c) Berikan empat jenis resin penukar ion dan bagi setiap jenis nyatakan kumpulan penukar berfungsi masing-masing.

(6 markah)

5. (a) Dengan berbantuan gambar rajah, jelaskan prinsip kromatografi ion.

(10 markah)

- (b) Dalam kromatografi gas, analisis ruang kepala (head space) adalah suatu teknik yang biasa digunakan untuk penskrinan dadah. Terangkan bagaimana ia dilakukan.

(5 markah)

- (c) Pelarut berikut adalah antara pelarut yang biasa digunakan dalam kromatografi cecair prestasi tinggi (KCPT).

I. Air; II. Aseton; III. Etanol; IV. Etil asetat; V. Heksana;
VI. Kloroform; VII. Sikloheksana; VIII. Toluena.

Susun kekutuban pelarut-pelarut ini dalam tertib menaik.

(5 markah)

6. (a) Bandingkan skop kromatografi cecair prestasi tinggi (KCPT) dengan kromatografi lapisan nipis prestasi tinggi (KLNPT).

(10 markah)

- (b) Suatu zat terlarut dengan nisbah taburan antara dua pelarut bernilai 2.4 hendak dituliskan menggunakan taburan lawan arus. Berapakah pecahan zat terlarut dalam tabung pertama selepas 15 kali pemindahan?

(6 markah)

- (c) Berikan empat teknik pengesanan bintik yang digunakan dalam kromatografi lapisan nipis dan jenis sebatian yang dikesan bagi setiap teknik.

(4 markah)

7. (a) Bandingkan pengesanan-pengesanan kromatografi gas berikut daripada segi cara kerja, kepekaan dan jenis sebatian yang dapat dikesan:

(i) Pengesanan pengionan nyala (FID).

(ii) Pengesanan penangkapan electron (ECD).

(12 markah)

(b) Berikan prinsip asas dan contoh pemisahan menggunakan kaedah kromatografi berikut:

- (i) Kromatografi penyisihan saiz.
- (ii) Kromatografi afiniti.

(8 markah)

oooOooo