



UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Final Examination
2016/2017 Academic Session

May/June 2017

JIK 321 – Analytical Chemistry II
[Kimia Analitis II]

Duration : 3 hours
[Masa : 3 jam]

Please ensure that this examination paper contains **TEN** printed pages before you begin the examination.

Answer **FIVE** questions. Answer the questions in English. You may also answer the questions in Bahasa Malaysia, but not a mix of both languages.

All answers must be written in the answer booklet provided.

Each question is worth 20 marks and the mark for each sub question is given at the end of that question.

In the event of any discrepancies in the exam questions, the English version shall be used.

*Sila pastikan bahawa kertas peperiksaan ini mengandungi **SEPULUH** muka surat yang bercetak sebelum anda memulakan peperiksaan ini.*

*Jawab **LIMA** soalan. Jawab soalan-soalan dalam Bahasa Inggeris. Anda juga dibenarkan menjawab soalan dalam Bahasa Malaysia, tetapi campuran antara kedua-dua bahasa ini tidak dibenarkan.*

Setiap jawapan mesti dijawab di dalam buku jawapan yang disediakan.

Setiap soalan bernilai 20 markah dan markah subsoalan diperlihatkan di penghujung subsoalan itu.

Sekiranya terdapat sebarang percanggahan pada soalan peperiksaan, versi Bahasa Inggeris hendaklah diguna pakai.

Answer any **FIVE** questions.

Jawab mana-mana LIMA soalan.

1. (a) Explain the following concepts/items given below, use appropriate diagrams if needed.
- (i) Fluorescence process.
 - (ii) Frequency of a light wave.
 - (iii) Calibration curve / graph for atomic spectroscopy.
 - (iv) Isotope ratio.
 - (v) Quadrupole mass analyser in mass spectrometry.

Terangkan konsep-konsep/perkara-perkara yang diberikan di bawah, gunakan gambar rajah yang sesuai jika perlu.

- (i) Proses pendarflor.*
- (ii) Frekuensi suatu gelombang cahaya.*
- (iii) Keluk/graf tentukan untuk spektroskopi atom.*
- (iv) Nisbah isotop.*
- (v) Penganalisis kuadropol jisim dalam spektrometri jisim.*

(10 marks/markah)

- (b) Draw a schematic diagram of a gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) system. Label all the components.

Lukis gambar rajah skematik suatu sistem kromatografi gas-spektrometri jisim (GC-MS). Labelkan semua komponen.

(5 marks/markah)

- (c) What are the advantages of GC-MS technique compared to conventional chromatography with flame ionisation detector (FID) or electron capture detector (ECD)?

Apakah kelebihan teknik GC-MS berbanding kromatografi konvensional dengan pengesanan FID atau ECD?

(5 marks/markah)

2. (a) The following standard solutions were used in the determination of Cr in tap water supplied to a remote area near Keningau, Sabah. A graphite furnace atomic absorption spectrometer equipped with a slot furnace was used in the process.

Larutan-larutan piawai berikut digunakan untuk penentuan Cr dalam air paip yang dibekalkan ke kawasan terpencil berhampiran Keningau, Sabah. Suatu spektrometer penyerapan atom dengan relau grafit yang dilengkapi dengan relau slot telah digunakan dalam proses tersebut.

Solution	Cr concentration (ppb)	Absorbance
Standard solution 1	1.0	0.11
Standard solution 2	10.0	1.2
Standard solution 3	50.0	5.9
Standard solution 4	100.0	12.0
Standard solution 5	200.0	24.2
Standard solution 6	300.0	36.6
Standard solution 7	500.0	60.6
Standard solution 8	800.0	110.0
Standard solution 9	900.0	110.5
Standard solution 10	1000.0	111.6

- (i) Construct an appropriate calibration curve based on those standard solutions (Graph paper is not needed for this purpose)
- (ii) Determine the molar absorptivity or absorption coefficient of Cr so that its value can be used for calculations of Cr concentrations using Beer's Law.
- (i) *Bina keluk tentukan yang sesuai berdasarkan pada larutan-larutan piawai yang digunakan (kertas graf tidak diperlukan untuk untuk tujuan ini)*
- (ii) *Tentukan nilai keserapan molar atau pekali penyerapan Cr supaya nilai itu boleh digunakan untuk pengiraan kepekatan Cr menggunakan Hukum Beer.*

(10 marks/markah)

- (b) Inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) is a very powerful analytical tool that has been used in many applications in various fields. Discuss four advantages of the techniques that makes it superior to other traditional spectroscopic techniques such as flame atomic absorption and flame atomic emission spectroscopies.

Plasma teraruh digabung dengan spektrometri jisim (ICP-MS) adalah alat analisis yang sangat ampuh yang telah digunakan untuk kebanyakan aplikasi dalam pelbagai bidang. Bincangkan empat kelebihan teknik itu yang menjadikannya lebih unggul berbanding teknik spektroskopi tradisional yang lain seperti spektroskopi penyerapan atom nyala dan spektroskopi pemancaran atom nyala.

(10 marks/markah)

3. (a) The following data was obtained from a gas chromatographic analysis of a group of halogen containing compounds.

Data berikut diperoleh daripada analisis dengan kromatografi gas sekumpulan sebatian yang mengandungi halogen.

Column: Supelco SP-2300, 30m, 0.29 mm i.d.

Condition: $T_i = 60^\circ\text{C}$; $T_f = 150^\circ\text{C}$; Ramping rate = $5^\circ/\text{min}$

Peak number	t_R (min)	Ion Count
1	1.95	22359.5
2	2.43	1348876.5
3	2.59	67553.0
4	2.72	191120.0
5	10.33	972372.5
6	12.40	70224.0
7	13.38	43338.5
8	16.42	66851.0

- (i) Was a normal column or a capillary column used in the analysis?
- (ii) Was the analysis done using isothermal or temperature programmed condition?
- (iii) How can you tell that the detector used was a mass spectrometer?
- (iv) Suggest a way(s) to improve the analysis specifically on how to better resolve peaks numbers 1 – 4.

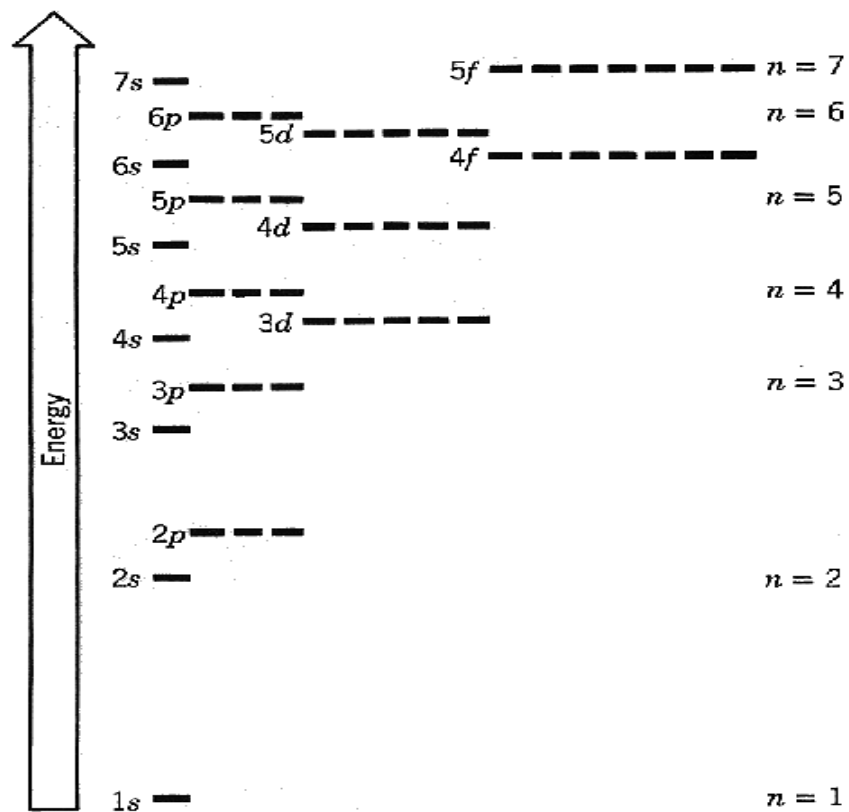
- (i) *Adakah turus biasa atau turus kapilari digunakan dalam analisis?*
- (ii) *Adakah analisis dilakukan dengan menggunakan keadaan isothermal atau keadaan suhu terprogram?*
- (iii) *Bagaimana anda boleh mengetahui pengesanan yang digunakan adalah suatu spektrometer jisim?*
- (iv) *Cadangkan suatu cara (cara-cara) untuk memperbaiki analisis khususnya bagaimana untuk memisahkan dengan lebih baik puncak-puncak nombor 1-4.*

(10 marks/markah)

...6/-

- (b) Using the following atomic orbital energy diagram as a guide, show (by using arrows and lines) an excitation process, an absorption process and an emission process involving three different electrons:

Dengan menggunakan gambarajah tenaga orbital atom berikut sebagai panduan, tunjukkan (dengan menggunakan anak panah dan garisan) suatu proses pengujaan, suatu proses penyerapan dan suatu proses pemancaran yang melibatkan tiga elektron yang berbeza.



(10 marks/markah)

4. (a) High performance liquid chromatography (HPLC) deals with liquid samples at high pressures whereas mass spectrometer (MS) operates at normal temperatures and requires high vacuum conditions. Describe in detail how these very conflicting conditions are taken care of in the process of combining the two techniques resulting in a hybrid technique known as HPLC-MS. Use appropriate diagram if needed to clarify your explanation.

Kromatografi cecair berprestasi tinggi (HPLC) melibatkan sampel cecair pada tekanan tinggi manakala spektrometer jisim (MS) beroperasi pada suhu biasa dan memerlukan keadaan vakum yang tinggi. Terangkan secara terperinci bagaimana keadaan yang sangat bercanggah ini diambil kira dalam proses penggabungan kedua-dua teknik untuk menghasilkan teknik hibrid dikenali sebagai HPLC-MS. Gunakan gambar rajah yang sesuai jika perlu untuk menjelaskan penerangan anda.

(10 marks/markah)

- (b) Separation of the compounds 2,3,7,8-tetrachloro-dibenzo-*p*-dioxins and numerous other dioxin isomers are usually done using capillary gas chromatography due to the required high efficiency of separation. In addition, 2,3-dichloro-7,8-dibromo and 2,3,7,8-tetrabromo isomers are sometimes found in the sample, making the separation and identification more difficult. How can gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) technique be used to distinguish the dioxins from the 2,3-dichloro-7,8-dibromo and 2,3,7,8-tetrabromo isomers?

*Pemisahan sebatian 2,3,7,8-tetrakloro-dibenzo-*p*-dioksin dan banyak isomer dioksin lain biasanya dilakukan dengan menggunakan kromatografi gas kapilari kerana keperluan kecekapan pemisahan yang tinggi. Di samping itu, isomer 2,3-dikloro-7.8-dibromo dan 2,3,7,8-tetrabromo kadang kala ada di dalam sampel membuatkan pemisahan dan pengenalan lebih sukar. Bagaimanakah teknik kromatografi gas spektrometri jisim (GC-MS) boleh digunakan untuk membezakan dioksin daripada isomer 2,3-dikloro-7.8-dibromo dan isomer 2,3,7,8-tetrabromo?*

(10 marks/markah)

5. For the following samples, suggest a method/technique that can be used to satisfactorily perform the required analysis. The method/technique can be spectroscopic, chromatographic or a combination of both. Explain your choice.
- (a) Samples from two brands of diesel oils. The major and minor components in the two brands need to be identified.
 - (b) A sweet smelling essential oil extracted from wild flowers found in Crocker Range, Sabah. The structures and identities of the various components needs to identified.
 - (c) A fresh water sample with a slightly pungent smell obtained from a lake in Ranau is suspected to be polluted with various organic compounds. The organic compounds need to be identified and determined at ppm levels.
 - (d) A brackish water sample collected from a swampy area full of sago trees. Heavy metals such as Pb, Cd, Hg and Zn need to be determined up to ppb levels.
 - (e) Tissue samples digested from internal organs of a migratory bird. Identities of the protein compounds found in those tissues need to be identified.

Bagi sampel-sampel berikut, cadangkan kaedah/teknik yang boleh digunakan untuk melaksanakan analisis yang diperlukan dengan memuaskan. Kaedah/teknik boleh berbentuk spektroskopi, kromatografi atau gabungan kedua-duanya. Terangkan pilihan anda.

- (a) Sampel dari dua jenama minyak disel. Komponen utama dan komponen kecil dalam kedua-dua jenama perlu dikenal pasti.*
- (b) Pati minyak berbau manis diekstrak daripada bunga liar yang terdapat di Banjaran Crocker, Sabah. Struktur dan identiti pelbagai komponen perlu dikenalpasti.*
- (c) Sampel air tawar yang bau busuk sedikit diperolehi dari satu tasik di Ranau disyaki tercemar dengan pelbagai sebatian organik. Sebatian-sebatian organik itu perlu dikenal pasti dan ditentukan pada tahap ppm.*
- (d) Sampel air payau diambil dari kawasan paya yang dipenuhi pokok-pokok sagu. Logam berat seperti Pb, Cd, Hg dan Zn perlu ditentukan sehingga ketahap ppb.*
- (e) Sampel-sampel tisu dicerna daripada organ-organ dalaman seekor burung penghijrah. Identiti sebatian-sebatian protein yang terdapat dalam tisu itu perlu dikenal pasti.*

(20 marks/markah)

6. Soursop fruit has been claimed to be an excellent source of herbal extracts with high antioxidant properties that can prevent chronic diseases. Describe the following processes that are needed in order to isolate and identify the components in soursop extract for further study:
- (a) Extraction process involving the fruit including the peel.
 - (b) Separation of the herbal extract from the unwanted interference.
 - (c) Determination of the concentration of the various components in herbal extract via a suitable analytical technique/instrument including the quantification method used.

Buah durian belanda dikatakan menjadi sumber yang sangat baik untuk ekstrak herba dengan sifat-sifat antioksidan yang tinggi yang dapat mencegah penyakit-penyakit kronik. Terangkan proses-proses berikut yang diperlukan untuk mengasingkan dan mengenalpasti komponen-komponen dalam ekstrak durian belanda untuk kajian lebih lanjut:

- (a) *Proses pengekstrakan yang melibatkan buah termasuk kulitnya.*
- (b) *Pengasingan ekstrak herba daripada bahan gangguan yang tidak diingini.*
- (c) *Penentuan kepekatan pelbagai komponen dalam ekstrak herba berkenaan melalui teknik/peralatan analisis yang sesuai termasuk kaedah kuantifikasi yang digunakan.*

(20 marks/markah)