



Final Examination
2017/2018 Academic Session

May/June 2018

JIK326 – Analytical Chemistry I
[Kimia Analitis I]

Duration : 3 hours
[Masa : 3 jam]

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

Answer **FIVE (5)** 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 **TIGA BELAS** muka surat yang bercetak sebelum anda memulakan peperiksaan ini.*

*Jawab **LIMA (5)** 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.

...2/-

Answer any **FIVE (5)** questions.

Jawab mana-mana LIMA (5) soalan.

1. (a). Briefly describe the following concepts/items, use appropriate diagrams/equations/formulas/examples if needed:

- (i). confidence level in Q-test and t-test
- (ii). semi-permeable membrane used in dialysis
- (iii). complexing agent for precipitation
- (iv). universal/general detector for gas chromatography
- (v). capillary electrophoresis

Huraikan dengan ringkas konsep/perkara berikut, gunakan gambar rajah/persamaan/formula/ccontoh-contoh yang sesuai jika perlu:

- (i). *tahap keyakinan dalam ujian-Q dan ujian-t*
- (ii). *membran separa telap yang digunakan dalam dialisis*
- (iii). *ejen pengkompleks untuk pemendakan*
- (iv). *pengesan universal/pengesan am untuk kromatografi gas*
- (v). *elektroforesis kapilari*

(10 marks/markah)

(b). Describe the process of liquid extraction of a solid sample using Soxhlet extractor. Use appropriate diagrams/examples to clarify your answer.

Huraikan proses pengekstrakan cecair sampel pepejal menggunakan pengekstrak Soxhlet. Gunakan gambar rajah/ccontoh yang sesuai untuk menjelaskan jawapan anda.

(5 marks/markah)

- (c). Propose a method or technique that can be used to extract volatile compounds from a sample to be further analysed using gas chromatography.

Cadangkan kaedah atau teknik yang boleh digunakan untuk mengekstrak sebatian-sebatian mudah meruap dari suatu sampel untuk dianalisis selanjutnya menggunakan kromatografi gas.

(5 marks/markah)

2. (a). Describe the similarities and differences between osmosis and dialysis processes.

Please use relevant examples to clarify your answer.

Huraikan persamaan dan perbezaan antara proses osmosis dan dialisis. Sila gunakan contoh yang relevan untuk menjelaskan jawapan anda.

(5 marks/markah)

- (b). Cations of various metals in aqueous solutions have been found to be easily separated from one another by initially precipitating them as sulphides. Explain the factors that can assist the separation of those elements in the form of sulphide ions.

Kation pelbagai logam dalam larutan akueus didapati mudah dipisahkan dari satu sama lain dengan memendakkannya sebagai sulphida pada tahap permulaan. Terangkan faktor-faktor yang boleh membantu pemisahan unsur-unsur itu dalam bentuk ion sulfida.

(5 marks/markah)

- (c). The following data was obtained from a GC-MS analysis done at six different testing laboratories as part of the company's instrument certification process. Identical operating conditions were used and compound identified as peak no. 4 was the standard used in the certification process:

...4/-

- 4 -

Data berikut diperoleh daripada analisis GC-MS yang dilakukan di enam makmal ujian yang berbeza sebagai sebahagian daripada proses pensijilan instrumen syarikat. Keadaan operasi yang sama digunakan dan sebatian dikenal pasti sebagai puncak no. 4 ialah piawaian yang digunakan dalam proses pensijilan:

T. CENTRE 1

| Peak No. | t _r (min) | Count |
|----------|----------------------|--------|
| 1 | 0.45 | 45 920 |
| 2 | 1.50 | 3 695 |
| 3 | 1.75 | 5 245 |
| 4* | 2.62 | 22 565 |
| 5 | 3.20 | 4 985 |

T. CENTRE 4

| Peak No. | t _r (min) | Count |
|----------|----------------------|--------|
| 1 | 0.44 | 45 720 |
| 2 | 1.55 | 3 605 |
| 3 | 1.70 | 5 205 |
| 4* | 2.50 | 22 605 |
| 5 | 3.25 | 4 905 |

T. CENTRE 2

| Peak No. | t _r (min) | Count |
|----------|----------------------|--------|
| 1 | 0.40 | 45 920 |
| 2 | 1.50 | 3 695 |
| 3 | 1.75 | 5 245 |
| 4* | 2.60 | 22 665 |
| 5 | 3.20 | 4 985 |

T. CENTRE 5

| Peak No. | t _r (min) | Count |
|----------|----------------------|--------|
| 1 | 0.48 | 45 900 |
| 2 | 1.50 | 3 600 |
| 3 | 1.65 | 5 200 |
| 4* | 2.70 | 22 700 |
| 5 | 3.10 | 4 985 |

T. CENTRE 3

| Peak No. | t _r (min) | Count |
|----------|----------------------|--------|
| 1 | 0.35 | 45 900 |
| 2 | 1.55 | 3 700 |
| 3 | 1.75 | 5 200 |
| 4* | 2.65 | 22 000 |
| 5 | 3.10 | 4 995 |

T. CENTRE 6

| Peak No. | t _r (min) | Count |
|----------|----------------------|--------|
| 1 | 0.45 | 45 950 |
| 2 | 1.50 | 3 670 |
| 3 | 1.70 | 5 240 |
| 4* | 2.60 | 22 690 |
| 5 | 3.25 | 4 980 |

...5/-

- (i). Calculate the standard deviation and relative standard deviation for the certification process.
- (ii). Is the average value of ion count obtained for peak no. 4 significantly different or not from the certified value given?
[Certified value for peak no.4: $t_R = 2.65$; Ion count = 22 950]
- (iii). Using appropriate statistical test, decide whether the ion count data for peak no. 4 in T.CENTRE 3 can be used or should be rejected.

- (i). *Kira sisihan piawai dan sisihan piawai relatif untuk proses pensijilan itu.*
- (ii). *Adakah nilai purata kiraan ion yang diperolehi untuk puncak no. 4 sangat berbeza atau tidak daripada nilai yang diperakui yang diberikan?*
[Nilai yang diperakui untuk puncak no.4: $t_R = 2.65$; Kiraan Ion = 22 950]
- (iii). *Dengan menggunakan ujian statistik yang sesuai, tentukan sama ada data pengiraan ion untuk puncak no. 4 di T.CENTRE 3 boleh digunakan atau harus ditolak.*

(10 marks/markah)

3. (a). Separation of ionic species from their oxide compounds is usually done by extraction instead of acidic/basic precipitation. Discuss **TWO (2)** factors that lead to that preference.

*Pemisahan spesies ionik dari sebatian oksida asal biasanya dilakukan dengan pengekstrakan dan bukannya pemendakan berasid/bes. Bincangkan **DUA (2)** faktor yang mengarah kepada pilihan itu.*

(5 marks/markah)

- (b). Scandium iodide when added to mercury vapour lamps can produce a very intense light source with a colour resembling sunlight. One way of obtaining Sc is by extraction from the mineral gadolinite. A 20 mL aqueous solution containing 5 μg Sc^{3+} was extracted using an organic solvent. The extraction process was repeated three times, each time using 30 mL of fresh solvent. Calculate the Sc^{3+} that remained unextracted after the process was completed. Distribution coefficient for Sc^{3+} in the process is given as 445.

Skandium iodida apabila ditambahkan kepada lampu wap merkuri boleh menghasilkan sumber cahaya yang kuat dengan warna yang menyerupai sinar matahari. Satu cara mendapatkan Sc adalah dengan pengekstrakan dari mineral gadolinit. Larutan aqueous 20 mL yang mengandungi 5 μg Sc^{3+} diekstrak dengan menggunakan suatu pelarut organik. Proses pengekstrakan telah diulang tiga kali, setiap kali menggunakan 30 mL pelarut segar. Kira Sc^{3+} yang masih tidak terekstrak selepas proses selesai. Pekali taburan untuk Sc^{3+} dalam proses itu diberikan sebagai 445.

(5 marks/markah)

- 7 -

- (c). A JAS technician was conducting a study on the concentration level of Cd in coal fly ash at a coal-fired power plant in Lumut, Perak. Twelve samples were collected. The data obtained are given below:

Seorang juruteknik JAS telah menjalankan kajian mengenai tahap kepekatan Cd dalam abu terbang arang batu di suatu loji janakuasa menggunakan arang batu di Lumut, Perak. Dua belas sampel telah diambil. Data yang diperolehi diberikan di bawah:

| Sample No. | Cd level (ppm) | Sample No. | Cd level (ppm) |
|------------|----------------|------------|----------------|
| 1 | 8.3 | 7 | 7.7 |
| 2 | 9.3 | 8 | 8.2 |
| 3 | 10.3 | 9 | 8.1 |
| 4 | 9.8 | 10 | 9.9 |
| 5 | 8.0 | 11 | 7.6 |
| 6 | 8.2 | 12 | 8.5 |

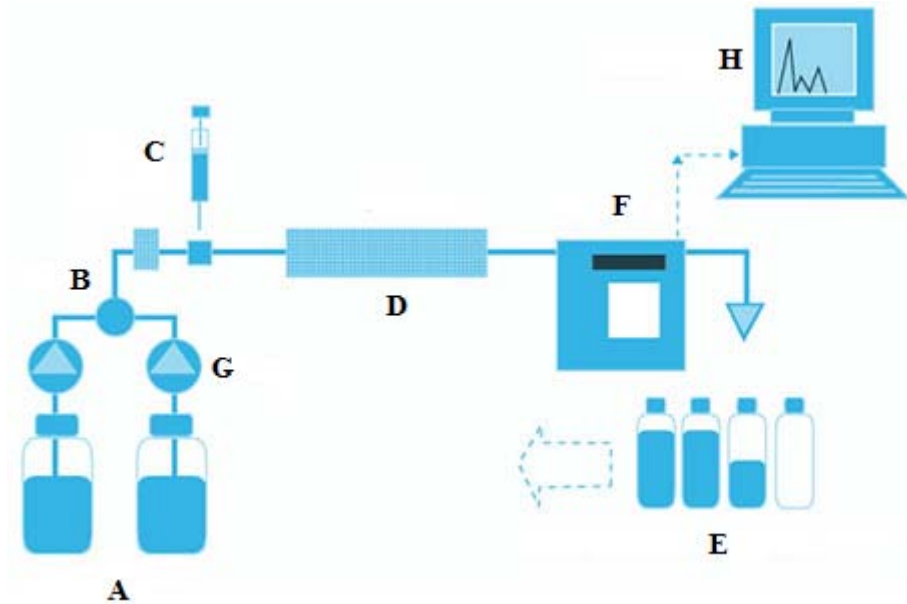
- (i). The Cd level in sample **number 7** appeared to be off compared to the other 11 samples. Should that value be retained or rejected? Justify your answer.
- (ii). Calculate the average Cd level contained in the coal fly ash pond, taking into consideration that sample number 7 is considered acceptable.
- (iii). Use an appropriate statistical test to ascertain whether the calculated average Cd level is significantly different compared to the certified value of 10.8 ppm as determined by the relevant standards laboratory just the week before.

...8/-

- (i). Tahap Cd dalam sampel **nombor 7** kelihatan agak berbeza dibanding dengan 11 sampel lain. Wajarkah nilai itu dikekalkan atau dikeluarkan? Jelaskan jawapan anda.
- (ii). Kira purata tahap Cd yang terkandung dalam kolam abu terbang arang batu, dengan mengambil kira bahawa sampel nombor 7 dianggap boleh diterima.
- (iii). Gunakan ujian statistik yang sesuai untuk menentukan sama ada tahap Cd purata yang dikira adalah jauh berbeza berbanding dengan nilai yang diperakui iaitu 10.8 ppm seperti yang ditentukan oleh makmal piawaian yang berkaitan hanya seminggu sebelum ini.

(10 marks/markah)

- 9 -



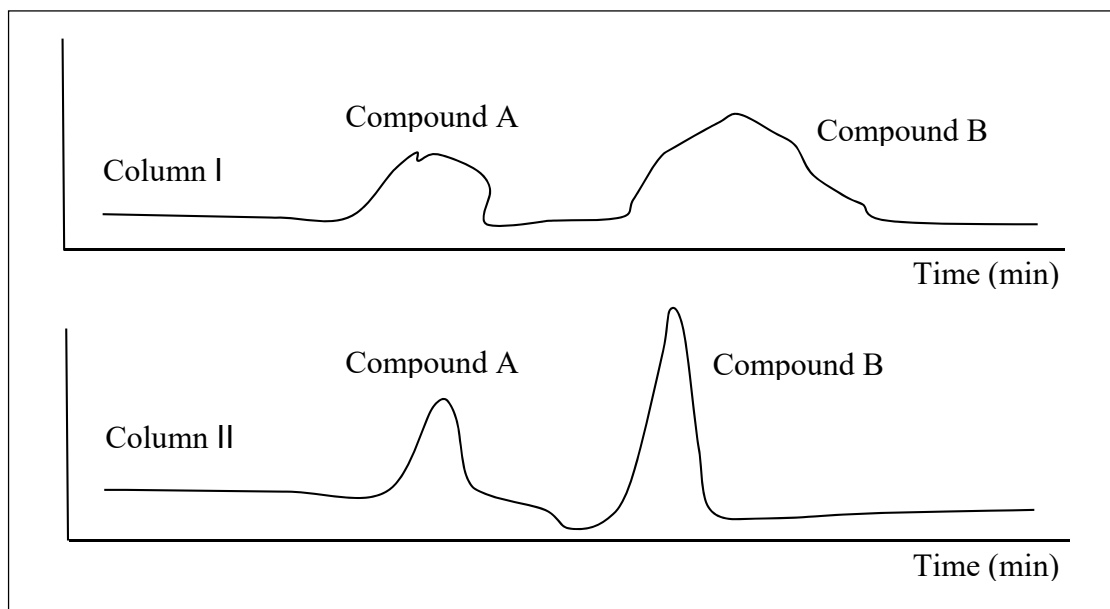
(adapted from <http://www.merckmillipore.com/>)

4. Figure above shows the block diagram of an HPLC system.
Gambar rajah di atas menunjukkan diagram bagi suatu sistem HPLC.
- (a). Name components A to H.
Namakan komponen A ke H.
- (8 marks/markah)
- (b). Compare between HPLC and GC.
Bandingkan antara HPLC dengan GC.
- (8 marks/markah)
- (c). Explain the optimisation method of gradient elution in HPLC.
Jelaskan kaedah pengoptimuman bagi elusi kecerunan dalam HPLC.
- (4 marks/markah)

...10/-

5. The figure below shows two chromatograms of GC after analysis with column I and column II.

Gambar rajah di bawah menunjukkan dua kromatogram selepas analisis GC dengan turus I dan turus II.



- (a). Describe the fundamental principles of GC.

Jelaskan prinsip asas GC.

(4 marks/markah)

- (b). Name the column with
- (i). greater efficiency
 - (ii). greater resolution
 - (iii). greater selectivity factor

Justify your answer.

Namakan turus dengan

- (i). *kecekapan yang lebih tinggi*
- (ii). *resolusi yang lebih tinggi*
- (iii). *faktor kepilihan yang lebih tinggi*

Beri justifikasi kepada jawapan anda.

(12 marks/markah)

...11/-

- 11 -

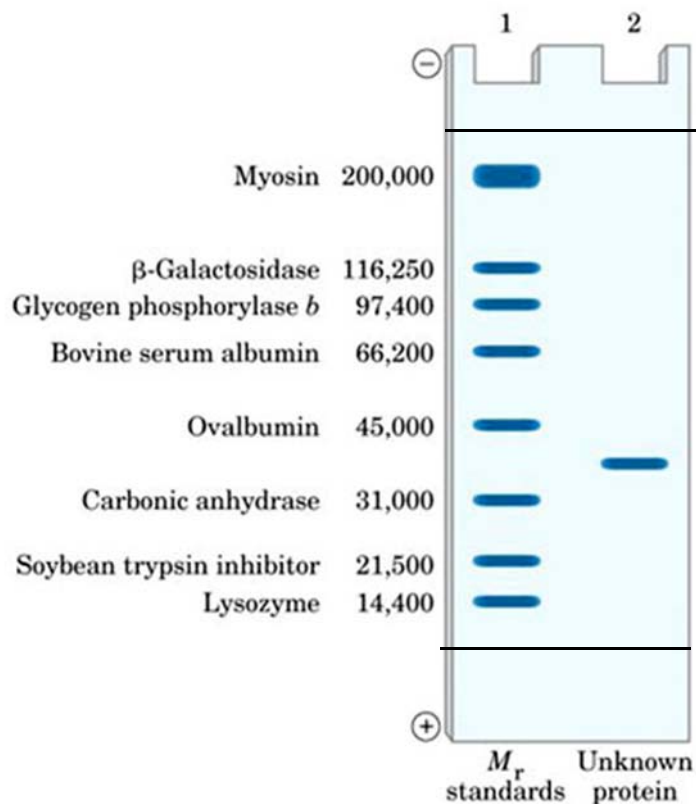
- (c). Suggest the most common way to increase retention of analytes in GC.
Cadangkan kaedah yang paling biasa untuk meningkatkan penahanan analit dalam GC.

(4 marks/markah)

6. (a). The standard protein markers obtained from a study are shown below. Sketch a curve with standard protein markers and calculate molecular weights of unknown protein band.

Penanda protein piawai telah diperolehi daripada suatu kajian seperti yang ditunjukkan di bawah. Lakarkan suatu lengkung dengan penanda protein piawai dan kirakan jisim molekul bagi jalur protein yang tidak diketahui.

(8 marks/markah)



(a)

...12/-

- 12 -

- (b). Describe the procedure using gel electrophoresis in determining the father of a baby, if the mother is known.

Jelaskan prosedur menggunakan elektroforesis gel dalam penentuan bapa kepada seorang bayi, jika ibunya diketahui.

(4 marks/markah)

- (c). Explain the benefits of using sodium dodecyl sulphate (SDS) in PAGE.

Terangkan faedah-faedah menggunakan sulfat dodesil natrium (SDS) dalam PAGE.

(4 marks/markah)

- (d). In gel electrophoresis, describe the migration of DNA through the gel.

Dalam elektroforesis gel, terangkan migrasi DNA melalui gel.

(4 marks/markah)

Table 1 - *t*-values for various confidence intervals

| No. of determination | <i>t</i> -value at various confidence intervals | | | |
|----------------------|---|------|-------|-------|
| | 80% | 90% | 95% | 99% |
| 2 | 3.08 | 6.31 | 12.71 | 63.66 |
| 3 | 1.89 | 2.92 | 4.30 | 9.93 |
| 4 | 1.64 | 2.35 | 3.18 | 5.84 |
| 5 | 1.53 | 2.13 | 2.78 | 4.60 |
| 6 | 1.48 | 2.02 | 2.57 | 4.03 |
| 7 | 1.44 | 1.94 | 2.45 | 3.71 |
| 8 | 1.42 | 1.90 | 2.36 | 3.45 |
| 9 | 1.40 | 1.86 | 2.31 | 3.36 |
| 10 - 30 | 1.38 | 1.83 | 2.26 | 3.25 |

Table 2 - Q values for data rejection

| No. of replicates | Q value (90% confidence) |
|-------------------|--------------------------|
| 3 | 0.94 |
| 4 | 0.76 |
| 5 | 0.64 |
| 6 | 0.56 |
| 7 | 0.51 |
| 8 | 0.47 |
| 9 | 0.44 |
| 10 - 30 | 0.41 |