

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Tambahan
Sidang Akademik 1991/92

Jun 1992

JAK 344 - Kimia Analitis II

Masa : [3 jam]

ARAHAN KEPADA CALON:

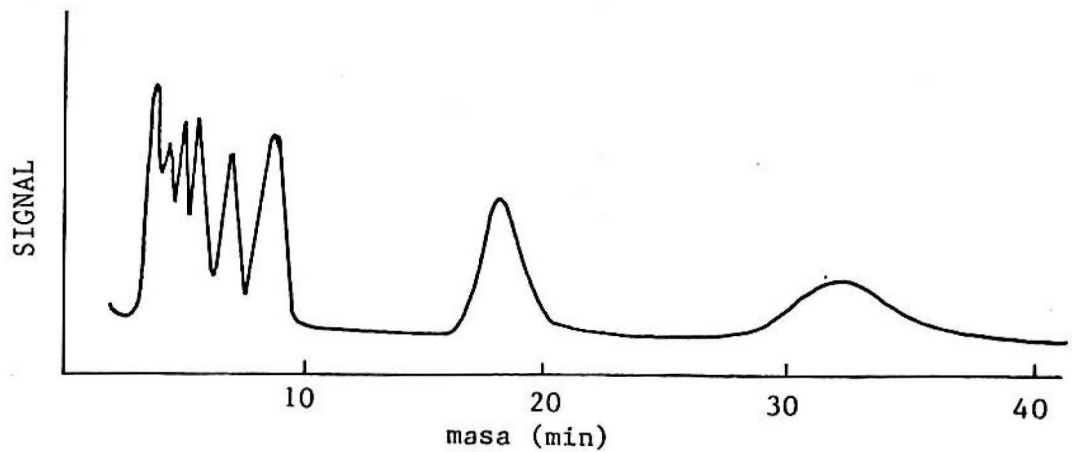
- Sila pastikan bahawa kertas peperiksaan ini mengandungi LAPAN muka surat yang bercetak sebelum anda memulakan peperiksaan ini.
- Jawab mana-mana LIMA soalan. Setiap soalan bernilai 20 markah dan markah subsoalan diperlihatkan di penghujung subsoalan itu.
- Setiap jawapan mesti dijawab di dalam buku jawapan yang disediakan.

1. (a) Terangkan dua cara bagaimanakah panjang gelombang pendek dapat dihapuskan di dalam kaedah spektroskopi inframerah?
(10 markah)
- (b) Kita menggunakan rintangan, arus dan keupayaan sebagai asas pengukuran di dalam spektrometer. Dengan menggunakan sejenis pegas, terangkan bagaimana rintangan dijadikan asas pengukuran.
(5 markah)
- (c) Bincangkan dua jenis bahan yang digunakan untuk membuat komponen optik di dalam spektrometer inframerah.
(5 markah)
2. (a) Bagaimanakah prinsip pembara Globar dan Nearst berfungsi? Tuliskan juga ungkapan-ungkapan yang sesuai untuk menjelaskan jawapan anda.
(10 markah)
- (b) Nyatakan dengan ringkas fungsi tiap-tiap komponen di bawah yang terdapat di dalam peralatan bagi spektroskopi penyerapan:
 - (i) Lampu filamen tungsten
 - (ii) Parutan
 - (iii) Prisma
 - (iv) Tabung pemfotoganda
 - (v) Celah keluar pada suatu monokromator
(5 markah)
- (c) Lukiskan gambarajah skematik bagi peralatan untuk spektroskopi penyerapan ultralembayung dan nampak.
(5 markah)

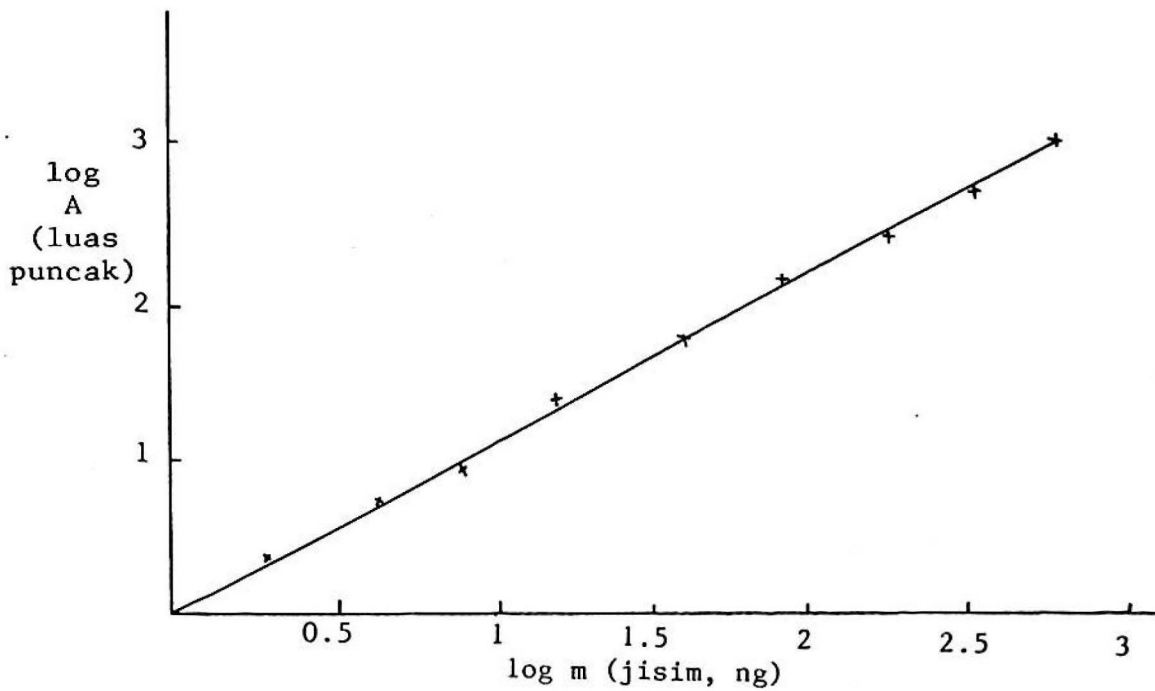
3. (a) Jelaskan tentang perbezaan di antara penempatan sampel di dalam spektrofotometer ultralembayung dan di dalam spektrofotometer inframerah.
(5 markah)
- (b) Apakah masalah yang dihadapi dalam menggunakan kuvet yang sepadan bagi pelarut dan analit untuk mendapat sukatan di dalam kawasan inframerah? Terangkan dengan ringkas cara mengatasi masalah tersebut dalam analisis kuantitatif.
(5 markah)
- (c) Kenapakah sisihan peralatan daripada hukum Beer lebih ketara dalam spektroskopi inframerah?
(4 markah)
- (d) Anda akan menggunakan spektrofotometer penyerapan atom yang telah dilengkapi dengan penunu pracampur dengan bekalan bahan api dan pengoksidaan yang biasa digunakan. Terangkan bagaimana anda dapat mengatasi masalah-masalah di bawah dengan hanya menyelaraskan spektrofotometer tanpa melakukan sebarang pengolahan sampel.
- (i) Kepekatan rendah yang berpunca daripada pembentukan oksida di dalam nyala.
 - (ii) Gangguan kimia seperti kesan fosfat ke atas penyerapan Ca.
 - (iii) Isyarat daripada garisan sumber terlalu rendah yang menyebabkan bisingan amplifiaer terlalu tinggi.

- (iv) Keamatan garisan sumber adalah tinggi dan paras bisingan adalah rendah tetapi nilai keserapan adalah terlalu rendah untuk mendapat bacaan.
(6 markah)
4. (a) Larutan 12 ppm plumbum menghasilkan isyarat penyerapan atom 30% penyerapan. Berapakah kepekaan penyerapan atom?
(2 markah)
- (b) Apakah tujuan dilakukan langkah-langkah berikut:
- (i) Penyelarasan tinggi penunu dalam spektroskopi penyerapan atom.
- (ii) Penyelarasan nisbah bahan api kepada bahan pengoksidaan dalam spektroskopi penyerapan atom.
- (iii) Penambahan sesium atau rubidium kepada sampel dalam spektroskopi pemancaran nyala.
- (iv) Penambahan garam lantunum atau strontium kepada sampel.
(8 markah)
- (c) Litium dianalisiskan dalam suatu sampel serum dengan spektroskopi pemancaran nyala menggunakan kaedah penambahan piawai. Tiga alikuot 0.500 mL sampel ditambah kepada tiga bahagian air masing-masing sebanyak 5.00 mL. Kepada ketiga-tiga larutan ini ditambah 0, 10.0 dan 20.0 μL larutan piawai 0.0500 M LiCl. Isyarat pemancaran bagi ketiga-tiga larutan tersebut adalah masing-masing 23.0, 45.3 dan 68.0. Berapakah kepekatan litium dalam sampel tersebut dalam unit ppm?
(Jisim formula relatif, LiCl = 42.39).
(10 markah)

5. (a) Kromatogram di bawah menunjukkan satu hasil pemisahan menggunakan kromatografi cecair kepayaan tinggi. Cadangkan dengan terperinci cara yang dapat digunakan untuk memperbaiki pemisahan itu.



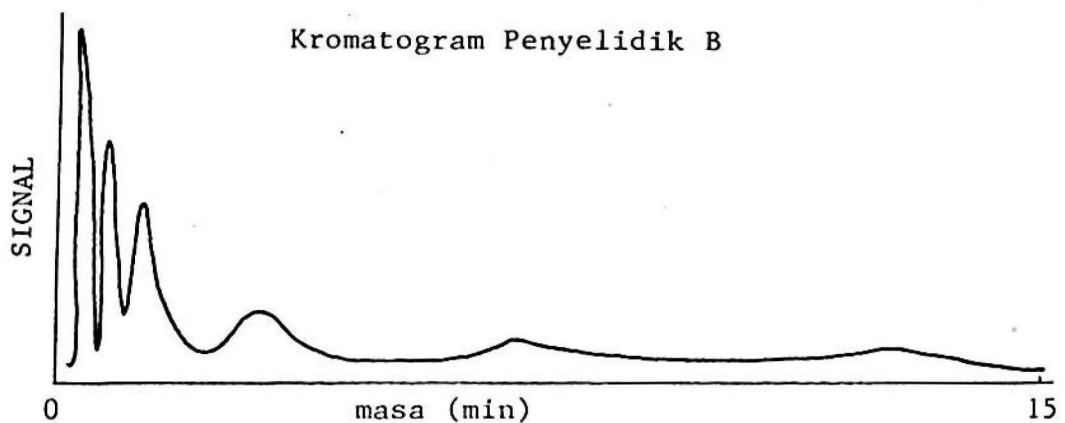
- (b) Soalan seterusnya merujuk kepada kelok tentukan di bawah:

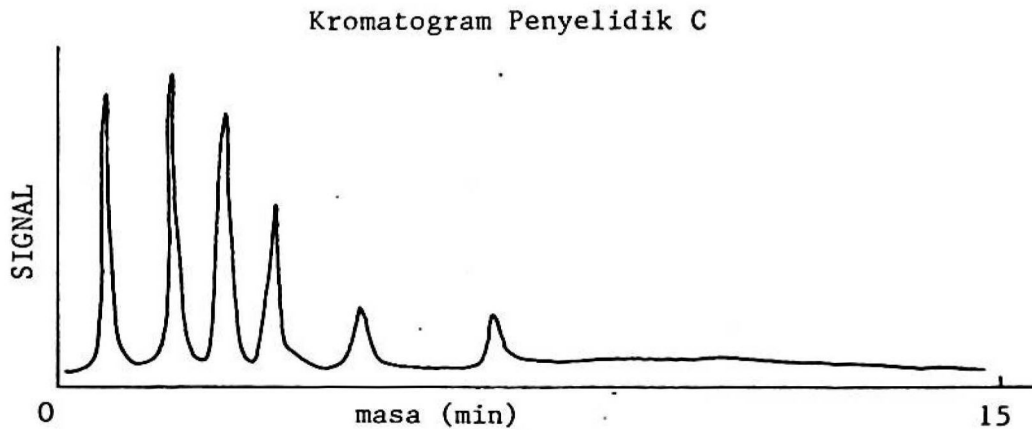


- (i) Kira jisim satu komponen 'unknown' yang memberikan keluasan puncak 32.
 - (ii) Bolehkah anda menggunakan kelok tentukuran di atas untuk mengira jisim satu komponen yang memberikan luas puncak 1200. Beri sebab kepada jawapan anda.
- (c) Kaedah kromatografi gas ialah satu teknik pemisahan yang sangat baik untuk berbagai-bagai jenis analisis. Dengan pengenalan turus rerambut dan turus tiub terbuka, kaedah ini biasanya menjadi pilihan utama (method-of-choice) untuk berbagai jenis analisis. Walau bagaimanapun kaedah kromatografi cecair biasa dan berkeupayaan tinggi telah digunakan juga dengan meluas. Mengapa? (Andaikan kos yang terlibat dengan kedua-dua teknik ini hampir sama).

(20 markah)

6. (a) Dua orang penyelidik telah menjalankan analisis sampel A dengan menggunakan kromatografi gas yang sama. Pada sebelah pagi penyelidik B telah mendapat keputusan seperti yang ditunjukkan di dalam kromatogram B di bawah. Pada petangnya, penyelidik C pula mendapat keputusan yang berlainan - lihat kromatogram C. Apakah yang menyebabkan terdapatnya perbezaan keputusan itu? (Ingat! Semua peralatan, reagen dan sampel yang digunakan oleh kedua-dua pembantu penyelidik adalah sama).





- (b) Maklumat berikut ialah untuk satu proses pemisahan satu sampel dua komponen, A dan B dengan menggunakan kromatografi cecair:

$$K_x(A) = 2.0 ; K_x(B) = 8.0 ; V_m = 1.57 \text{ mL} ; V_p = 5.0 \text{ mL}$$

- (i) Kira isipadu penahanan, V_R , untuk komponen A dan B
- (ii) Jika turus yang digunakan mempunyai 45 plat teoritis, adakah proses pemisahan yang dijalankan itu lengkap? (Tunjukkan cara anda mendapatkan jawapan ini).
- (c) Seorang lelaki berumur 52 tahun telah ditemui mati. Beliau disyaki meminum minuman keras yang berlebihan kerana bau alkohol yang kuat dikesan pada mayatnya. Semasa autopsi dijalankan, sebanyak 0.500 g sampel darah telah diambil untuk dianalisis menggunakan kromatografi gas. Data berikut telah diperolehi:

$$\begin{aligned} \text{Keluasan puncak etanol} &= 1900 \text{ unit} \\ \text{Keluasan puncak piawai dalam} &= 800 \text{ unit} \\ \text{Berat piawai dalam} &= 0.2 \text{ g} \end{aligned}$$

Data berikut juga telah diperolehi daripada satu larutan piawai:

Sampel	Keluasan puncak	Berat (g)	<u>Keluasan Puncak</u> Berat	F
Piawai Dalam	1800	0.2500	7200.0	1
Etanol	2500	0.8200	3048.8	0.4234

Dengan menggunakan data yang diberi, kira peratus kandungan etanol dalam darah simati. (10% alkohol dalam darah biasanya sudah dianggap sebagai memabukkan).

(20 markah)

oooOooo