

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Tambahan
Sidang Akademik 1995/96

Mei/Jun 1996

JIK 312 - 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 konsep-konsep berikut dengan menggunakan penerangan dan/atau gambarajah yang sesuai:

- (i) keefisienan turus kromatografi
- (ii) indeks Kovat
- (iii) cahaya ke sasar
- (iv) gangguan spektrum
- (v) fosforesen
- (vi) gangguan kation-anion dalam nyala

(12 markah)

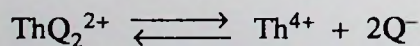
(b) Lukiskan suatu gambarajah yang menunjukkan kedudukan paras tenaga putaran, getaran dan elektronik dalam suatu sistem molekul.

(4 markah)

(c) Pendafluoran secara teori berkemungkinan menghasilkan cahaya yang mempunyai panjang gelombang yang SAMA dengan panjang gelombang pengujaan. Jika perkara itu berlaku, bagaimanakah cahaya pendarfluoran dapat dibezakan daripada cahaya pengujaan untuk tujuan pengesanan?

(4 markah)

2. (a) Penguraian suatu kompleks yang terbentuk daripada thorium dan kueresetin (Q) dapat dinyatakan sebagai



Bagi suatu larutan thorium yang berkepekatan 2.30×10^{-5} M dan kueresetin yang berlebihan untuk memastikan semua thorium berada sebagai kompleks, daya serap larutan itu ialah 0.730. Apabila thorium dan kueresetin dalam jumlah yang sama dicampurkan didapati daya serapnya 0.520. Kira nilai pemalar pembentukan kompleks ThQ_2^{2+} .

(10 markah)

(b) Spesies P memberikan penyerapan maksimum λ_{\max} pada 400 nm. Suatu larutan mengandungi spesies P berkepekatan 2.00 mg L^{-1} yang diletakkan dalam sel berukuran 2 cm, memberikan daya serapnya 0.840. Jisim molekul bagi spesies P ialah 150 g. Kira

- (i) keserapan pada 400 nm
- (ii) keserapan molar pada 400 nm
- (iii) berapa mg P terdapat dalam larutan berisipadu 25 ml yang memberikan bacaan daya serap 0.250. (sampel sel yang digunakan kali ini berukuran 1 cm).
- (iv) kepekatan larutan (iii) di atas dalam sebutan ppm.

(10 markah)

3. (a) Ion klorida boleh ditentukan secara tak langsung dengan memendakan ion tersebut dalam larutan AgNO_3 yang diketahui jumlah kepekatanannya dan ditambahkan dengan larutan klorida yang berlebihan. Mendakan AgCl dituras dan kepekatan argentum dalam larutan turasan itu ditentukan. Dengan itu kepekatan ion klorida dapat diketahui.

Dalam suatu analisis sedemikian, 10.0 ml sampel dan 10.0 ml larutan piawai klorida berkepekatan 100 ppm digunakan. 25.0 ml AgNO_3 dimasukkan ke dalam setiap larutan itu dan dibiarkan sehingga proses pemendakan selesai. Kandungan argentum dalam larutan turasan kemudian ditentukan dengan menggunakan kaedah spektroskopi penyerapan atom. Daya serap yang diperolehi terus daripada carta perakam ialah seperti berikut:

Sampel = 6.8 cm ; larutan piawai = 5.7 cm ; Blank = 12.8 cm

Kira kepekatan ion klorida dalam sampel itu.

(10 markah)

- (b) Suatu analisis dilakukan untuk menentukan kandungan plumbum dalam susu lembu. Dua sampel susu lembu berisipadu 50 ml dimasukkan ke dalam corong pemisah 100 ml. Sebanyak 300 μ liter larutan piawai berkepekatan 50 mg/L^{-1} di masukkan ke dalam salah satu sampel itu. Ion plumbum diekstrakkan dengan 500 μ liter larutan metil isobutil keton. Fasa organik itu dipisahkan dan ditentukan dengan kaedah spektroskopi penyerapan atom. Keputusan yang diperolehi ialah seperti berikut:

<u>Sampel</u>	<u>Daya serap</u>
500 μ l larutan organik	0.325
500 μ l larutan organik + 300 μ l larutan piawai	0.670

Kira kepekatan plumbum dalam susu lembu itu.

(10 markah)

4. (a) Suatu turus yang mengandungi 450 nombor plat digunakan untuk memisahkan sebatian R dan T dengan kaedah kromatografi cecair berkeupayaan tinggi. Panjang turus yang digunakan ialah 9.0 cm sementara tekanan yang digunakan ialah 300 psi.

- (i) Tunjukkan profail pemisahan yang akan didapati.
(ii) Nyatakan sama ada pemisahan akan dapat dicapai dengan baik dengan menggunakan turus tersebut, beri sebabnya.

Maklumat berikut diketahui,

$$K_x(\text{R}) = 4 \quad ; \quad K_x(\text{T}) = 7$$
$$V_m = 2.0 \text{ mL} \quad ; \quad V_p = 1.0 \text{ mL}$$

(10 markah)

- (b) 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:

Keluasan puncak etanol	= 1900 unit
Keluasan puncak piawai dalam	= 800 unit
Berat piawai dalam	= 0.2 g

Data berikut juga telah diperolehi daripada satu larutan piawai etanol + piawai dalam:

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).

(10 markah)

5. (a) Seorang saintis telah melakukan suatu penentuan yang melibatkan sebatian benzena dan toluena dalam sisa buangan. Peralatan yang digunakan ialah spektrometer ultralembayung nampak. Panjang gelombang yang dipilih untuk pemerhatian ialah 285 nm dan 260 nm.

Keputusan berikut telah diperolehi:

$$\lambda_{260} = 1.670 \quad \lambda_{285} = 0.750$$

Data berikut telah sedia diketahui:

$$\epsilon_{260} (\text{benzena}) = 0.885 \quad \epsilon_{260} (\text{toluena}) = 55.2$$

$$\epsilon_{285} (\text{benzena}) = 255 \quad \epsilon_{285} (\text{toluena}) = 4.60$$

$$\text{Panjang sel sampel} = 1.00 \text{ cm}$$

Kira kepekatan benzena dan toluena dalam sampel sisa buangan itu.

(10 markah)

- (b) Data di bawah ialah untuk sebatian PP yang ditentukan melalui kaedah spektroskopi ultralembayung-nampak.

Kepekatan (ppm)	%T
25	79.2
50	65.3
75	55.9
100	45.9
2000	37.8

- (i) Tentukan nilai keserapan molar, ϵ , bagi sebatian PP.
- (ii) Kira A (keserapan) pada setiap kepekatan sebatian PP dan plotkan suatu kelok tentukan untuk eksperimen di atas.
- (iii) Suatu sampel yang diketahui mengandungi sebatian PP telah ditentukan dengan menggunakan kaedah yang sama seperti dalam bahagian (b). %T yang didapati bagi PP dalam sampel ialah 88.6%. Bolehkah nilai kepekatan sebatian PP dalam sampel itu diperolehi dengan menggunakan kelok tentukan daripada bahagian (b, ii) di atas? Beri sebab kepada jawapan anda itu.

(10 markah)

6. Suatu sampel gandum dari Kansas telah dianalisis kandungan riboflavinnya dengan menggunakan kaedah spektroskopi pendarfluor.

Sampel seberat 4.00 g telah diekstrak dengan asid untuk mengasingkan riboflavin daripada sampel biji gandum itu. Riboflavin yang diasingkan kemudian dioksidakan dengan KMnO_4 diikuti dengan H_2O_2 untuk menghabiskan KMnO_4 yang berlebihan. Larutan yang dihasilkan dipindahkan ke dalam kelalang volumetrik 50 ml dan dicairkan dengan air suling ke tanda 50 ml.

Pada permulaan penentuan, spektrometer pendarfluor itu telah diselaraskan ke bacaan pendarfluoran bersamaan 100 unit dengan menggunakan kuinina bisulfat.

Sebanyak 25 ml larutan itu kemudiannya dimasukkan ke dalam bekas sampel spektrometer pendarfluor dan digunakan untuk penentuan pertama. Larutan itu menghasilkan bacaan 6.0 unit. Kemudian sedikit pepejal natrium dithionat dimasukkan ke dalam sampel itu untuk menukarkan kembali riboflavin teroksida kepada riboflavin. Bacaan kedua diambil nilainya ialah 55.0 unit. Sampel itu kemudiannya dibuang dan bekas sampel spektrometer itu dibersihkan untuk penentuan berikutnya.

Seterusnya sebanyak 24 ml larutan asal diambil daripada kelalang volumetrik, dimasukkan ke dalam bekas sampel spektrometer dan 1.0 ml larutan 0.500 g/ml riboflavin ditambah kepada larutan itu. Sedikit pepejal natrium dithionat ditambah dan bacaan diambil. Nilai yang didapati ialah 92.0 unit.

Kira kandungan riboflavin dalam 2.00 g sampel yang digunakan itu.

(20 markah)

LAMPIRAN
PEMALAR DAN FAKTOR PERTUKARAN*

1 liter	1000.028 cm ³
1 atm	1.01325 x 10 ⁶ dynes cm ⁻² 760 mm raksa (Hg)
1 joule antarabangsa	1.00017 joule mutlak
1 cal (secara takrifan)	4.1833 joules antarabangsa 4.1833 volt-coulombs antarabangsa 4.1840 joules mutlak 0.041292 liter-atm 41.293 cc.-atm
1 liter-atm	1.0133 x 10 ⁹ ergs 1.0131 x 10 ² joules antarabangsa 24.218 cal
1 cc.-atm	0.024212 cal.
Isipadu molar gas unggul 0°C dan 1 atm	22.4140 cal.
Takat ais	273.16 K
Pemalar gas molar	8.3144 joules mutlak K ⁻¹ mol ⁻¹ 8.3130 joules antarabangsa K ⁻¹ mol ⁻¹ 1.9872 cal. K ⁻¹ mol ⁻¹ 0.082054 liter-atm K ⁻¹ mol ⁻¹ 82.057 cc.-atm K ⁻¹ mol ⁻¹
Nombor Avogadro (N)	6.0228 x 10 ²³ mol ⁻¹
Pemalar Boltzmann (k=R/N)	1.3805 x 10 ¹⁶ erg K ⁻¹
Pemalar Planck (h)	6.6242 x 10 ⁻²⁷ erg sec.
Laju cahaya (c)	2.99776 x 10 ¹⁰ cm sec. ⁻¹
hc/k	1/4385 cm K
Faraday (F)	96,500 coulombs antarabangsa g.equav ⁻¹

*Kebanyakan daripada terbitan National Bureau of Standards, c.f.,
J.Res. Nat. Bur. Stand., 34, 143 (1945)