

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Tambahan
Sidang Akademik 1994/95

Mei/Jun 1995

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) Jelaskan perkara-perkara di bawah
- (i) Unsur kumpulan alkali dan alkali bumi di tentukan secara spektrometri pemancaran nyala
 - (ii) Spektrum penyerapan bagi spesies atom terdiri daripada garis-garis yang terpisah pada panjang gelombang tertentu.
 - (iii) Pelarut organik dapat meninggikan kepekaan dalam kaedah spektrometri nyala.

(10 markah)

- (b) Bagaimanakah larutan sampel dapat dimasukkan ke dalam nyala? Terangkan proses penukaran larutan sampel kepada bentuk atom di dalam nyala.

(6 markah)

- (c) Kuprum di dalam bijih ditentukan dengan kaedah spektrometri penyerapan atom. Larutan sampel mengandungi 1.24g bijih per 100 ml dan larutan piawai mengandungi 2.00×10^{-3} g kuprum per 100 ml. Ke dalam kelalang yang pertama, dimasukkan 10.0ml larutan sampel dan 10.0 ml larutan piawai. Kedua-dua kelalang dicairkan kepada 100 ml. Bacaan keserapan bagi kelalang pertama adalah 0.421 dan bagi kelalang kedua adalah 0.863. Tentukan peratus kuprum di dalam sampel bijih.

(4 markah)

2. (a) Lukis gambarajah skema satu spektrometer untuk pengukuran spektroskopi dalam julat ultra-lembayung nampak. Monokromator Czerny-Turner hendaklah digunakan dalam sistem ini. Labelkan semua komponen.
- (b) Nisbah bilangan atom yang berada dalam dua keadaan teruja dapat dinyatakan melalui ungkapan berikut :

$$\frac{N_n}{N_m} = \frac{g_n \exp(-E_n/kT)}{g_m \exp(-E_m/kT)}$$

Dapatkan suatu ungkapan yang menyatakan nisbah bilangan atom dalam suatu keadaan teruja (N_n) dibanding dengan keadaan asas.

- (c) Dalam suatu pengukuran melibatkan spektroskopi ultra-lembayung vakum, panjang gelombang garisan-D bagi natrium didapati pada 5890A. Berapakah panjang gelombang garisan-D itu jika pengukuran dibuat menggunakan spektrometer ultra-lembayung biasa?

Diberi η_i (vakum) = 1.0000

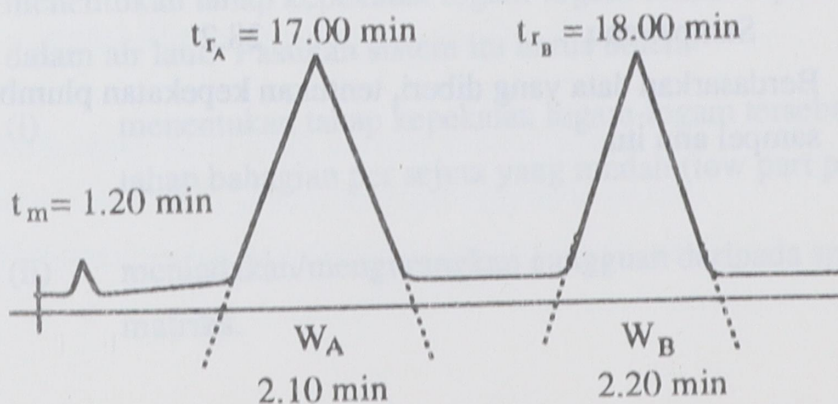
η_i (udara) = 1.0003

- (d) Terangkan dengan ringkas peralihan/pergerakan atom/molekul yang boleh berlaku dalam julat panjang gelombang berikut :

- (i) kawasan infra merah
- (ii) kawasan ultra-lembayung nampak
- (iii) kawasan sinar-x

(20 markah)

3. (a) Dua sebatian A dan B mempunyai masa penahanan, t_r , masing-masing 17.00 min dan 18.00 min. Apabila analisis dilakukan menggunakan turus sepanjang 25.0cm, zat yang tidak menyerap akan memberikan isipadu mati turus, t_m sama dengan 1.20min. Jika kromatogram pemisah A dan B diperolehi seperti gambarajah di bawah



kira :

- (i) resolusi turus
- (ii) bilangan purata nombor plat
- (iii) ketebalan plat teoritis H
- (iv) panjang turus yang diperlukan untuk memisahkan A dan B dengan resolusi, $R = 1.5$

(14 markah)

(b) Senaraikan faktor-faktor yang boleh menyebabkan :

- (i) puncak menjadi lebar
- (ii) pemisahan puncak-puncak dalam sistem pemisahan kromatografi

(6 markah)

4. (a) (i) Suatu faktor utama yang menentukan suhu nyala pada penunu yang digunakan dalam spektroskopi atom ialah jenis penunu itu sendiri. Senaraikan tiga faktor lain yang juga mempengaruhi suhu nyala bagi suatu penunu.
- (ii) Nyatakan tiga jenis gangguan yang biasa didapati dalam spektroskopi nyala. Beri contoh khusus bagi setiap jenis gangguan.

(6 markah)

(b) Data kalibrasi di bawah ialah untuk atom plumbum :

Kepekatan ($\mu\text{g/ml}$)	% Penyerapan
0.5	6.1
1.00	11.1
2.00	21.6
4.00	36.9
8.00	59.3
Sampel anu	28.2

Berdasarkan data yang diberi, tentukan kepekatan plumbum dalam sampel anu itu.

(7 markah)

- (c) Kepekatan plumbum dalam cecair badan telah ditentukan dengan spektroskopi penyerapan atom menggunakan teknik penambahan piawai. Dua sampel cecair badan berisipadu 50ml setiap satu dimasukkan ke dalam dua corong pemisah. 300 μ l larutan piawai berkepekatan 50 mg/l telah dimasukkan ke dalam satu daripada corong pemisah. Kemudian 500 μ l larutan metil isobutil keton yang mengandungi dietilditiokarbamat (larutan pengekstrak) dimasukkan ke dalam kedua-dua corong pemisah dan digoncang. Fasa organik kemudiannya dipisahkan dan penentuan plumbum dilakukan. Data berikut telah diperolehi.

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

Apakah kepekatan plumbum dalam sampel cecair badan itu?

(7 markah)

5. (a) (i) "Satu kelemahan spektroskopi penyerapan atom ialah penentuan lebih daripada satu unsur perlu dilakukan secara berurutan, satu demi satu. Penentuan lebih daripada satu unsur secara serentak tidak dapat dilakukan". Jelaskan kenyataan ini.
- (ii) Cadangkan suatu kaedah spektroskopi yang membolehkan lebih daripada satu unsur dapat ditentukan secara serentak. Jelaskan jawapan anda dengan terperinci.

(10 markah)

- (b) Cadangkan suatu sistem peralatan yang dapat digunakan untuk menentukan tahap kepekatan logam-logam toksik seperti Pb, Cr dan Hg dalam air laut. Pastikan sistem itu harus boleh,

- (i) menentukan tahap kepekatan logam-logam tersebut sehingga ke tahap bahagian per sejuta yang rendah (low part per million).
- (ii) meniadakan/mengurangkan gangguan daripada spesies lain atau matriks.

(4 markah)

- (c) Mangan biasa ditentukan dengan kaedah spektrofotometri sebagai ion permanganat (MnO_4^-). Larutan akueus unsur ini berwarna ungu dengan penyerapan maksimum pada 525 nm. Dalam suatu penentuan, suatu larutan KMnO_4 yang berkepekatan $1.00 \times 10^{-4} \text{ M}$ telah menghasilkan daya serap 0.585 pada panjang gelombang 525 nm. Suatu sampel aloi seberat 0.500 g yang mengandungi mangan telah dilarutkan ke dalam asid dan melalui pengoksidaan, kesemua mangan telah ditukarkan kepada ion permanganat. Seterusnya sampel itu dicairkan menjadi 500 ml dan ditentukan sama seperti larutan KMnO_4 di atas. Daya serap yang diperolehi ialah 0.400. Kira peratus mangan dalam aloi berkenaan.

[Tebal sel yang digunakan = 1.0cm]

Jisim atom relatif, Mn = 55.0; O = 16.0; K = 39.0

(6 markah)

6. (a) Anda diberi suatu senarai perkara yang boleh dan tidak boleh dilakukan berkaitan dengan penyediaan sampel untuk analisis dengan spektrometer inframerah. Di bawah ini dinyatakan beberapa perkara yang dipetik daripada senarai itu. Berikan sebab mengapa perkara-perkara berikut perlu diikuti.
- Seboleh mungkin, gunakan sampel dalam bentuk larutan. Jika sampel berbentuk pepejal, larutkan terlebih dahulu dalam pelarut yang sesuai.
 - Pastikan sampel anda tidak mengandungi air. Oleh itu gunakan pelarut tak akueus/atau pelarut organik sahaja.
 - Sampel berbentuk pepejal yang tidak dapat dilarutkan hendaklah dikisar sehingga menjadi serbuk halus (saiz zarah $< 2 \mu\text{m}$), selepas itu baharulah ditentukan dalam bentuk Nujol mull.

(6 markah)

6. (b) Data di bawah ialah untuk sebatian M

<u>Kepekatan (PPM)</u>	<u>%Transmiten</u>
25	79.2
50	65.3
75	55.9
100	45.9
2000	37.8

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

(Panjang sel = 1.0cm)

(14 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)