
UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Final Examination
Academic Session 2007/2008

April 2008

JIK 219 – INSTRUMENTAL METHODS
[JIK 219 – KAEDAH PENGALATAN]

Duration : 3 hours
[Masa : 3 jam]

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

Answer **FIVE** questions. You may answer **either** in Bahasa Malaysia or in English.

All answers must be written in the answer booklet provided.

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

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

*Jawab **LIMA** soalan. Anda dibenarkan menjawab soalan **sama ada** dalam Bahasa Malaysia atau Bahasa Inggeris.*

Setiap jawapan mesti dijawab di dalam buku jawapan yang disediakan.

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

1. Explain the DIFFERENCES in the pair of concepts/items given below, use appropriate diagrams if needed.

- (a) Atomic absorption spectrum and atomic emission spectrum
- (b) Valence electron and bonding electron of an atom/molecule
- (c) Frequency and amplitude of a light wave.
- (d) Quantum yield and vibrational relaxation (in fluorescence spectroscopy)
- (e) Packed column and capillary column in gas chromatography

Terangkan PERBEZAAN antara pasangan konsep/perkara yang diberi di bawah, gunakan gambarajah yang sesuai jika perlu.

- (a) *Spektrum penyerapan atom dan spektrum pemancaran atom*
- (b) *Elektron valens dan elektron pengikatan dalam suatu atom/molekul*
- (c) *Frekuensi dan amplitud suatu gelombang cahaya.*
- (d) *Hasilan kuantum dan pengenduran getaran (dalam spektroskopi pendarfluor)*
- (e) *Turus padat dan turus rerambut dalam kromatografi gas*

(20 marks)

2. (a) Draw a schematic diagram of a flame atomic absorption spectrometer. Label all the components.

Lukis suatu gambar rajah skema spektrometer penyerapan atom menggunakan nyala. Labelkan semua komponen.

(5 marks)

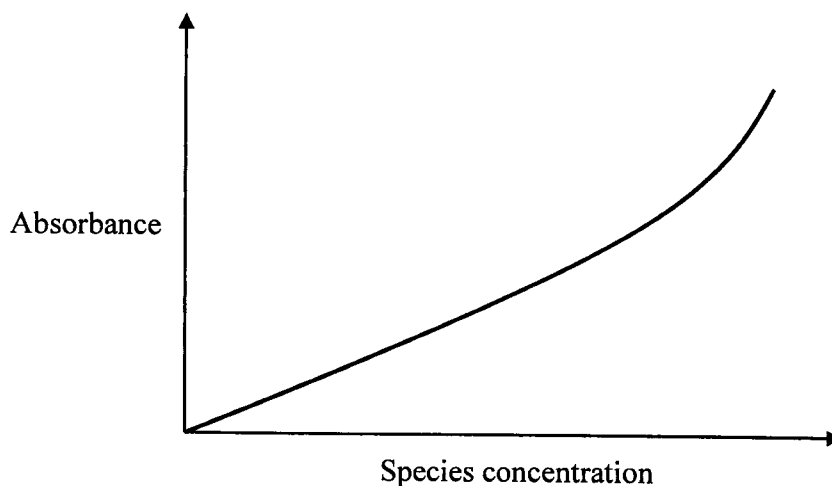
(b) Draw a schematic diagram of an atomic/molecular fluorescence spectrometer. Label all the components.

Lukis suatu gambar rajah skema spektrometer pendarfluor atom/molekul. Labelkan semua komponen.

(5 marks)

- (c) Consider the calibration curve given below :

Pertimbangkan keluk kalibrasi di bawah :



Describe THREE factors that can cause the observed deviation from linearity in the above calibration curve.

Huraikan TIGA faktor yang boleh menyebabkan penyimpangan daripada ciri linear yang diperhatikan dalam keluk kalibrasi di atas.

(10 marks)

3. (a) Describe the spectroscopic interactions that can occur between light in the infrared region/frequency and molecules (infrared spectroscopy). You can use relevant drawing and sketches in the description.

Terangkan interaksi spektroskopi yang boleh berlaku antara cahaya dalam julat/frekuensi inframerah dengan molekul (spektroskopi inframerah). Anda boleh menggunakan lukisan dan lakaran yang bersesuaian dalam penerangan anda.

(5 marks)

- (b) Why is infrared spectroscopy NOT as useful for quantitative analysis compared to ultraviolet and visible spectroscopies?

Mengapakah spektroskopi inframerah TIDAK berapa berguna untuk analisis kuantitatif dibanding dengan spektroskopi ultralembayung-nampak?

(5 marks)

- (c) Discuss TWO major advantages obtained when using capillary column instead of packed column in gas chromatographic analysis.

Bincangkan DUA kelebihan utama yang diperolehi apabila turus rerambut digunakan menggantikan turus padat dalam analisis kromatografi gas.

(10 marks)

4. The following standard solutions were used in determining arsenic, As, a common element found in various poisons :

Larutan piawai berikut digunakan dalam penentuan arsenik, As, suatu unsur yang sering dijumpai dalam pelbagai racun :

Solution	As concentration (ppm)	Absorbance
Standard solution 1	1.0	0.21
Standard solution 2	5.0	1.01
Standard solution 3	10.0	2.10
Standard solution 4	20.0	4.22
Standard solution 5	50.0	10.0
Standard solution 6	100.0	21.1
Unknown J	?	4.50
Unknown K	?	24.5

- (a) Construct an appropriate calibration curve based on those standard solutions (graph paper is not needed)
- (b) Determine the concentrations of As in unknowns J and K. Show how those values are obtained
- (c) Can the concentration of As in unknown K be accurately determined using the calibration curve? Give reason(s) for your answer.
- (d) Suggest a way to improve the calibration curve.

- (a) *Sediakan suatu keluk kalibrasi yang munasabah berdasarkan larutan-larutan piawai itu (kertas graf tidak perlu digunakan)*
- (b) *Tentukan kepekatan As dalam anu J an K. Tunjukkan bagaimana nilai-nilai itu diperolehi.*
- (c) *Bolehkah kepekatan kepekatan As dalam anu K ditentukan dengan tepat menggunakan keluk kalibrasi yang ada. Beri alasan(-alasan) kepada jawapan anda itu*
- (d) *Cadangkan suatu cara untuk memperbaiki keluk kalibrasi yang ada.*

(20 marks)

5. (a) In flame atomic spectroscopy, interference can cause error in the determination of atomic or ionic species. Discuss THREE kinds of interference that can occur in atomic spectroscopic measurement.

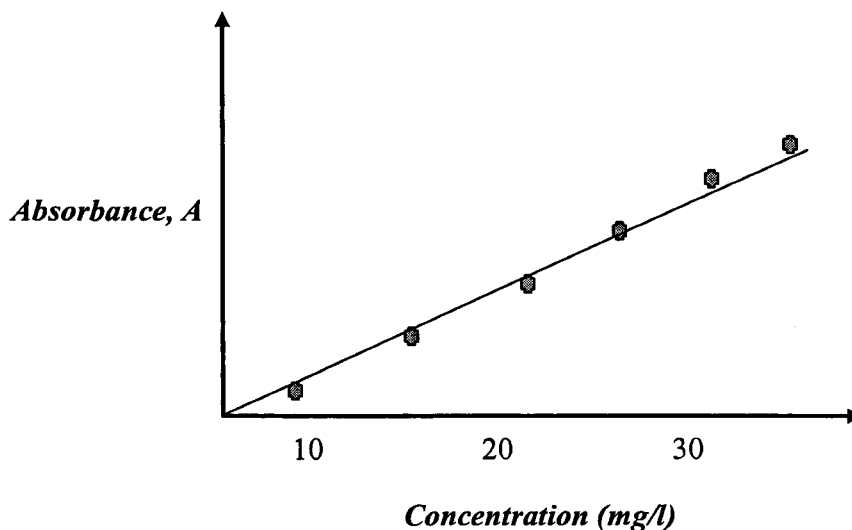
Dalam spektroskopi atom menggunakan nyala, gangguan boleh menyebabkan ralat dalam penentuan spesies atom atau spesies ion. Bincangkan TIGA jenis gangguan yang boleh berlaku dalam pengukuran menggunakan spektroskopi atom.

(10 marks)

- (b) The following graph represents a plot of absorption intensity, A , versus concentration of a chemical species under study. Discuss how the SHAPE of the graph below (i.e. a straight line) is possible, based on your knowledge of Beer-Lambert Law.


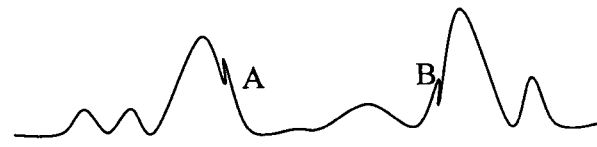
Graf berikut mewakili plot keamatan penyerapan A melawan kepekatan bagi suatu spesies kimia yang sedang dikaji. Bincangkan bagaimana bentuk graf itu (iaitu suatu garis lurus) boleh dihasilkan berdasarkan pengetahuan anda tentang hukum Beer-Lambert.

(5 marks)



- (c) Suggest way(s) to improve the chromatographic separation as shown in the chromatograms below :

Cadangkan cara(-cara) yang boleh memperbaiki pemisahan kromatografi seperti yang ditunjukkan dalam kromatogram berikut :

Sample	Chromatographic technique used	Result
Volatile extract from B747 jet engine oil	Gas chromatography with 3.0 m packed column	
Extract of guava leaves	High performance liquid chromatography with single solvent elution	Small peaks A and B are species of interest 

(5 marks)

6. High resolution chromatographic separation in gas chromatography is usually achieved via temperature programming. In high performance liquid chromatography (HPLC), similar resolution is achieved via solvent gradient elution. Discuss how temperature programming and gradient elution enable one to achieve excellent separation. Elaborate if there is any similarities in the separation principles of temperature programming in GC compared to gradient elution in HPLC?

Pemisahan beresolusi tinggi dalam kromatografi gas biasanya dapat dicapai melalui kaedah suhu terprogram. Dalam kromatografi cecair berprestasi tinggi, resolusi yang setara dapat dicapai melalui kaedah elusi pencerunan. Bincangkan bagaimana kaedah suhu terprogram dan kaedah elusi pencerunan mengizinkan seseorang mencapai pemisahan yang amat baik. Bincangkan juga jika terdapat kesamaan prinsip pemisahan kaedah suhu terprogram dalam kromatografi gas jika dibanding dengan kaedah elusi pencerunan dalam kromatografi cecair berprestasi tinggi.

(20 marks)