
UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Semester Kedua
Sidang Akademik 2007/2008

April 2008

IMG 204 – Analisis Peralatan Makanan
[Instrumental Analysis Of Food]

Masa: 3 jam
[Duration: 3 hours]

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

Jawab **LIMA** soalan. Soalan dalam **BAHAGIAN A** adalah **WAJIB**. Semua soalan boleh dijawab dalam Bahasa Malaysia ATAU Bahasa Inggeris.

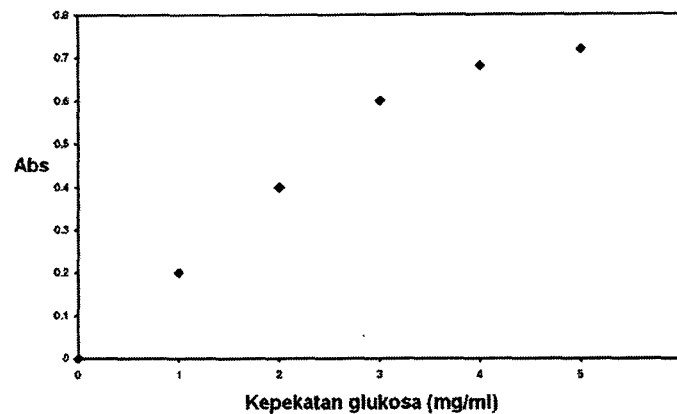
[Please check that the examination paper consists of NINE pages of printed material before you begin this examination.

*Answer **FIVE** questions. Question in **PART A** is **COMPULSORY**. All questions can be an answered either in Bahasa Malaysia OR English.]*

BAHAGIAN A: Soalan ini adalah soalan **wajib** dan berkaitan dengan amali.

1. Jawab semua bahagian soalan ini:

- (a) Bagaimanakah anda mengenalpasti identiti suatu larutan karbohidrat dengan polarimetri? (10 markah)
- (b) Huraikan fungsi-fungsi alat pengekstrak fasa pepejal dalam Kromatografi Cecair Prestasi Tinggi (HPLC). (5 markah)
- (c) Komen terhadap kurva piawai (Rajah 1) berikut yang diperoleh dengan UV-Vis spektroskopi. (5 markah)



Rajah 1

BAHAGIAN B: Jawab hanya empat(4) soalan daripada BAHAGIAN B.

2. Jawab semua bahagian soalan ini.

Merujuk kepada spektroskopi pendarflor molekul:

- (a) Tuliskan persamaan yang memberi hubungan di antara intensiti pendarflor dan kepekatan analit. Dengan jelas beri definasi setiap parameter dalam persamaan tersebut. (7 markah)
- (b) Berikan dua sebab bagi 'non-linearity' dalam kalibrasi pendarflor. (6 markah)
- (c) Lukiskan satu rajah berlabel untuk menunjukkan susunan spektrofotometer pendarflor. (7 markah)

3. Jawab semua bahagian soalan ini.

Berikut adalah satu contoh siri eluotropik bagi kromatografi.

| Pelarut | Kepolaran |
|---------------------------------|-----------|
| Heksana | 0.0 |
| CCl ₄ | 1.7 |
| Benzena | 3.0 |
| CH ₂ Cl ₂ | 3.4 |
| CHCl ₃ | 4.3 |
| Dioksana | 4.8 |
| Etanol | 5.2 |
| Aseton | 5.4 |
| Asetonitril | 6.2 |
| Metanol | 6.6 |
| Air | 9.0 |

- (a) Yang mana satukah merupakan pelarut yang paling kuat untuk kromatografi fasa berbalik? Berikan sebab-sebabnya.
- (b) Adakah pelarut yang dicadangkan dibahagian (a) berkemungkinan sesuai bagi kromatografi fasa normal? Berikan sebab-sebabnya.

- (c) Dua sebatian A dan B elut dalam CH_2Cl_2 (50%) dan asetonitril (50%) pada 3.0 dan 3.5 minit, masing-masing. Apabila pelarut diubah kepada 65% asetonitril dan 35% CH_2Cl_2 , A elut pada 2.7 minit dan B elut pada 3.1 minit. Apakah jenis turus yang mungkin diguna? Berikan sebab-sebabnya.
- (d) Apakah kesan terhadap masa elusi sebatian A dan B di atas, jika pelarut diubah kepada 35% asetonitril dan 65% CHCl_2 ?
- (e) Apakah kesan terhadap masa elusi A dan B di atas, jika komposisi pelarut diubah kepada 50% asetonitril dan 50% CHCl_3 .
- (20 markah)

4. Jawab kedua-dua bahagian soalan ini.

- (a) Terangkan analisis asid lemak menggunakan kaedah kromatografi gas (GC).
- (10 markah)
- (b) Terangkan perbezaan antara piawai dalaman dan piawai luaran dalam analisis kuantitatif kromatografi. Terangkan juga situasi yang mana anda akan mengguna piawai dalaman dan situasi yang mana anda akan mengguna piawai luaran (beri contoh-contoh analisis bagi setiap situasi).
- (10 markah)

5. Jawab kedua-dua bahagian soalan ini.

- (a) Anda perlu analisa sampel keju untuk kalsium dengan menggunakan spektroskopi penyerapan atom. Apakah masalah yang mungkin anda hadapi dan apakah langkah-langkah berjaga-jaga yang perlu anda ambil?
- (10 markah)

- (b) Satu larutan natrium dianalisa dengan spektrometri pemancaran bernyala menggunakan garisan dublet 589 nm (iaitu garisan-D natrium). Dalam menyediakan suatu prosedur bagi analisis tersebut, penganalisa mendapati bahawa 1-ppm larutan natrium memberi isyarat pemancaran yang mempunyai keamatan yang lebih rendah daripada larutan lain yang mengandungi campuran natrium berkepekatan yang sama dan juga 10 ppm kalium.

Dengan mengambil kira bahawa 10 ppm larutan kalium tidak memberi nilai pemancaran yang boleh diukur pada 589 nm,

- (i) Jelaskan kenapa kalium meningkatkan pemancaran natrium.
- (ii) Cadangkan satu kaedah, untuk membetulkan gangguan elemen mudah terion ini dan jelaskan bagaimana masalah ini boleh diatasi.

(10 markah)

6. Jawab semua bahagian soalan ini.

- (a) Anda perlu menjalankan analisa ke atas sampel alam sekitar yang disyaki mengandungi residu hidrokarbon berklorinat. Apakah alat pengesan lazim yang patut anda guna supaya dapat memberikan 'sensitivity' dan 'selectivity' yang terbaik untuk sebatian-sebatian ini? Beri penjelasan.

(10 markah)

- (b) Secara ringkas terangkan satu kaedah analisis termal dan berikan dua (2) contoh aplikasinya untuk analisis komponen makanan.

(10 markah)

7. Tuliskan catatan ringkas mengenai perkara-perkara berikut.

- (a) Kromatografi fasa normal dan fasa berbalik.
- (b) Kaedah penambahan piawai dalam spektroskopi penyerapan atom.
- (c) Elektroforesis gel natrium dodesil sulfat-poliakrilamida
- (d) Mod suntikan 'split' dan 'splitless' dalam GC

(20 markah)

SECTION A: This question is **compulsory** and related to the laboratory experiments.

1. Answer all parts of this question.

(a) How would you identify an unknown carbohydrate solution by polarimetry.

(10 marks)

(b) Describe the functions of a solid phase extraction device in High Performance Liquid Chromatography (HPLC).

(5 marks)

(c) Comment on the following standard curve (Figure 1) obtained by UV-Vis spectroscopy.

(5 marks)

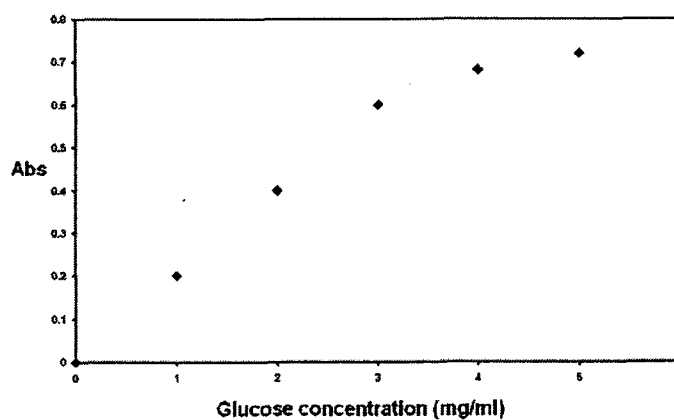


Figure 1

SECTION B: Answer only four (4) questions from SECTION B.

2. Answer all parts of this question.

With reference to molecular fluorescence spectroscopy:

(a) Write an equation to show the relationship between fluorescence intensity and analyte concentration. Clearly define each parameter in the equation.

(7 marks)

(b) Give two possible reasons for non-linearity in fluorescence calibrations.

(6 marks)

(c) Draw a labeled schematic diagram to show the layout of a fluorescence spectrometer.

(7 marks)

3. Answer all parts of this question.

The following is an example of an eluotropic series for chromatography.

| <i>Solvent</i> | <i>Polarity</i> |
|-------------------------------------|-----------------|
| <i>Hexane</i> | <i>0.0</i> |
| <i>CCl₄</i> | <i>1.7</i> |
| <i>Benzene</i> | <i>3.0</i> |
| <i>CH₂Cl₂</i> | <i>3.4</i> |
| <i>CHCl₃</i> | <i>4.3</i> |
| <i>Dioxane</i> | <i>4.8</i> |
| <i>Ethanol</i> | <i>5.2</i> |
| <i>Acetone</i> | <i>5.4</i> |
| <i>Acetonitrile</i> | <i>6.2</i> |
| <i>Methanol</i> | <i>6.6</i> |
| <i>Water</i> | <i>9.0</i> |

(a) Which would be the strongest solvent for reversed phase chromatography? Give reasons.

(b) Is the solvent you suggested in part (a) likely to be suitable for normal-phase chromatography? Give reasons.

...8/-

- (c) *Two compounds A and B elute in CH₂Cl₂ (50%) and acetonitrile (50%) at 3.0 and 3.5 minutes, respectively. When the solvent was changed to 65% acetonitrile and 35% CH₂Cl₂, A eluted at 2.7 minutes and B eluted at 3.1 minutes. What type of column was probably being used? Give reasons.*
- (d) *What would be the likely effect on the elution times of A and B above, if the solvent was changed to 35% acetonitrile and 65% CH₂Cl₂?*
- (e) *What would the likely effect be on the elution times of A and B above if the solvent composition was changed to 50% acetonitrile and 50% CHCl₃?*
- (20 marks)
4. *Answer both parts of this question.*
- (a) *Describe fatty acids analysis by gas chromatography (GC).*
- (10 marks)
- (b) *Describe the difference between an external and an internal standard in quantitative chromatographic analysis. Also describe a situation where you would use an internal standard and a situation where you would use an external standard (give examples of analysis for each case).*
- (10 marks)
5. *Answer both parts of this question.*
- (a) *You need to analyze a cheese sample for calcium using atomic absorption spectroscopy. What problems could you encounter and what precautions would you take?*
- (10 marks)

- (b) *A sodium solution is analyzed by flame emission spectrometry using the 589- nm doublet line (the so-called sodium D-lines). In developing a procedure for the analysis, the analyst notes that a 1-ppm solution of sodium gives a less intense emission signal than a solution containing a mixture of the same amount of sodium as well as 10 ppm of potassium.*

In view of the fact that the 10 ppm potassium gives no measurable emission at 589 nm,

- (i) *Explain why the potassium enhances the sodium emission.*
(ii) *Suggest a method to correct for this easily ionizable element interference and explain how it would eliminate the problem.*
(10 marks)

6. *Answer both parts of this question.*

- (a) *You need to carry out the analysis of an environmental sample suspected of containing chlorinated hydrocarbon residues. What common GC detector should you use in order to give the best sensitivity and selectivity for these compounds? Explain.*

(10 marks)

- (b) *Briefly describe one method of thermal analysis and give two (2) examples of its application for analysis of food components*

(10 marks)

7. *Write explanatory notes on the following:*

- (a) *Normal and reverse phase chromatography.*
(b) *Standard addition method in atomic absorption chromatography.*
(c) *Sodium dodecyl sulfate -polyacrylamide gel electrophoresis (SDS-PAGE).*
(d) *Split and splitless injection mode in GC.*

(20 marks)