

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Semester Pertama

Sidang 1997/98

September 1997

KAT 242/343 - Kaedah Spektrometri

[Masa: 3 jam]

Jawab sebarang **LIMA** soalan.

Hanya LIMA jawapan yang pertama sahaja akan diperiksa.

Jawab tiap-tiap soalan pada muka surat yang baru.

Kertas ini mengandungi TUJUH soalan semuanya (7 muka surat).

1. (a) Suatu larutan 10 bsj (bahagian dalam sejuta) plumbum menghasilkan isyarat penyerapan atom sebanyak 7.0% penyerapan. Berapakah kepekaan penyerapan atom bagi plumbum?
(4 markah)

- (b) Kenapakah gangguan kimia dan gangguan pengionan lebih rendah dalam plasma berganding secara aruhan dibandingkan dengan spektroskopi nyala? Berikan contoh tertentu bagi gangguan kimia dan gangguan ion dalam spektroskopi penyerapan atom.
(8 markah)

- (c) Orto- dan meta-kresol mempunyai spektrum ultralembayung yang bertindihan. Suatu sampel 5.00 mL dilarutkan dengan isooktana untuk menghasilkan isipadu akhir 25.00 mL. Kira kepekatan molar setiap isomer di dalam sampel anu berdasarkan data yang berikut:

Bahan	Kepekatan (M)	Keserapan di dalam sel 1.00 cm	
		λ_1	λ_2
o-kresol	4.63×10^{-4}	0.743	0.466
m-kresol	4.27×10^{-4}	0.339	0.609
anu		0.884	0.760

(8 markah)

2. (a) Pelbagai isipadu larutan 1.31×10^{-4} M ligan, L, ditambah kepada sepuluh kelalang volumetri 25.00 mL yang masing-masing mengandungi 5.00 mL larutan 2.46×10^{-4} M Ni^{2+} . Pencairan ke tanda dilakukan menggunakan air suling. Keserapan larutan yang terhasil disukat pada 470 nm dalam sel 2.00 cm. Data yang berikut diperolehi:

Isipadu L (mL)	Keserapan
0	0.006
2.00	0.152
4.00	0.295
6.00	0.461
8.00	0.608
10.00	0.697
12.00	0.722
14.00	0.729
16.00	0.727
18.00	0.730

Tentukan nisbah logam kepada ligan dalam kompleks di antara Ni^{2+} dan ligan, L.

(9 markah)

- (b) Keterserapan molar bagi ZnL_2 dan L^- pada 522 nm adalah masing-masing 9.88×10^3 dan 6.41×10^1 . Kira keserapan larutan (disukat dalam sel 2.00 cm) yang terhasil apabila 5.00 mL larutan 1.25×10^{-3} M $ZnCl_2$ dicampurkan dengan 10.00 mL larutan 0.100 M NaL dan dicairkan kepada 500 mL. Andaikan bahawa tindak balas pembentukan kompleks ZnL_2 adalah sempurna.

(6 markah)

- (c) Terangkan dengan ringkas bagaimana had pengesanan suatu unsur ditentukan menggunakan spektroskopi penyerapan atom.

(5 markah)

3. (a) Nyatakan samada kenyataan di bawah adalah benar atau salah. Berikan alasan anda.

(i) Tenaga dibebaskan dengan cekap daripada keadaan teruja sebatian yang mengandungi bromin melalui lintasan antara sistem.

(ii) Peralihan kepada keadaan asas selepas lintasan antara sistem berlaku melalui pengenduran getaran.

(6 markah)

- (b) Sebatian A menyerap daripada 200 hingga 300 nm dan berpendarfluor daripada 300 hingga 380 nm. Sebatian B menyerap daripada 250 nm hingga 300 nm dan berpendarfluor daripada 300 hingga 390 nm. Bagaimanakah penentuan sebatian A dapat dilakukan dengan kehadiran sebatian B?

(4 markah)

- (c) Suatu larutan disediakan dengan mencampurkan 5.00 mL larutan anu, X dengan 2.00 mL larutan yang mengandungi 4.13 μg piawai, S setiap mililiter dan dicairkan kepada 10.00 mL. Nisbah isyarat yang disukat bagi larutan X kepada isyarat bagi larutan S ialah 0.808. Dalam eksperimen yang berasingan, didapati bahawa bagi kepekatan X dan S yang sama, isyarat bagi larutan X adalah 1.31 kali lebih tinggi daripada isyarat bagi larutan S. Tentukan kepekatan X dalam larutan anu.
(6 markah)
- (d) Spektrum inframerah suatu sel KBr kosong menunjukkan 30 puncak gangguan di antara 1906 dan 698 cm^{-1} . Kira panjang laluan sel tersebut.
(4 markah)
4. (a) Kepekaan pengatoman elektroterma lebih baik daripada pengatoman nyala tetapi kepresisan relatifnya lebih buruk. Terangkan kenapa.
(5 markah)
- (b) Jelaskan bagaimana anda akan melakukan penentuan kalsium dalam sampel darah dengan menggunakan spektroskopi penyerapan atom nyala. Dalam penyediaan larutan piawai dan sampel sila pastikan gangguan daripada kandungan fosfat dalam sampel telah cuba di atasi.
(7 markah)

(c) Suatu siri larutan piawai strontium masing-masing mengandungi $1000 \mu\text{g mL}^{-1}$ kalium telah disediakan dan digunakan untuk memperolehi keluk tentukan keserapan strontium pada panjang gelombang tertentu. Jelaskan kesan langkah-langkah di bawah ke atas kecerunan keluk tentukan yang diperolehi:

- (i) Nyala udara-asetilena digantikan dengan nyala nitrus oksida-asetilena.
- (ii) Kandungan kalium ditingkatkan kepada $10,000 \mu\text{g mL}^{-1}$ bagi siri larutan strontium tersebut.

(8 markah)

5. (a) Bezakan antara spektrometer inframerah transformasi Fourier dengan spektrometer inframerah penyebaran. Apakah kelebihan spektrometer Fourier?

(6 markah)

(b) Sampel-sampel tertentu menghasilkan jirim zarah yang akan menyerak sebahagian daripada cahaya lampu katod berongga. Pengesan tidak dapat membezakan penyerakan daripada penyerapan. Terangkan dengan ringkas bagaimana masalah ini dapat diatasi dengan pembetulan latar belakang menggunakan lampu deuterium .

(5 markah)

- (c) Suatu sampel ubat seberat 4.800 g dikisar sehingga menjadi serbuk halus. Dua bahagian sampel tersebut masing-masing seberat 0.135 g dilarutkan di dalam asid cair dan kemudian dimasukkan ke dalam kelalang volumetri 50 mL, A dan B. 5.00 mL larutan 40.0 bsj Mn^{2+} ditambah kepada kelalang B dan kemudian kedua-dua kelalang diisi dengan air suling hingga ke tanda. Penyerapan mangan bagi larutan - larutan A dan B disukat dan adalah masing-masing 0.372 dan 0.642. Kira peratus mangan dalam sampel ubat. Jisim atom relatif, Mn : 54.938.

(9 markah)

6. (a) Apakah prinsip asas bagi kaedah pendarfluor sinar-X? Bagaimana pula ini berbeza dengan pendarfluor molekul dalam kawasan ultralembayung dan nampak?

(8 markah)

- (b) Lukisan minyak boleh dipastikan keasliannya dengan mengkaji komposisi pigmennya dengan kaedah pendarfluor sinar-X. Dengan menggunakan hablur ammonium dihidrogen fosfat ($d=5.325 \text{ \AA}$) ciri spektrum sinar-X dan keamatan relatifnya (nombor dalam kurungan) diperolehi:

Lapisan putih atas, 2 θ

27.3° (8)
 29.9° (60)
 54.6° (4)
 59.8° (18)

Lapisan putih bawah, 2 θ

33.7° (12)
 36.8° (100)
 73.6° (2)

Adakah lukisan tersebut dihasilkan sebelum atau selepas terdapatnya pigmen titanium putih? Bagi Ti, $K_{\beta} = 2.53 \text{ \AA}$, $K_{\alpha 1} = 2.75 \text{ \AA}$; bagi Ca, $K_{\beta} = 3.10 \text{ \AA}$, $K_{\alpha 1} = 3.28 \text{ \AA}$.

(8 markah)

- (c) Terangkan dengan ringkas bagaimana anda boleh menentukan ketebalan lapisan zink di atas substrat besi dengan menggunakan kaedah pendarfluor sinar-X.

(4 markah)

7. (a) Bandingkan plasma berganding secara aruhan-spektrometri pemancaran atom (ICP-AES) dengan plasma berganding secara aruhan-spektrometri jisim (ICP-MS) dari segi prinsip asas dan peralatan.

(10 markah)

- (b) Lakarkan gambarajah blok yang menunjukkan komponen-komponen spektrometer jisim. Nyatakan fungsi setiap komponen tersebut.

(6 markah)

- (c) Dalam spektrometer jisim masa penerbangan, apakah perbezaan masa penerbangan di antara ion, $m/z = 44$ dan ion, $m/z = 43$? Voltan pemecutan ialah 2800 V dan jarak penerbangan ialah 100 cm.

(4 markah)

oooOOOooo