

## UNIVERSITI SAINS MALAYSIA.

Peperiksaan Semester Pertama

Sidang Akademik 1997/98

September 1997

KAT 342 - Kimia Analisis II

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 (5 muka surat).

1. (a) Dengan gambarajah yang sesuai tunjukkan bagaimana anda boleh mendapatkan nilai kuantitatif dan kualitatif daripada suatu spektrum selangar, polarogram dan puncak kromatogram. Tuliskan simbol yang berkaitan bagi nilai-nilai tersebut.

(10 markah)

- (b) Di bawah ialah hasil penyukatian ion kalsium menggunakan teknik potensiometri;

[Ca <sup>2+</sup> ]/mM	1.1 x 10 <sup>-1</sup>	1.167 x 10 <sup>-2</sup>	9.985 x 10 <sup>-4</sup>	1.208 x 10 <sup>-4</sup>	1.006 x 10 <sup>-5</sup>	Anu
E vs SCE/mV	0.315	0.288	0.258	0.231	0.200	0.266

Lakarkan keluk yang sesuai. Dengan menggunakan keluk ini nyatakan samada kecerunan menurut Nernst atau tidak dan seterusnya kira kepekatan kalsium dalam larutan anu.

(10 markah)

2. (a) Cadangkan pengesanan kromatografi gas yang sesuai bagi analisis sampel di bawah. Nyatakan dengan ringkas sebab pilihan anda.
- (i) Surihan racun serangga berklorin dalam contoh ekstrak tisu.
  - (ii) Air dalam pelarut organik.
  - (iii) Wap benzena terpekat dalam sampel udara.

(10 markah)

- (b) Bezakan di antara yang berikut :
- (i) Keupayaan piawai dan keupayaan setengah.
  - (ii) Pengutuban dan voltan lampau.
  - (iii) Arus baki dan arus menghad.

(10 markah)

3. (a) Dengan ringkas jelaskan maksud kenyataan ini ;  
**“Secara am spektrometri penyerapan atom adalah lebih baik berbanding dengan pemancaran nyala bagi analisis kebanyakan logam”.**

(6 markah)

- (b) Dalam analisis menggunakan spektrometri inframerah;
- (i) Mengapakah air tidak boleh digunakan sebagai pelarut?
  - (ii) Mengapakah tiub pemfotoganda tidak boleh digunakan sebagai pengesan?
  - (iii) Bagaimanakah caranya mendapatkan spektrum suatu polimer yang tidak larut dalam mana-mana pelarut organik yang biasa bagi spektrometri inframerah?

(6 markah)

- (c) Dadah umumnya menyerap kuat dalam kawasan ultralembayung-nampak. Suatu dadah, tetrasiklin, mempunyai keterserapan molar,  $\epsilon$ , pada  $\lambda_{\text{mak}}$  254 nm dan 267 nm masing-masing  $1.6 \times 10^4$  dan  $1.9 \times 10^4$ . Sementara hasil hidrolisisnya, epitetrasiklin, mempunyai nilai  $\epsilon$  pada masing-masing  $\lambda_{\text{mak}}$  ialah  $1.6 \times 10^4$  dan  $1.5 \times 10^4$ . sekiranya campuran kedua-dua sebatian menghasilkan keserapan  $A_{254} = 0.402$  dan  $A_{267} = 0.432$ , kira nisbah kepekatan tetrasiklin terhadap hasil hidrolisisnya.

(8 markah)

4. (a) Bincangkan kelebihan kromatografi cecair prestasi tinggi berbanding kromatografi gas. Tumpukan perbincangan anda kepada alatan dan analisis.
- (10 markah)
- (b) Dalam teknik voltammetri menggunakan elektrod Hg, vitamin C, L-askorbik, menghasilkan puncak anod pada +0.1 V vs SCE. Analisis vitamin C suatu sampel jus oren, yang distabilkan dengan sedikit asid oksalik, dituras, ditimbal pada pH 8 dan dicairkan ke paras 50 mL, menghasilkan arus menghad 8.17  $\mu\text{A}$ . Kira kepekatan ( $\text{mg mL}^{-1}$ ) vitamin C dalam jus tersebut jika faktor titisan Hg ialah 2.65 dan pemalar arus menghad vitamin C ialah 3.00.  
(J.M.R. asid askorbik, 175.11; formula faktor titisan =  $m^{2/3} t^{1/6}$ ; dan pemalar arus menghad =  $I_d/Cm^{2/3} t^{1/6}$ ).
- (10 markah)
5. (a) Cadangkan bagaimanakah anda melaraskan suatu alatan spektrometri penyerapan jika larutan yang digunakan menghasilkan ralat yang besar disebabkan samada terlalu cair atau terlalu pekat.
- (6 markah)
- (b) Bagi setiap yang berikut cadangkan parameter yang sesuai bagi memperbaiki kromatogram yang dihasilkan;
- (i) dalam suatu turus dengan fasa pegun Carbowax 600 analit A dan B terpisah dengan baik tapi tidak C dan D. Jika turus dipanjangkan dua kali pemisahan puncak C dan D hanya diperbaiki sedikit.

- (ii) Dalam suatu turus OV-1 di atas Chromosorb-W pada 80°C masa penahanan berikut diperolehi : 2.1 , 2.3 , 3.4 , 7.8 , 10.7 dan 13.5 minit. Puncak terakhir sangat lebar bagi tujuan kuantitatif.
- (iii) Puncak kromatogram racun serangga bersulfur sukar dikenalpasti di antara lain-lain puncak bagi suatu sampel ekstrak sayur jika pengesanan pengionan nyala digunakan.

(6 markah)

- (c) Terangkan bagaimana komponen alatan di bawah berfungsi ;
  - (i) interferometer
  - (ii) lampu katod berongga.

(8 markah )

6. (a) Nyatakan kawasan spektrum dan jenis elektron yang terlibat dalam penyerapan sebatian yang berikut :

- (i)  $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{COOH}$
- (ii)  $\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_3$
- (iii)  $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
- (iv)  $\text{CH}_2(\text{CH})_4\text{CH}_2$

(10 markah)

- (b) Dalam kaedah polarografi kadmium(II) diturunkan pada +0.605 V vs SCE. Suatu larutan sampel bijih (0.850 g dalam asid dan dicairkan ke paras 250 mL), anu, telah menghasilkan arus pembauran 9.61  $\mu\text{A}$ . Analisis larutan piawai  $\text{Cd}^{2+}$  dalam keadaan yang sama seperti anu menghasilkan;

$[\text{Cd}^{2+}]/\text{mM}$	0.5	1.0	2.0
$I_d / \mu\text{A}$	4.12	4.28	16.56

Lakarkan suatu polarogram dalam julat +0.5 V ke -2.0 V vs SCE dan kira peratus Cd dalam bijih tersebut.

(J.A.R. Cd, 112.41).

(10 markah)

7. Katakan anda sudah pun bekerja sebagai seorang ahli kimia di sebuah agensi kerajaan. Dengan peralatan yang tersedia seperti spektrometer ultralembayung-nampak, pendarfluor, inframerah dan penyerapan atom, kromtograf cecair prestasi tinggi, kromograf gas, elektrod pH dan beberapa elektrod pemilih ion lain dan polarograf dalam makmal anda, anda dikehendaki oleh ketua anda melakukan analisis yang berikut ;
- aluminium dalam air teh limau,
  - kalium dalam sampel darah pesakit jiwa,
  - minyak tanah dalam contoh samsu,
  - plumbum dalam susu tepung bayi
  - dadah dalam air kencing penjenayah.

Atas sebab-sebab tertentu semua analisis perlu disiapkan dalam masa yang singkat dan hasil perlulah presis dan dipercayakan. Apakah pilihan anda terhadap kaedah dan alatan yang tersedia yang akan anda gunakan dan nyatakan alasannya?

(20 markah)

oooOOOooo