

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Semester Kedua  
Sidang Akademik 1997/98

Februari 1998

KAT 244 - Kaedah Pemisahan

KAT 344 - Kaedah Pemisahan

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 (6 muka surat).

---

1. (a) Sebanyak 250 mg sampel sebatian organik telah dilarutkan dalam 200 mL air dan telah diekstrak dengan 50 mL benzena. Selepas keseimbangan, didapati 63 mg sebatian organik terdapat dalam fasa akueus.

(i) Kira nisbah taburan,  $D_c$  untuk sebatian ini.

(ii) Kira peratus sebatian organik yang masih tidak terekstrak setelah tiga kali pengekstrakan dijalankan yang setiap kali menggunakan 50 mL benzena.

(iii) Senaraikan tiga keburukan pengekstrakan yang menggunakan benzena sebagai pelarut.

(12 markah)

(b) Huraikan dua prinsip pengekstrakan pelarut bagi pengekstrakan ion logam. Senaraikan langkah-langkah yang boleh diambil untuk mengurangkan gangguan daripada ion logam yang lain.

(8 markah)

- 2 (a) Satu campuran pewarna yang dipisahkan menggunakan kaedah kromatografi lapisan nipis menghasilkan data berikut:

<u>Bahan</u>	<u>Jarak pergerakan (cm)</u>
Pelarut	6.6
Sudan IV	0.0
Rhodamina B	3.8
Fast Green FCF	5.6

- (i) Cadangkan pelarut yang sesuai untuk mengelusi sebatian ini. Beri sebab untuk jawapan anda.
- (ii) Kira nilai  $R_f$  bagi setiap pewarna.
- (iii) Berapakah jarak pergerakan yang akan dilalui oleh Rhodamina B jika pelarut yang sama telah bergerak 11.5 cm?
- (iv) Cadangkan satu cara bagaimana Sudan IV boleh digerakkan di atas plat ini.

(12 markah)

- (b) Huraikan dengan ringkas jenis-jenis pelebaran dalam sistem kromatografi. Senaraikan langkah-langkah yang boleh di ambil untuk mengurangkan fenomenon ini.

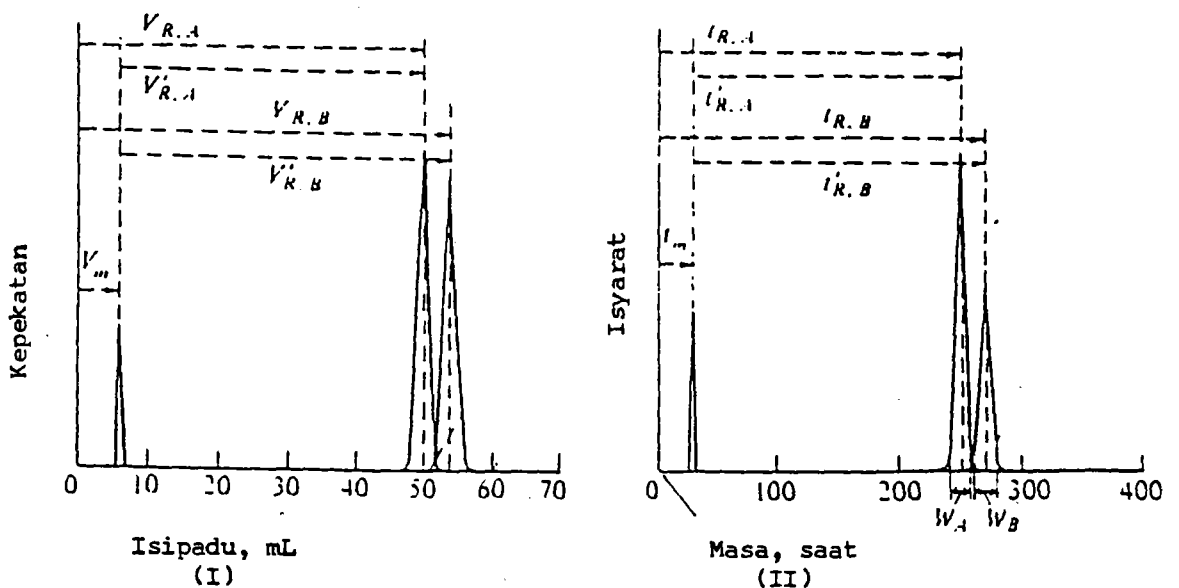
(8 markah)

3. Kromatogram yang dihasilkan apabila kepekatan disukat sebagai fungsi isipadu pelarut pengelusi (Kromatogram (I)), dan isyarat disukat sebagai fungsi masa (Kromatogram II) di atas turus kromatografi cecair yang panjangnya 120 cm bagi pemisahan campuran yang mengandungi A dan B ditunjukkan pada Rajah 1 di bawah.

Jika nilai  $V_s$  adalah 10 mL, kira

- (i) kadar aliran pelarut pengelusi,  $F$ ,
- (ii) faktor muatan,  $k'$ . Sila komen tentang nilai  $k'$  ini,
- (iii) bilangan plat teoretis,  $n$ ,
- (iv) HETP,
- (v) resolusi puncak. Adakah resolusi ini mencukupi untuk penentuan kuantitatif?
- (vi) Apakah kesannya terhadap kualiti kromatogram jika kadar aliran pelarut pengelusi menjadi terlalu cepat? Sila berikan justifikasi terhadap jawapan anda.

(20 markah)



Rajah 1 : Kromatogram bagi campuran yang mengandungi A dan B, (I) kepekatan sebagai fungsi isipadu pelarut pengelusi, (II) Isyarat sebagai fungsi masa.

- 4 (a) Satu pewarna (jisim molekul relatif, 1 000 000) memerlukan 36.4 mL pelarut untuk dielusikan melalui turus Bio-Gel P-10 (dimensi turus: 2.0 cm diameter x 40 cm panjang). Seterusnya, satu campuran ovalbumin (jisim molekul relatif, 45 000) dan NaCl dilalukan melalui turus ini. Jika kadar aliran adalah tetap pada 2.0 mL per minit sepanjang pemisahan, julat pemeringkatan bagi Bio-Gel P-10 adalah jisim molekul relatif 1500 - 20 000, dan dengan mengandaikan puncak adalah tajam, kira masa penahanan yang dijangkakan bagi

- (i) ovalbumin,
- (ii) NaCl,
- (iii) suatu molekul jika nilai  $K_{av} = 0.65$ .
- (iv) Apakah nilai  $K_{av}$  masing-masing yang dijangkakan bagi ovalbumin dan NaCl?

(12 markah)

- (b) Terangkan dengan terperinci bagaimana penentuan kuantitatif drug teofelina dalam plasma boleh ditentukan menggunakan kaedah kromatografi afiniti. Tumpukan penerangan anda terhadap prinsip dan langkah-langkah yang diperlukan untuk melaksanakan kaedah ini.

(8 markah)

5. (a) Satu campuran yang hanya mengandungi toluena dan klorobenzena masing-masing menghasilkan keluasan puncak 8.75 dan 1.13 cm<sup>2</sup> dari kromatografi gas.

- (i) Pengesan jenis apakah yang sesuai digunakan bagi analisis sampel ini? Sila beri sebabnya.

.../5..

- (ii) Jika kepekaan yang lebih tinggi untuk klorobenzena diperlukan, pengesanan jenis apakah yang harus digunakan? Sila beri prinsip asas operasi pengesanan ini.
  - (iii) Jika gerakbalas molar pengesanan adalah sama bagi setiap komponen, kira komposisi campuran dalam sebutan peratus mol.
  - (iv) Kira komposisi campuran dalam sebutan peratus jisim.  
(Jisim molekul relatif; toluena, 92.1; chlorobenzena, 112.6)  
(14 markah)
- (b) Terangkan bagaimana pengesanan logam-logam peralihan boleh dilakukan dalam kromatografi ion.  
(6 markah)
6. (a) Berikan penerangan ringkas mengenai perkara-perkara berikut:
- (i) Secara amnya pemisahan menggunakan kaedah kromatografi bendalir supergenting menghasilkan keputusan dengan lebih cepat dan resolusi yang lebih baik berbanding dengan kaedah kromatografi cecair prestasi tinggi.
  - ii) Additif kadang-kadang ditambahkan kepada sistem bendalir karbon dioksida dalam kromatografi bendalir supergenting.
  - (iii) Gel sintetik lebih meluas digunakan berbanding dengan gel yang diperolehi daripada bahan semula jadi bagi kromatografi penelapan gel.

.../6..

- (iv) Kecekapan pemisahan menggunakan kaedah elektroforesis rerambut adalah 10-100 kali ganda lebih baik berbanding dengan kaedah kromatografi cecair keupayaan tinggi.

(12 markah)

- (b) Terangkan jenis-jenis saling tindak yang menahan pergerakan sebatian apabila digunakan kaedah pengekstrakan pepejal. Mengapakah kaedah pengekstrakan fasa pepejal semakin meluas penggunaannya?

(8 markah)

7. (a) Karbon teraktif telah dilaporkan dapat menjerap sebatian meruap dengan baik. Satu geran penyelidikan telah dipohon daripada Kerajaan Pusat untuk mengkaji keberkesanan beberapa gred karbon teraktif untuk menghilangkan bauan daripada buah durian. Cadangkan bagaimana anda boleh menilai kesesuaian karbon teraktif ini untuk mencirikan secara kualitatif dan kuantitatif sebatian yang terjerap pada permukaan karbon teraktif.

(14 markah)

- (b) Bincangkan perbezaan utama di antara sistem kromatografi cecair konvensional berbanding dengan kromatografi cecair keupayaan tinggi.

(6 markah)

oooOooo