

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Kursus Semasa Cuti Panjang
Sidang Akademik 1999/2000

April 2000

KAT 242 - Kaedah Spektroskopi

[Masa: 3 jam]

Jawab sebarang **LIMA** soalan.

Hanya **LIMA** jawapan pertama akan diperiksa.

Sila mulakan dengan muka surat baru bagi setiap jawapan.

Kertas ini mengandungi **TUJUH** soalan (5 muka surat).

1. (a) Dengan memberikan alasan-alasan yang sesuai, terangkan secara ringkas perkara-perkara berikut:
 - (i) Molekul yang teruja menghasilkan spektrum jalur, sedangkan atom yang teruja menghasilkan spektrum garis.
 - (ii) Spektrum penyerapan yang didapati dengan menggunakan sinaran ultralembayung atau nampak lebih lebar puncaknya jika dibandingkan dengan spektrum inframerah.
 - (iii) Pengatom elektroterma dapat meninggikan kepekaan di dalam spektroskopi penyerapan atom.

(12 markah)

- (b) Lukiskan bentuk keluk pentitratan fotometri yang anda dapat ramalkan bagi tindak balas

$A + T \rightleftharpoons P$; A adalah analit, T adalah titran dan P adalah hasil, jika;

- (i) hanya titran yang menyerap,
- (ii) hanya hasil yang menyerap, tetapi titran tidak menyerap,
- (iii) analit yang dititratkan menyerap, tetapi titran tidak menyerap dan
- (iv) analit yang dititratkan dan titran yang menyerap.

(8 markah)

2. (a) Tentukan kepekatan Ca dalam sampel yang mana data yang telah didapati dengan menggunakan spektroskopi pemancaran nyala adalah seperti di bawah. Kepekatan larutan piawai Ca adalah $1 \mu\text{g/mL}$. Pencairan dilakukan dengan menggunakan air suling.

Larutan	Keamatan relatif
20 mL sampel, dicairkan kepada 25 mL	10.0
20 mL sampel + 1 mL piawai Ca, dicairkan kepada 25 mL	13.3
20 mL sampel + 2 mL piawai Ca, dicairkan kepada 25 mL	16.5

(8 markah)

- (b) Jelaskan secara ringkas bagaimana kaedah spektroskopi inframerah dapat digunakan di dalam analisis kuantitatif.

(4 markah)

- (c) Dengan menggunakan gambarajah, tunjukkan perbezaan di antara komponen-komponen asas bagi peralatan spektroskopi ultralembayung-nampak dengan spektroskopi pendarfluor molekul.

(4 markah)

- (d) Bagi sesetengah molekul spektrum penyerapan dan spektrum pendarfluor adalah arca cermin di antara satu sama lain. Jelaskan secara ringkas kenyataan ini.

(4 markah)

3. (a) Spektrum inframerah sel KBr kosong dapat menentukan panjang laluan. Kira panjang laluan sel jika bilangan puncak gangguan di antara 1200 dan 1000 cm^{-1} adalah :

- (i) 13 puncak.
(ii) 6 puncak.

(6 markah)

- (b) Kompleks yang terbentuk di antara Ni^{2+} dan suatu ligan, L telah dikaji dengan dengan cara berikut. Isipadu yang berbeza bagi larutan $1.31 \times 10^{-4} \text{ M L}$ ditambahkan kepada sembilan kelalang volumetri yang mengandungi 5.00 mL larutan $2.46 \times 10^{-4} \text{ M Ni}^{2+}$. Selepas dicairkan kepada 25 mL dengan air suling, larutan-larutan ini diukur pada keserapan maksimum, iaitu 470 nm dengan menggunakan sel 2.00 cm. Data yang berikut diperolehi:

Isipadu ligan /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

Kira bilangan ligan, L bagi setiap Ni^{2+} di dalam kompleks dan tuliskan persamaan pembentukan kompleks.

(10 markah)

- (c) Kira bilangan mod gerakan getaran bagi molekul benzena dan air.

(4 markah)

4. (a) Bandingkan spektroskopi pemancaran nyala dengan spektroskopi penyerapan atom berdasarkan kepada:
- (i) Prinsip asas bagaimana keputusan didapati.
 - (ii) Peralatan.
 - (iii) Penggunaan.
 - (iv) Kepekaan penentuan.

(16 markah)

- (b) Terangkan secara ringkas bagaimana pengionan dalam nyala akan mempengaruhi penentuan sesuatu unsur dalam spektroskopi pemancaran nyala dan spektroskopi penyerapan atom.

(4 markah)

5. (a) Suatu larutan X yang berkepekatan 2.0×10^{-4} M memberikan kehantaran 48.3 % apabila sel 2.0 cm digunakan. Berapakah nilai kepekatan larutan X yang memberikan kehantaran 28.2 % apabila diukur pada keadaan yang sama? Apakah nilai kedayaserapan molar larutan X?

(6 markah)

- (b) Kenapakah spektroskopi penyerapan atom yang menggunakan teknik penjanaan hidrida bagi As dan Se dan teknik penjanaan wap sejuk bagi Hg dapat menghasilkan had pengesanan yang lebih rendah daripada spektroskopi penyerapan atom nyala yang menggunakan penebulaan larutan?

(5 markah)

- (c) Nyatakan sama ada kenyataan di bawah benar atau salah. Berikan alasan anda.
- (i) Pelindapan merupakan suatu gangguan dalam spektroskopi pendarfluor molekul.
 - (ii) Al dapat ditentukan dengan menggunakan nyala udara-asetilena dalam spektroskopi penyerapan atom.
 - (iii) Penambahan sesetengah pelarut organik kepada larutan sampel dapat meninggikan kepekaan dalam spektroskopi nyala.

(9 markah)

6. (a) Mengapakah, jikapun ada, sangat sedikit penyediaan sampel yang diperlukan dalam pendarfluor sinar-X.
(4 markah)
- (b) Tuliskan hubungan peralihan bagi garis $K_{\alpha 2}$ dan $K_{\beta 1}$ dalam spektroskopi sinar-X.
(6 markah)
- (c) Terangkan mengapa gas lengai tidak termasuk dalam 70 unsur yang dapat dianalisis dengan spektroskopi pemancaran.
(4 markah)
- (d) Berikan beberapa faktor penting mengapa punca plasma berganding secara aruhan dan punca plasma arus terus menghasilkan data analisis kuantitatif yang lebih baik jika dibandingkan dengan punca-punca pemancaran yang lain.
(6 markah)
7. (a) Terangkan mengapa hanya ion bercas positif yang direkodkan dalam spektrometer jisim.
(3 markah)
- (b) Apakah kombinasi-kombinasi C, H dan N yang boleh didapati bagi ion $m/e = 43$?
(4 markah)
- (c) Bagi jarak penerbangan 100 cm dalam spektrometer jisim masa penerbangan, berapakah perbezaan masa ketibaan di antara ion-ion $m/e = 44$ dan $m/e = 43$ apabila voltan pemecutan adalah 2800 V? ($e = 1.6 \times 10^{-19}$).
(6 markah)
- (d) Bagi suatu ion yang berjisim m , bercas e dan berhalaju v , terbitkan suatu persamaan bagi menentukan nilai m/e yang dihasilkan dalam spektrometer jisim. Daripada nilai-nilai m/e , terangkan bagaimana spektrum jisim boleh didapati.
(7 markah)

oooOooo