

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Kursus Semasa Cuti Panjang
Sidang Akademik 1998/99

April 1999

KAT 244 – Kaedah Pemisahan

[Masa : 3 jam]

Jawab sebarang **LIMA** soalan.

Hanya LIMA jawapan pertama akan diperiksa.

Jawab tiap-tiap soalan pada muka surat yang baru.

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

1. Pemisahan secara kromatografi cecair keupayaan tinggi dadah A, B, C, D dan E di dalam campuran memberikan data berikut :

Dadah	t_r (min)	$w_{1/2}$ (min)
X*	0.08	-
A	0.50	0.02
B	0.60	0.05
C	1.05	0.08
D	1.50	0.25
E	3.00	0.50

Nota * : X adalah sebatian yang tidak tertahan.

Tinggi puncak kelima-lima dadah adalah sama.

- (i) Lakarkan kromatogram daripada data di atas.
- (ii) Beri komen kepada rupa bentuk tiap-tiap puncak yang anda lakarkan.
- (iii) Hitunglah tinggi plat teoretis tiap-tiap puncak dan resolusi di antara puncak-puncak terdekat.

- (iv) Beri cadangan bagaimana anda dapat memperbaiki pemisahan di antara puncak yang bertindih disamping itu mempercepatkan pengelusan puncak terakhir.

(20 markah)

2. (a) Kromatografi gas dapat memisahkan sampel di dalam keadaan mudah meruap. Terangkan bagaimana kromatografi gas dapat digunakan untuk memisahkan sebatian yang tidak meruap seperti sebatian organik berkutub ataupun ion logam.

(10 markah)

- (b) Pengesanan yang digunakan di dalam kromatografi gas dapat bersifat universal ataupun spesifik, berikan contoh pengesanan yang bersifat demikian. Nyatakan cara kerja masing-masing disamping itu nyatakan juga kelebihan dan kekurangan tiap-tiap satunya.

(10 markah)

3. (a) Pengekstrakan pelarut adalah suatu proses keseimbangan di antara fasa.

- (i) Tunjukkan skema beberapa keseimbangan yang terlibat di dalam pengekstrakan logam dengan ligan tertentu.

- (ii) Bagaimanakah pH memainkan peranan di dalam pengekstrakan asid lemah ?

(10 markah)

- (b) Terangkan secara ringkas jenis-jenis interaksi yang terlibat sehingga sesuatu spesies itu larut di dalam pelarut tertentu.

(10 markah)

4. Pemisahan ion-ion logam dapat dilaksanakan dengan kaedah kromatografi pertukaran ion.

- (i) Tuliskan struktur resin penukar ion dengan memberikan kumpulan berfungsi yang sesuai untuk pemisahan kation atau anion.
- (ii) Terangkan bagaimana anda dapat menyediakan 1 L larutan HCl 0.10 M dengan menggunakan resin penukar kation dan LiCl gred piawai.
(J.A.R. : H: 1.0, Li: 6.9, Cl; 35.5).
- (iii) Sebanyak 30 mL resin penukar kation dimasukkan ke dalam suatu turus. Jika diketahui muatan pertukaran adalah 1.5 meq mL^{-1} , kiralah berapa milligram Cu^{2+} yang dapat tertahan di dalam turus tersebut.
(J.A.R. : Cu ; 63.5).

(20 markah)

5. Kaedah pengekstrakan pelarut menjadi amalan yang lazim untuk memencilkan dadah dari urin seorang penagih dadah. Sebelum pemilihan sistem pelarut dan pH yang sesuai di pilih, kajian terhadap sistem akueus dan pelarut organik tertentu untuk dadah tertentu patut dibuat.

- (i) Sebanyak 20 mL larutan akueus pH 7 yang mengandungi dadah 0.10 M digoncang dengan eter 10 mL. Setelah dua lapisan dipisahkan, dadah tersebut ditentukan dengan kaedah kromatografi, didapati sebanyak 0.5 mmol dadah masih tinggal di dalam larutan akueus. Hitunglah nisbah taburan dan peratus dadah yang terekstrak.
- (ii) Larutan akueus seperti di atas jika digoncang dengan kloroform 10 mL didapati sebanyak 0.3 m mol dadah tertinggal di dalam larutan akueus. Hitunglah nisbah taburan dan peratus dadah terekstrak.

- (iii) Larutan akueus seperti di dalam (i), jika diasidkan sedikit kepada pH 6 dan diekstrakkan dengan eter, sebanyak 0.3 m mol masih tinggal di dalam akueus, sedangkan jika diekstrak dengan kloroform, sebanyak 0.2 m mol masih tertinggal di dalam akueus. Terangkan kesan penurunan pH kepada kecekapan pengekstrakan.
- (iv) Jika anda hanya mempunyai eter sahaja di dalam makmal, bagaimanakah caranya supaya anda dapat memperolehi pemencilan sekurang-kurangnya sama cekap dengan kloroform jika tidak lebih baik?
(20 markah)
6. (a) Sebatian A dengan berat molekul 80,000 telah dilalukan ke dalam turus kromatografi penyingkiran saiz yang mempunyai fasa pegun yang had penyingkirannya adalah 40,000. Isipadu penahanannya adalah 25 mL. Sebatian B yang agak kecil sehingga dapat telap sepenuhnya ke dalam liang fasa pegun tadi mempunyai isipadu penahanan 152 mL. Suatu sebatian, X, jika dilalukan melalui turus tersebut memberikan masa penahanan 102 mL. Kiralah isipadu kosong, V_m , isipadu total liang, V_s dan pekali taburan sebatian X tersebut.
(10 markah)

- (b) Anggarkan berat molekul kimotripsinogen dari data berikut yang diperoleh dari kaedah kromatografi penyingkiran saiz.

Sebatian	Berat Molekul	V, mL
Urease	483,000	45
Ovalbumin	46,000	140
Miyoglobin	16,900	133
Sitokroma	13,000	140
Kimotripsinogen	-	125

(10 markah)

7. Bincangkan dua teknik kromatografi yang anda ketahui. Perbincangan mestilah mencakupi asas dan peralatan disamping itu nyatakan juga persamaan, perbezaan, kekurangan dan kelebihan di antara kedua-dua teknik tersebut.

(20 markah)

oooOOOooo