

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA
Peperiksaan Semester Kedua
Sidang Akademik 1991/92
Mac/April 1992
KAA 331 Kaedah Pemisahan
[Masa : 3 jam]

Jawab sebarang LIMA soalan sahaja.

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) Apakah yang dimaksudkan dengan masa penahanan, t_R , dan faktor penahanan, R_f ? (4 markah)
- (b) Apakah asas pemisahan dalam elektroforesis? (2 markah)
- (c) Apakah yang dimaksudkan dengan persamaan van Deemter dan takrifkan sebutan-sebutan yang terdapat dalam persamaan tersebut? (5 markah)
- (d) Apakah yang dimaksudkan dengan elusi cerunan? Berikan kebaikan dan kegunaannya. (5 markah)
- (e) Dua puncak kromatogram gas masing-masing mempunyai masa penahanan, t_R , 85 dan 100 saat apabila turus yang mempunyai tinggi setara plat teori, HETP, 1.5 cm/plat digunakan. Kirakan panjang turus yang diperlukan untuk memisahkan dua puncak tersebut. Anggap kedua-dua puncak mempunyai kelebaran dasar, w_b , yang sama. (4 markah)
2. (a) Terangkan dengan ringkas tentang prinsip taburan arus berlawanan. (5 markah)
- (b) Suatu larutan akueus mengandungi tiga jenis sebatian organik terekstrakan seperti berikut :
- (i) Sebatian organik neutral
 - (ii) Sebatian organik berbes
 - (iii) Sebatian organik berasid

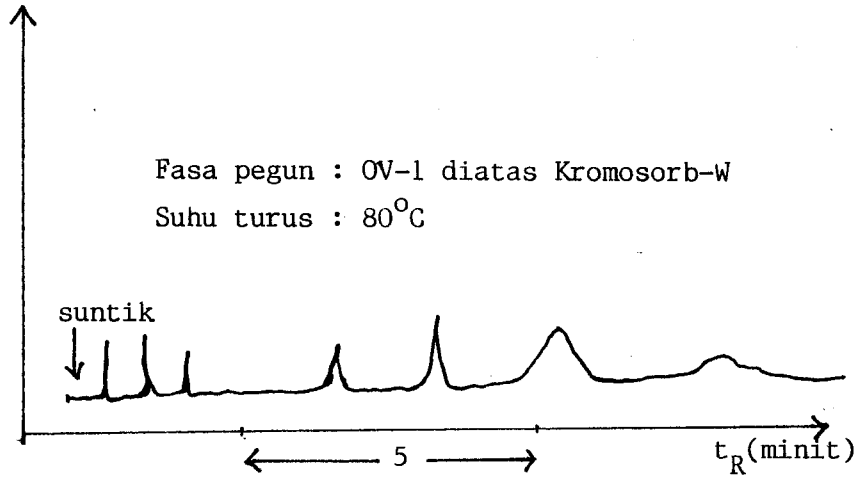
Cadangkan satu skema pengekstrakan pelarut bagi pemisahan ketiga-tiga jenis sebatian organik tersebut.

- (c) Ion Al^{3+} membentuk kompleks kelat dengan 8-hidroksikuinolina (HOKs) dan dapat diekstrak ke dalam fasa kloroform. Tunjukkan empat persamaan keseimbangan yang berlaku di dalam atau di antara fasa akueus dan fasa kloroform.
(4 markah)
- (d) Nisbah taburan, D , bagi pengekstrakan pelarut iodin daripada air ke dalam karbon tetraklorida ialah 65.7. Kirakan peratus iodin terekstrak, $\%E$, daripada 50.0 mL air selepas tiga kali pengekstrakan dengan 10 mL karbon tetraklorida setiap kali.
(5 markah)
3. (a) Pengkuantitian dapat dilakukan dalam kaedah kromatografi iaitu dengan cara (a) menormalkan faktor-faktor gerak balas relatif atau dengan (b) menggunakan piawai dalaman. Terangkan dengan ringkas tentang kedua-dua teknik di atas. Bagaimanakah kuantiti suatu komponen dapat ditentukan menggunakan teknik-teknik tersebut?
(10 markah)
- (b) Dalam elektroforesis, kedudukan komponen yang dipisahkan dapat dikesan dengan kaedah pewarnaan.
- (i) Terangkan tentang kaedah pewarnaan ini dan bagaimanakah kaedah ini dilakukan?
- (ii) Berikan dua jenis bahan pewarna yang digunakan, contoh setiap jenis bahan pewarna ini dan komponen yang dapat diwarnakan.
(10 markah)
4. (a) Takrifkan resolusi, R_s , dalam suatu analisis kromatografi dan tuliskan persamaan yang berkaitan.
(4 markah)
- (b) Terangkan dengan ringkas kromatografi lapisan nipis (KLN) fasa terbalik dan apakah perbezaannya dengan KLN fasa biasa?
(6 markah)

- (c) Kromatogram di bawah diperolehi apabila suatu sampel yang mengandungi berbagai sebatian dipisahkan dengan kromatografi gas. Cadangkan satu cara bagaimana pemisahan dapat dipertingkatkan untuk setiap kromatogram di bawah. Beri alasan anda.

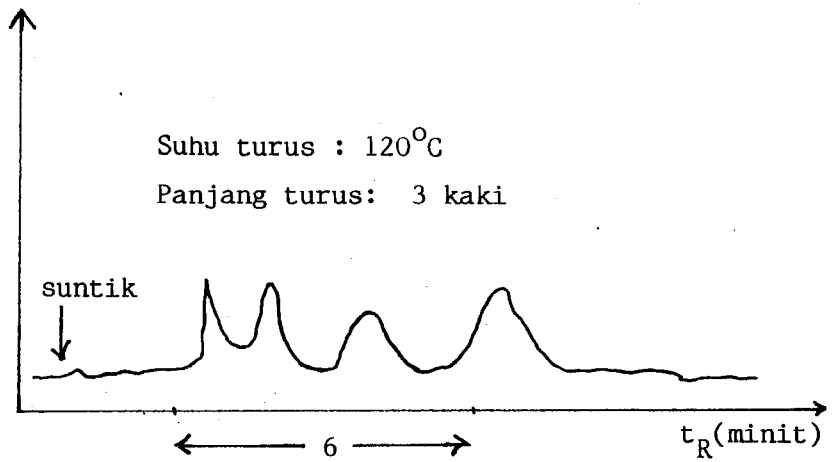
(i)

Isyarat pengesanan



(ii)

Isyarat pengesanan



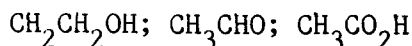
(6 markah)

- (d) Terangkan dua contoh pemisahan menggunakan kromatografi afiniti. (4 markah)

.../4-

5. (a) Sirap yang mengandungi fruktosa (I) berasa lebih manis dari sirap biasa yang mengandungi kebanyakannya glukosa (II). Terangkan satu tatacara kromatografi gas untuk menganalisis fruktosa dan glukosa di dalam sirap. Sila lihat Lampiran A untuk struktur I dan II. (6 markah)

(b) Bagi sebatian di bawah, nyatakan tertib elusi dari turus alumina yang menggunakan n-heksana sebagai pelarut pengelusi. Beri sebab jawapan anda.



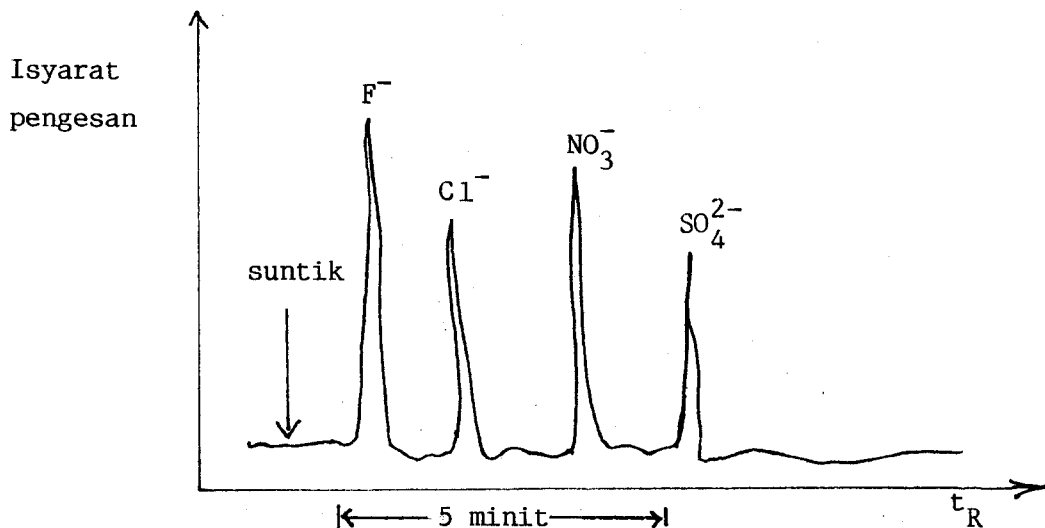
(4 markah)

(c) Terangkan dengan ringkas apakah yang dimaksudkan dengan:

- (i) Siri eluotropi.
- (ii) Ekoran.
- (iii) Kromatografi cecair fasa terbalik.
- (iv) Pendarahan turus.
- (v) Pemalar McReynolds.

(10 markah)

6. (a) Kromatogram bagi suatu sampel air yang dianalisis menggunakan kromatografi ion ditunjukkan di bawah.



Beri penerangan anda mengenai tertib elusi di atas.

(6 markah)

- (c) Apakah yang dimaksudkan dengan kromatografi cecair keupayaan tinggi. Terangkan mod-mod pemisahan dalam kromatografi jenis ini.
(8 markah)

7. (a) Apakah yang dimaksudkan dengan muatan sesuatu resin penukar ion? Terangkan bagaimana anda dapat menentukan muatan sesuatu resin penukar anion.

(7 markah)

- (b) Satu sebatian dielusikan dari turus alumina terlalu cepat apabila aseton digunakan sebagai pelarut pengelusi dalam kromatografi sekatan. Adakah penggunaan kloroform akan melambatkan atau mempercepatkan pergerakan sebatian tersebut? Beri alasan anda.

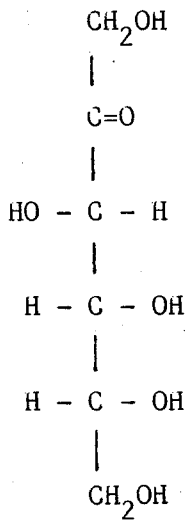
(5 markah)

- (c) Ramalkan kesan terhadap rupabentuk puncak kromatografi gas apabila:
- (i) Kadar alir dipertingkatkan.
 - (ii) Turus dipanjangkan dua kali ganda.
 - (iii) Sampel disuntik terlalu lama (~15 saat).
 - (iv) Suhu tempat penyuntik terlalu rendah, sehinggakan sampel tidak meruap dengan cepat.

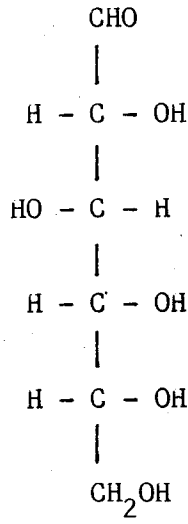
Bagi setiap jawapan anda, beri justifikasinya.

(8 markah)

LAMPIRAN A



I - Fruktosa



II - Glukosa