

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Semester Kedua

Sidang Akademik 1992/93

April

KAA 331 - Kaedah Pemisahan

[Masa : 3 jam]

Jawab **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 (9 muka surat).

1. (a) Suatu zat terlarut mempunyai nisbah pertaburan 4.0 telah diekstrak daripada 10.00 mL fasa 1 ke dalam fasa 2.
- (i) Berapakah isipadu fasa 2 yang diperlukan untuk mengekstrak 99% zat terlarut jika diekstrak satu kali ?
- (ii) Berapakah jumlah isipadu fasa 2 yang diperlukan untuk mengeluarkan 99% zat terlarut jika tiga kali pengekstrakan menggunakan isipadu sama setiap kali dijalankan ?

(7 markah)

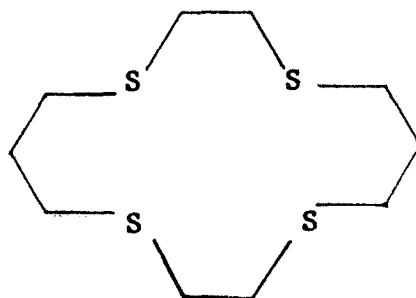
(b) (i) Apakah yang dimaksudkan dengan muatan penukaran sesuatu resin penukar ion ?

(ii) Terangkan bagaimana anda boleh menyukat muatan penukaran suatu resin penukar anion menggunakan piawai NaOH, piawai HCl, atau sebarang reagen lain yang anda suka.

(7 markah)

(c) Eter tiamahkota(I) di bawah didapati boleh membentuk satu kompleks kuat dengan Cu(I). Dengan bantuan satu gambarajah antarafasa yang sesuai, senaraikan semua keseimbangan dan persamaan masing-masing yang terlibat untuk pengekstrakan cekap Cu(I) daripada fasa akueus ke dalam fasa organik.

(6 markah)



(I)

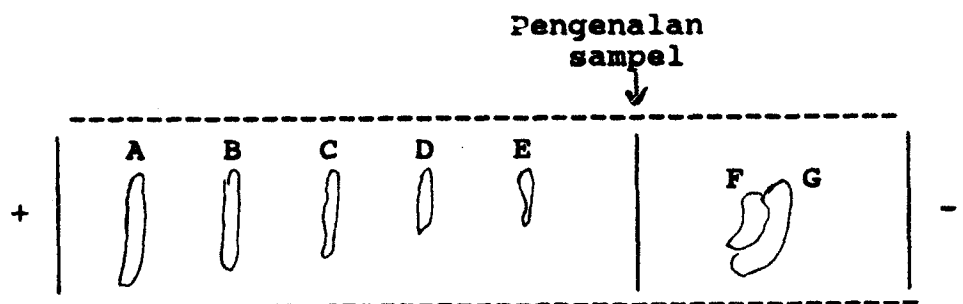
2. (a) Dekstran Biru 2000 telah dielusikan dalam isipadu 36.4 mL daripada satu turus (dimensi: 2.0 cm diameter x 40 cm panjang) Sephadex G-50 yang mempunyai julat pemeringkatan 1500 - 30 000 .

(i) Apakah isipadu penahanan yang dijangkakan untuk hemoglobin (JMR: 64 000)?

(ii) Apakah isipadu penahanan bagi suatu molekul yang mempunyai $K_{av} = 0.65$?

(8 markah)

(b) Suatu elektroforetogram kertas protein plasma binatang pada pH 8.6 ditunjukkan di bawah.



(i) Apakah kesimpulan yang boleh anda buat berdasarkan kepada elektroforetogram ini ?

(ii) Cadangkan bagaimana komponen F dan G boleh diresolusikan dengan lebih baik.

(9 markah)

- c. (i) Kiralah perbezaan isipadu penahanan bagi zat terlarut A dan B yang dilalukan melalui suatu turus mengandungi 1.8 mL fasa pegun dan 2.7 mL fasa gerak. Nisbah pertaburan bagi A dan B adalah masing-masing 8.5 dan 16.8 .

(5 markah)

3. (a) Nisbah pertaburan sebatian A dan B dalam suatu turus kromatografi adalah masing-masing 180 dan 225. Sebatian manakah yang dielusikan dahulu daripada turus tersebut ? Mengapa ?

(4 markah)

- (b) Pemalar A, B dan C daripada persamaan van Deemter mempunyai nilai berikut bagi 2 turus terpadat yang sama panjang:

	A/cm.	B/cm ² s ⁻¹	C/s
	-----	-----	-----
Turus 1	0.10	0.40	0.06
Turus 2	0.13	0.32	0.13

- (i) Jika halaju gas pembawa ialah 1.0 cm s⁻¹, turus manakah yang menghasilkan nombor plat teoritis yang lebih besar? Beri alasan anda.

(ii) Berapakah halaju fasa gerak optimum bagi setiap turus?

(iii) Anggarkan nilai A bagi turus 1 jika ia digantikan dengan satu turus rerambut.

(10 markah)

(c) Anda telah dilantik manjadi pengurus sebuah ladang kelapa sawit. Selain daripada menyelia pekerja ladang, tugas anda yang lain termasuklah penyelenggaraan makmal ladang yang dilengkapi dengan peralatan analisis moden dan juga alat kaca biasa serta bahan kimia. Suatu malam, ribut taufan kencang telah merosakkan ladang anda - banyak pokok yang tumbang, bekalan elektrik dan telefon terputus. Pada besok paginya semasa anda meronda untuk menilai kerosakan, anda terjumpa mayat di bawah sebuah bangsal. Setelah memeriksa mayat tersebut, anda menjumpai sebatang pen dan sekeping nota di dalam poket si mati. Cadangkan bagaimana anda boleh tentukan samada nota yang dijumpai itu ditulis dari pen yang dijumpai itu atau sebaliknya.

(6 markah)

4. (a) Analisis kromatografi gas suatu campuran n-pentana, n-heksana, n-heptana, dan n-oktana menggunakan pengesan kekonduksian terma, adalah berdasarkan kepada pengoksidaan hidrokarbon terelusi ke CO_2 dan H_2O dan seterusnya memasukkan CO_2 melalui pengesan setelah dihilangkan H_2O . Data berikut diperolehi.

Sebatian -----	Luas puncak/unit arbitrari -----
n-pentana	10.0
n-heksana	24.0
n-heptana	42.0
n-oktana	64.0

Kira :

- (i) Peratus mol komposisi sampel.
 (ii) Peratus berat komposisi sampel.

(9 markah)

- (b) Senaraikan kebaikan utama dan penghadan utama bagi pengesan (i) kekonduksian terma, (ii) pengionan nyala, dan (iii) penangkapan elektron.

(8 markah)

- (c) Mengapakah sampel yang lebih kecil perlu disuntik ke dalam turus rerambut berbanding dengan turus terpadat ?

(3 markah)

5. (a) Sebatian X mempunyai nisbah pertaburan 2.7 di antara air dan benzena. Jika larutan 50 mL mengandungi 4.5 mg X, berapa kali pengekstrakan menggunakan 50 mL benzena yang diperlukan untuk mengekstrak 99.0% X ?

(4 markah)

- (b) Dua sebatian yang mempunyai nisbah pertaburan 1.47 dan 1.86 dipisahkan menggunakan turus yang nilai $V_s/V_m = 3.6$. Kiralah bilangan plat teoritis yang diperlukan untuk menghasilkan resolusi 1.35.

(6 markah)

- (c) Terangkan prinsip dan peranan turus penindas dalam kromatografi ion.

(6 markah)

- (d) Bezakan di antara setiap pasangan istilah berikut :
- (i) Elektroforesis depan dan elektroforesis zon.
 - (ii) Elusi kecerunan dan elusi isokratik.

(4 markah)

6. (a) Masa penahanan terlaras t'_R , berikut dalam sebutan cm diperolehi daripada suatu kromatogram :

Sebatian -----	t'_R -----
n-heksana	8.4
sikloheksana	14.6
n-heptana	15.7
toluena	18.3
n-oktana	30.8

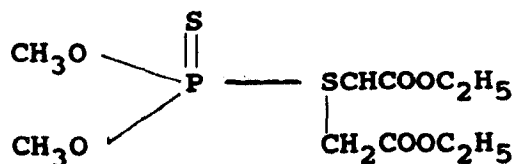
Kiralah index Kovat bagi sikloheksana dan toluena.

(6 markah)

- (b) Kiralah ketinggian ekuivalen plat teoritis (HETP) bagi suatu turus panjangnya 20 cm yang menghasilkan puncak di mana nilai $V_R = 185$ mL dan $W = 83$ mL.

(6 markah)

- (c) Satu kiriman buah belimbing untuk pasaran luar negeri telah diketahui mengandungi paras surih racun perosak, malation. Menggunakan skema pemisahan yang sesuai, terangkan bagaimana anda boleh menentukan kandungan racun perosak ini.



Malation

(8 markah)

7. (a) Ramalkan samada sebatian A dan B boleh dipisahkan dengan baik atau tidak menggunakan satu turus yang mempunyai ciri berikut :

$$n = 20, V_m = 2.0 \text{ mL dan } V_s = 1.0 \text{ mL.}$$

Nisbah pertaburan A dan B adalah masing-masing 4 dan 10.

(5 markah)

- (b) Iklan berikut telah dijumpai dalam suatu penerbitan saintifik.

"Kromatografi cecair prestasi tinggi bersama pengesanan elektrokinia - alat sempurna untuk semua keperluan pemisahan anda".

Berikan komen anda mengenai iklan ini.

(5 markah)

- (c) Terangkan dengan ringkas bagaimana anda boleh membezakan samada sesuatu sampel gelatin itu adalah berpunca daripada sumber babi atau daripada tumbuhan laut.

(5 markah)

- (d) Nyatakan kaedah pemisahan, bersama alasannya, yang paling sesuai untuk perkara berikut :

- (i) Air ketulenan tinggi untuk makmal analisis.
(ii) Analisis pelbagai polisakarida yang terdapat dalam batang kelapa sawit.

(5 markah)

oooOOOooo