

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Semester Kedua

Sidang Akademik 1994/95

April 1995.

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 (6 muka surat).

1. (a) Suatu sampel 100 mL mengandungi 200 mg dadah telah diekstrak ke dalam pelarut organik. Jika $D_C = 20$, kira amaun dadah yang masih berada di dalam lapisan akueus jika :

- (i) Diekstrak dengan 100 mL eter.
- (ii) Pengekstrakan dijalankan dua kali, menggunakan 50 mL eter setiap kali.

(5 markah)

- (b) Suatu resin penukar-kation kuat mempunyai muatan penukaran 1.8 meq mL^{-1} . Jika suatu turus mengandungi 33 mL resin tersebut, berapa milligram Ni^{2+} yang boleh ditahannya?

(Ni : jisim atom relatif ; 58.7) .

(5 markah)

.../2-

(c) Adakah anda bersetuju atau tidak bersetuju dengan kenyataan berikut? Berikan alasan anda.

- (i) K_a suatu asid lemah, HA , boleh ditentukan menggunakan kaedah pengekstrakan pelarut.
- (ii) Dalam penentuan nisbah taburan, suhu hendaklah ditetapkan.

(5 markah)

(d) Nyatakan kesan perkara berikut terhadap bentuk puncak kromatografi gas jika :

- (i) Suhu ketuhar dikurangkan.
- (ii) Fasa pegun ditingkatkan.

(5 markah)

2. (a) Suatu turus terbuka kromatografi gas (2 m panjang) mempunyai halaju optimum 1.2 cm saat^{-1} dan mempunyai 9000 plat teoritis pada halaju optimum ini. Tentukan persamaan van Deemter bagi turus ini.

(8 markah)

(b) Paras surih fenol dalam air boleh ditentukan menggunakan kromatografi cecair prestasi tinggi. Jika 50 ng piawai menghasilkan keluasan puncak 140 unit dan 20 μL sampel air yang mengandungi fenol menghasilkan keluasan puncak 26 unit, kira kandungan fenol dalam sebutan bahagian per juta.

(5 markah)

.../3-

- (c) Terangkan dengan ringkas istilah berikut :
- (i) Julat pemeringkatan.
 - (ii) Kromatografi lapisan nipis prestasi tinggi.
 - (iii) Kromatografi cecair prestasi tinggi fasa terbalik.
 - (iv) Indeks penahanan Kovat.

(7 markah)

3. (a) Suatu turus kromatografi mempunyai kecekapan bersamaan dengan 4200 plat teoritis dan mempunyai masa penahanan masing-masing 15.05 dan 14.82 min, untuk oktadekana dan 2-metilheptadekana.
- (i) Sejauh manakah sebatian ini diresolusikan di atas turus ini ?
 - (ii) Berapa plat teoritis yang diperlukan untuk menghasilkan resolusi bersamaan dengan satu bagi masa penahanan tersebut?

(8 markah)

- (b) Terangkan bagaimana pengesanan kekonduksian termal bekerja. Bagaimanakah kepekaannya boleh dipertingkatkan?

(8 markah)

- (c) Senaraikan kebaikan apabila kaedah berikut digunakan :

- (i) Penerbitan turus-lepas.
- (ii) Analisis ruang kepala.

(4 markah)

.../4-

4. (a) Bagi suatu turus kromatografi gel, isipadu elusi bagi ovalbumin (jisim molekul = 4.0×10^4) ialah 180 mL; bagi γ -globulin (jisim molekul = 1.5×10^5) ialah 100 mL. Berapakah jisim molekul satu enzim yang dielusikan pada 90 mL?
(6 markah)
- (b) Dalam pembuatan membran polivinil klorida yang dipemplastikkan, amatlah penting bahan-bahan ketulenan tinggi dan polivinil klorida jisim molekul $> 100\,000$ digunakan. Adakah didapati satu membran ini mempunyai kualiti yang tidak memuaskan. Dengan memberikan butir selengkap yang mungkin, apakah yang anda boleh lakukan untuk mencari punca masalah ini?
(8 markah)
- (c) Senaraikan strategi pengekstrakan yang boleh mempertingkatkan kecekapan pengekstrakan ion logam.
(6 markah)
5. (a) Data berikut diperolehi daripada satu analisis kromatografi gas :
 $t_R = 10.0$ min, $W = 0.30$ min, $t_{udara} = 0.50$ min, $V_g = 40.0$ mL,
dan $F = 40$ mL min⁻¹. Kira :
(i) Faktor muatan, k' .
(ii) Isipadu fasa gerak, V_m .
(iii) Pekali taburan, K_D .
(iv) Isipadu penahanan, V_R .
(v) Plat teoritis, n .

(10 markah)

.../5-

(b) Bincangkan faktor-faktor yang menentukan kadar penghijrahan dalam elektroforesis.

(6 markah)

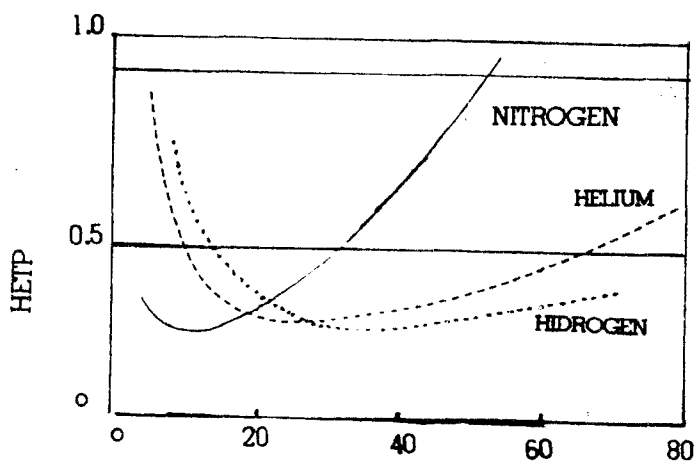
(c) Mengapakah kadar alir optimum fasa gerak dalam kromatografi gas biasanya lebih besar daripada kromatografi cecair prestasi tinggi ?

(4 markah)

6. (a) Rajah 1 menunjukkan kelok van Deemter bagi gas pembawa berlainan, iaitu nitrogen, helium dan hidrogen. Ini ditentukan daripada puncak hidrokarbon C_{17} yang mempunyai nilai $k' = 7.90$ menggunakan turus tiub terbuka yang dioperasikan pada suhu ketuhar $175^{\circ}C$.

- (i) Apakah yang dimaksudkan dengan turus tiub terbuka?
- (ii) Dalam gas pembawa manakah pembauran hidrokarbon tersebut paling cepat?
- (iii) Gas pembawa manakah yang patut digunakan untuk memperolehi pemisahan terbaik berdasarkan kepada kecekapan dan kelajuan ?
- (iv) Cadangkan fasa pegun dan pengesan yang sesuai untuk sistem ini.

(10 markah)



Purata halaju gas pembawa linear, $cm\ s^{-1}$.

- (b) Dalam menjalankan analisis kromatografi gas terhadap larutan akueus asid butanoik, didapati kepekannya adalah di bawah had pengesanan pengesanan nyala. Cadangkan bagaimana masalah ini boleh diatasi.

(6 markah)

- (c) Terangkan perbezaan di antara istilah berikut :

- (i) Pekali sekatan dan nisbah taburan.
- (ii) Teori kadar dan teori plat.

(4 markah)

7. (a) Terangkan prinsip asas kromatografi bendalir supergenting. Banding dan bezakan kaedah kromatografi ini dengan kromatografi gas dan kromatografi cecair.

(8 markah)

- (b) Anda telah ditugaskan di makmal analisis sebuah syarikat farmasi. Tugas anda yang pertama ialah untuk menganalisis anion di dalam air ultra tulen syarikat. Bagaimanakah anda boleh naikkan taraf ("up-grade") salah sebuah unit kromatografi cecair prestasi tinggi untuk tujuan ini.

(8 markah)

- (c) Satu zat terlarut mempunyai nisbah taburan 2.63 dan masa penahan 116 saat di atas suatu turus nilai V_0/V_m 6.37. Berapakah masa penahanan zat terlarut jika nisbah taburannya ialah 2.31 ?

(4 markah)

oooOOOooo