

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA  
Peperiksaan Semester Pertama  
Sidang 1991/92  
Oktober/November 1991  
KAA 333 Kaedah Spektroskopi  
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 (4 muka surat).

---

1. (a) Suatu masalah yang sukar dalam spektroskopi melibatkan resolusi garisan Ga (403.298 nm), K (404.414 dan 404.720 nm) dan Mn (403.076, 403.307 dan 403.449 nm) antara satu sama lain.
- (i) Berapakah bilangan garisan yang minimum yang diperlukan pada suatu parutan untuk menresolusikan dua garisan yang paling dekat antara garisan-garisan tersebut pada tertib pertama?
- (ii) Jika suatu spektrometer mempunyai penyebaran linear songsang, 1.6 nm/mm pada tertib pertama, berapakah lebar celahan yang akan anda gunakan untuk menresolusikan dua garisan pada bahagian (i)? Lebar celahan tetap pada peralatan tersebut adalah 50, 25, 10 dan 5  $\mu\text{m}$ .
- (9 markah)
- (b) Rajah 1 menunjukkan spektrum bagi sitokrom C pada lebar jalur:
- (1) 20 nm, (2) 10 nm, (3) 5 nm dan (4) 1 nm .
- Pada lebar jalur kurang daripada 1 nm, ketinggian puncak penyerapan tidak lagi berubah. Jelaskan kesan lebar jalur ke atas spektrum yang diperolehi.
- (6 markah)
- (c) Bezakan spektrograf dengan spektrofotometer.
- (5 markah)

.../2-

2. (a) Terangkan bagaimana lampu hidrogen menghasilkan spektrum selanjut dalam kawasan ultra lembayung. (5 markah)
- (b) Kedua-dua bentuk asid dan bes suatu penunjuk pH, HA, pada kepekatan  $10^{-4}$  M menyerap sinaran. Kecerapan adalah masing-masing 0.3 dan 0.2 pada 450 nm dan 650 nm bagi larutan zat penunjuk pada pH 1. Pada pH 12, kecerapan adalah masing-masing 0.1 dan 0.8 pada 450 nm dan 650 nm. Kuvet 2 cm digunakan bagi semua sukatan. Kecerapan larutan penunjuk pada pH 5 adalah masing-masing 0.2 dan 0.5 pada 450 nm dan 650 nm.
- (i) Berapakah kecerapan molar bagi bentuk asid penunjuk tersebut pada kedua-dua panjang gelombang?
- (ii) Berapakah  $pK_a$  bagi penunjuk pH tersebut?
- (iii) Berapakah kecerapan yang akan disukat pada 450 nm dan 650 nm jika pH diubah kepada pH 4? (15 markah)
3. (a) Jelaskan tentang dua sumber yang digunakan dalam spektroskopi penyerapan atom. (8 markah)
- (b) Bagaimanakah pembetulan latar belakang berdasarkan kesan Zeeman dilakukan? (4 markah)
- (c) Kepekaan pengatoman elektroterma lebih tinggi daripada pengatoman nyala tetapi kepresisan relatif lebih rendah. Jelaskan kenapa. (8 markah)
4. (a) Jelaskan tentang monokromator echelle. Bagaimanakah monokromator ini berbeza daripada monokromator yang menggunakan parutan echelle? (8 markah)
- (b) Kenapakah gangguan kimia dan pengionan lebih rendah dengan sumber plasma berganding secara aruhan, ICP dibandingkan dengan kaedah penyerapan atom nyala? (6 markah)

.../3-

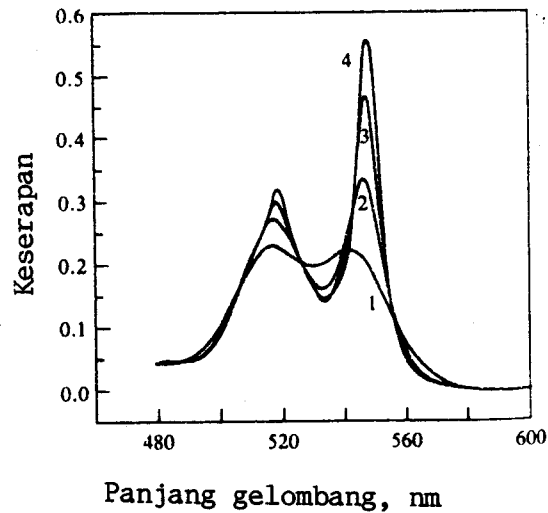
- (c) Suatu sampel air yang mengandungi surihan zink dianalisis menggunakan ICP. Suatu sampel tentukuran yang mengandungi 1.4 ppm zink menghasilkan isyarat 124.5 unit. Jika isyarat latar belakang adalah 8.2 unit dan kepekatan zink yang sepadan dengan latar belakang ini ialah 0.02 ppm, kira kepekatan zink dalam sampel yang menghasilkan isyarat 94.5 unit.
- (6 markah)
5. (a) Lakarkan gambarajah blok yang menunjukkan komponen-komponen spektrometer jisim. Nyatakan fungsi setiap komponen tersebut.
- (6 markah)
- (b) Bagaimanakah penganalisis pemfokusan tunggal dan penganalisis pemfokusan ganda dua bekerja? Bandingkan resolusi yang diperolehi oleh kedua-duanya.
- (10 markah)
- (c) Dalam spektrometer jisim masa penerbangan, apakah perbezaan masa penerbangan di antara ion,  $m/z = 44$  dan ion,  $m/z = 43$ ? Voltan pemecutan ialah 2800V dan jarak penerbangan ialah 100 cm.
- (4 markah)
6. (a) Suatu bahan anu dianalisis menggunakan spektrometer pendarfluor sinar-X. Hablur 'mica' yang mempunyai ruangan kekisi  $9.984 \text{ \AA}$  digunakan sebagai hablur penganalisis. Pemantulan diperhatikan pada sudut ( $2\theta$ )  $9^\circ 34'$ ,  $12^\circ 8'$ ,  $19^\circ 12'$ ,  $24^\circ 24'$  dan  $38^\circ 58'$ . Kira panjang gelombang garisan-garisan pendarfluor dan kenalpasti unsur-unsur dalam bahan anu tersebut. Sila gunakan jadual 1 sebagai rujukan.
- (12 markah)
- (b) Apakah prinsip asas bagi kaedah pendarfluor sinar-X? Bagaimana pula ini berbeza dengan pendarfluor molekul dalam kawasan ultra-lembayung dan nampak?
- (8 markah)

.../4-

7. (a) Kenapakah penyimpangan daripada Hukum Beer lebih ketara bagi spektroskopi penyerapan dalam kawasan inframerah dibandingkan dengan kawasan ultra lembayung dan nampak?  
(5 markah)
- (b) Bagaimanakah anda dapat melakukan analisis setiap komponen dalam campuran-campuran berikut tanpa pengolahan sampel:
- (i) Dua sebatian teruja pada panjang gelombang yang sama tetapi berpendarfluor pada panjang gelombang yang berbeza.
  - (ii) Dua sebatian teruja pada panjang gelombang yang berbeza tetapi berpendarfluor pada panjang gelombang yang sama.
  - (iii) Dua sebatian mempunyai spektrum penyerapan yang bertindih tetapi hanya salah satu daripada sebatian ini berpendarfluor.  
(9 markah)
- (c) Jelaskan tentang perkara-perkara dibawah berhubung dengan pendarfluor molekul :
- (i) Pertukaran luaran.
  - (ii) Pertukaran dalaman.
  - (iii) Lintasan antara sistem.  
(6 markah)

ooo000ooo

RAJAH 1



JADUAL 1

Unsur	Keupayaan minimum bagi pengujaan garisan K (kV)	Tepi penyerapan K ( $\text{\AA}$ )		Tepi penyerapan $L_{III}$		
		$K\beta$ ( $\text{\AA}$ )	$K\alpha_1$ ( $\text{\AA}$ )	$L_{III}$ ( $\text{\AA}$ )	$L_{\alpha_1}$ ( $\text{\AA}$ )	
Magnesium	1.30	9.54	9.558	9.889	247.9	251.0
Titanium	4.966	2.50	2.514	2.748	27.37	27.39
Kromium	5.988	2.070	2.085	2.290	20.7	21.67
Mangan	6.542	1.895	1.910	2.102	19.40	19.45
Kobalt	7.713	1.607	1.621	1.789	15.93	15.97
Nikel	8.337	1.487	1.500	1.658	14.58	14.57
Kuprum	8.982	1.380	1.392	1.541	13.29	13.33
Zink	9.662	1.283	1.295	1.435	12.13	12.26
Molibdenum	20.003	0.620	0.632	0.709	4.912	5.406
Argentum	25.535	0.484	0.497	0.559	3.698	4.154
Tungsten	69.51	0.178	0.184	0.209	1.215	1.476
Platinum	78.35	0.158	0.164	0.186	1.072	1.313