
UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Semester Kedua
Sidang Akademik 2001/2002

Februari/Mac 2002

KAA 505 - Kaedah Pemisahan

[Masa : 3 jam]

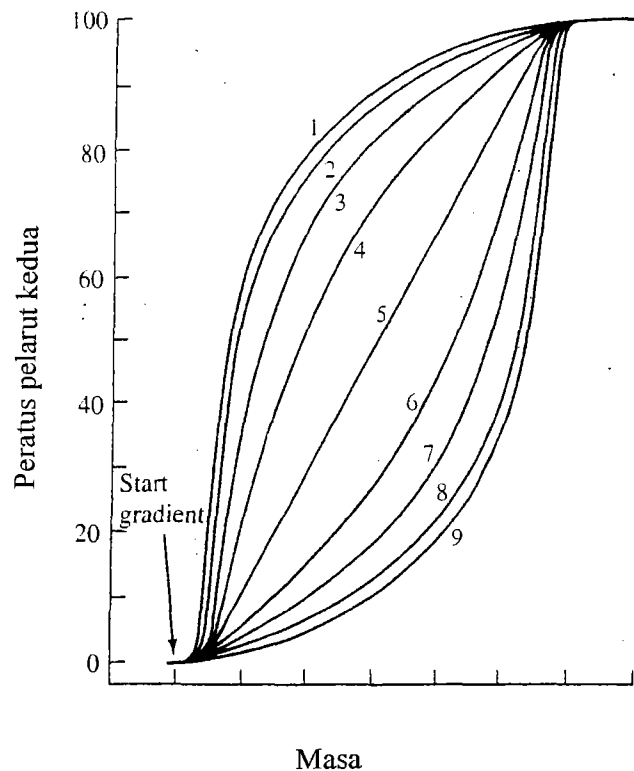
Sila pastikan bahawa kertas peperiksaan ini mengandungi ENAM muka surat yang bercetak sebelum anda memulakan peperiksaan ini.

Jawab **LIMA** soalan. Jika calon menjawab lebih daripada lima soalan hanya lima soalan pertama mengikut susunan dalam skrip jawapan akan diberi markah.

1. Pemisahan berdasarkan kepada keseimbangan taburan melibatkan pemindahan jisim di antara dua fasa yang tidak bercampur. Daripada kenyataan tersebut jelaskan tentang;
- (i) keseimbangan primer yang terlibat,
 - (ii) keseimbangan sekunder untuk molekul tertentu,
 - (iii) saling tindak molekul yang terlibat, dan
 - (iv) bagaimana pemindahan jisim terjadi.

(20 markah)

2. Penambahan kandungan pelarut kedua kepada pelarut pertama mengikut kaedah elusi kecerunan dapat di aturcara peningkatan peratusnya secara cekung ataupun cembung mengikut gambarajah berikut :



- (i) Beri penjelasan umum tentang rupa bentuk cembung dan cekung pada gambarajah di atas.
- (ii) Dengan mengambil contoh sistem 1, 5 dan 9, jelaskan mengenai sistem kecurunan tersebut dengan mengambil contoh sistem pelarut tertentu sebagai fasa bergerak untuk pemisahan sebatian tertentu. (20 markah)
3. (a) Terangkan mengenai perkara berikut. Gunakan lakaran dan contoh yang sesuai jika perlu.
- (i) Proses pemisahan dalam suatu turus kromatografi gas.
- (ii) Pengesan bagi sisa racun perosak berhalogan. (10 markah)
- (b) Terangkan lima daripada ciri utama yang perlu wujud untuk sesuatu pengesan kromatografi gas yang baik. (10 markah)

4. (a) Cadangkan fasa pegun atau fasa gerak yang sesuai untuk pemisahan menggunakan kaedah kromatografi bagi campuran sebatian berikut.
- (i) Suatu campuran hidrokarbon (berstruktur rantai dan gelang) yang mempunyai bilangan karbon 8 hingga 25 (C8 – C25) . Cadangkan fasa pegun yang sesuai untuk pemisahan menggunakan kromatografi gas.
 - (ii) Suatu campuran pelbagai racun serangga yang mungkin juga mengandungi metabolitnya. Cadangkan fasa gerak yang sesuai untuk pemisahan menggunakan kromatografi bendalir supergating.

Berikan alasan kepada pilihan anda itu. **Lampiran 1 dan 2** yang disertakan mungkin boleh membantu anda.

(10 markah)

- (b) Bincangkan kebaikan yang terdapat pada teknik kromatografi gas spektrometri jisim (GC-MS) jika dibandingkan dengan teknik kromatografi gas-spektroskopi inframerah (GC-IR).

(10 markah)

5. Kenalpasti punca masalah yang terdapat dalam proses pemisahan kromatografi gas menggunakan turus rerambut berdasarkan kromatogram yang diberikan pada Lampiran 3. Cadangkan kaedah yang sesuai untuk menyelesaikan masalah itu.

(20 markah)

6. (a) Salah satu kritikan bagi kaedah elektroforesis rerambut ialah kepekaannya yang tidak setanding dengan kaedah kromatografi yang lain. Terangkan hal ini. Seterusnya, bincangkan pendekatan yang telah diambil untuk mempertingkatkan kepekaan kaedah ini.

(10 markah)

- (b) Terangkan bagaimanakah resolusi boleh diperbaiki di dalam kaedah elektroforesis rerambut.

(5 markah)


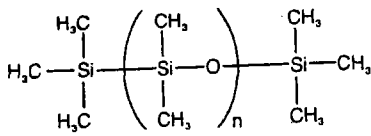
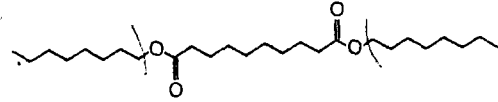
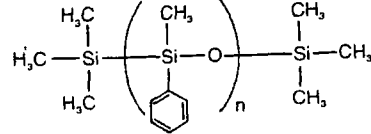
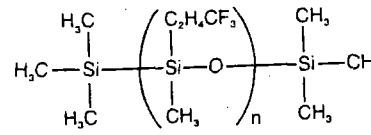
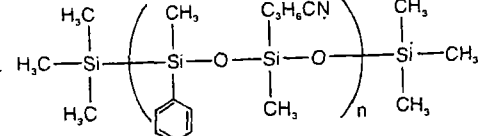
- (c) Terangkan mod pemisahan kaedah elektroforesis rerambut yang sesuai untuk pemisahan molekul neutral.

(5 markah)

oooOooo

LAMPIRAN 1

Chemical structures of some selected stationary phase commonly used in gas chromatography. Common names: 1. Squalene; 2. Apiezon L; 3. SE-30; 4. Dioctyl Sabacate; 5. OV-17; 6. QF-1; 7. OV-225; 8. Carbowax 20M; 9. DEGS

	max T_c , °C
1. 	125
2. mixed hydrocarbons	300
3. 	325
4. 	115
5. 	325
6. 	250
7. 	250
8. HO-(CH ₂ -CH ₂ -O) _n -H (Polyether)	210
9. HOCH ₂ -(CH ₂ -O-C(=O)-CH ₂ CH ₂ -C(=O)-O-CH ₂) _n -CH ₂ OH	200

LAMPIRAN 2

Properties of some supercritical fluids commonly used as mobile phase in supercritical fluid chromatography.

Table 1

**Physical parameters of
selected supercritical fluids^a**

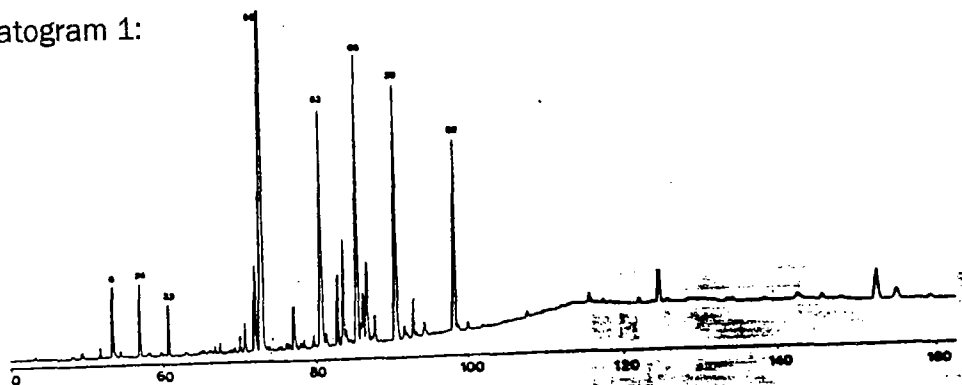
Fluid	T _c (°C)	P _c (atm)	ρ _c (g/mL)	ρ 400 atm ^b
CO ₂	31.3	72.9	0.47	0.96
N ₂ O	36.5	71.7	0.45	0.94
NH ₃	132.5	112.5	0.24	0.40
<i>n</i> -C ₃	196.6	33.3	0.23	0.51
<i>n</i> -C ₄	152.0	37.5	0.23	0.50
SF ₆	45.5	37.1	0.74	1.61
Xe	16.6	58.4	1.10	2.30
CCl ₂ F ₂	111.8	40.7	0.56	1.12
CHF ₃	25.9	46.9	0.52	—

^a Data from *Matheson Gas Data Book* (1980) and *CRC Handbook of Chemistry and Physics* (CRC Press Inc., Boca Raton, Fla., 1984).

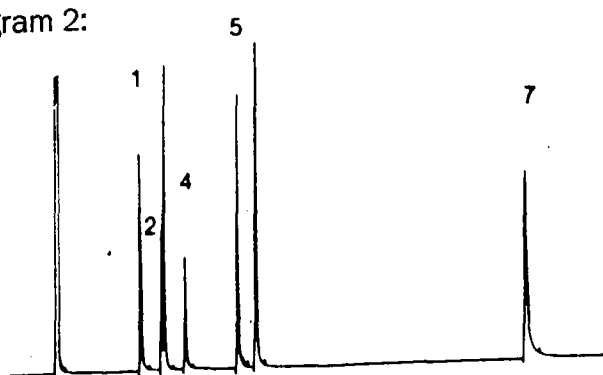
^b T_r = 1.03

LAMPIRAN 3

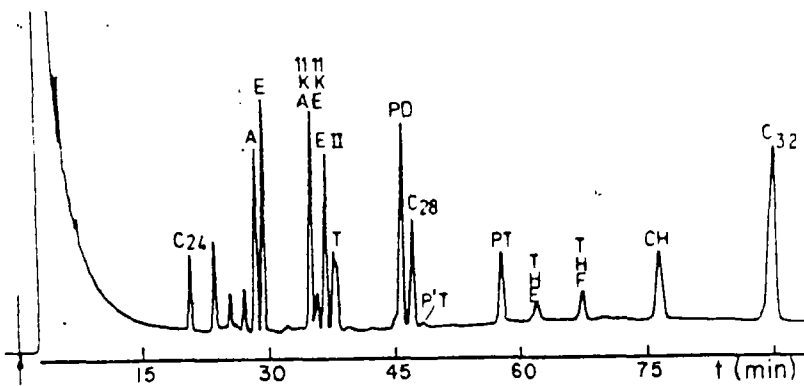
(a) Kromatogram 1:



(b) Kromatogram 2:



(c) Kromatogram 3:



(d) Kromatogram 4:

