

---

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Semester Kedua  
Sidang Akademik 2004/2005

March 2005

**KAE 345 – Tajuk Semasa Kimia Analisis**

Masa: 3 jam

---

Sila pastikan bahawa kertas peperiksaan ini mengandungi **SEPULUH** 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. (a) Nilai kepekaan beberapa unsur daripada model X spektrometer ICP-AES yang menggunakan monokromator Echelle, bagi optik 'axial' dan 'radial' adalah seperti di bawah.

Unsur	Radial (ppb)	Axial (ppb)
Ag	7	0.6
As	53	3.8
Cd	2	0.2
Cr	7	0.4
Pb	42	1.6
Se	75	3.8

Lakarkan gambarajah skematik bagi alatan ICP-AES dengan optik 'radial' dan juga alatan dengan optik 'axial' yang menunjukkan kedudukan plasma merujuk kepada monokromator. Jelaskan tentang perbezaan kepekaan yang diperolehi.

(10 markah)

- (b) Dalam spektrometri jisim-plasma berganding secara aruhan (ICP-MS), suatu ion gangguan  $^{40}\text{Ar}^{35}\text{Cl}$  muncul pada jisim 74.9312 dan ion analit  $^{75}\text{As}$  mempunyai jisim atom 74.9216.
- Berapakah resolusi yang diperlukan untuk memisahkan unsur yang diminati daripada unsur gangguan?
  - Apakah jenis penganalisis jisim yang dapat meresolusikan gangguan tersebut?
  - Bagaimanakah resolusi yang begitu tinggi dapat dihasilkan?

(10 markah)

2. (a) Jadual di bawah memberikan had pengesanan beberapa unsur dengan penggunaan pelbagai jenis penebula dalam ICP-AES.

Unsur*	$\lambda$ (nm)	Kaca konsentrik (P.N.)	Babington (P.N.)	Penebula Ultrasonik
Mo (I)	386.41	103	78	7.2
Ni (I)	341.48	50	36	3.7
Cu (I)	324.75	4.8	4.3	0.77
Ca (II)	315.89	11	16	1.5
Zn (I)	213.86	3.3	2.6	0.37

\* I – garisan atom. II – garisan ion

P.N. – penebula pneumatik

Jelaskan perbezaan ketara bagi had pengesanan untuk penebula ultrasonik dibandingkan dengan had pengesanan dua penebula pneumatik yang diberikan dalam jadual. Apakah kelebihan penebula jenis Babington?

(10 markah)

- (b) Data yang diperolehi daripada penentuan kromium dalam sampel air buangan dari kilang elektropenyaduran menggunakan teknik pemancaran atom plasma berganding secara aruhan (ICP-AES), diberikan di bawah. Sampel air buangan tersebut telah dicairkan sebanyak 10 kali sebelum penentuan dilakukan.

Kelalang	Isipadu 1 ppm Cr (mL)	Isipadu sampel (mL)	Isipadu total (mL)	Keamatan pemancaran
1	0	5	50	440
2	1	5	50	1540
3	2	5	50	2640
4	4	5	50	4800

Kira kepekatan kromium dalam sampel air buangan asal.

(10 markah)

- 3 (a) Apakah masalah yang akan timbul jika anda menebulakan air laut menggunakan penebula aliran melintang/Meinhard? Air laut mengandungi 3.5 % (w/v) NaCl.  
(5 markah)
- (b) Jelaskan bagaimana pengubahsuaian matriks dalam pengatoman elektroterma mengakibatkan penyingkiran matriks yang lebih cekap. Berikan contoh tertentu.  
(5 markah)
- (c) Pengesan dua dimensi yang menggunakan peranti suntikan cas (CID) atau peranti gandingan cas (CCD) telah digunakan dalam alatan komersial. Lebih daripada 250,000 garisan boleh dikesan serentak bagi peranti CID dan 5000 garisan boleh dikesan bagi alatan CCD bersegmen. Peranti yang menggunakan pengesan keadaan pepejal menggantikan pengesan dalam spektrofotometer pemancaran ICP bacaan terus yang menggunakan tabung pemfotoganda. Beri sebab untuk menyokong pernyataan ini.  
(10 markah)
4. (a) Jelaskan sebab bagi pemerhatian dalam spektrometri ICP-MS yang berikut:
- (i) Bagi penentuan arsenik dalam efluen industri yang mengandungi jumlah natrium klorida yang tinggi, isyarat arsenik pada  $m/z$  75 dikurangkan apabila sampel melalui suatu turus pertukaran anion terlebih dahulu semasa pengolahan sampel.
  - (ii) Keputusan bagi penentuan antimoni dalam sampel plumbum adalah rendah jika dibandingkan dengan piawai akueus tetapi telah meningkat jika sampel dicairkan.
  - (iii) Bilangan gangguan spektroskopi yang lebih kecil diperhatikan bagi penganalisis jisim sektor magnet dibandingkan dengan penganalisis jisim catur kutub.
- (10 markah)

- (b) Daripada pengetahuan yang lalu, kandungan besi dalam bijih adalah 20.00 % dan sisihan piawai adalah 0.15 %. Sebanyak 9 sampel bijih diambil secara rawak.
- (i) Apakah kebarangkalian purata kandungan besi lebih besar daripada 20.05 %?
  - (ii) Apakah peratus bagi 9 sampel yang mempunyai purata kandungan besi kurang daripada 20.05 %?
  - (iii) Apakah peratus 9 sampel yang akan mempunyai purata kandungan besi dalam julat  $20.00 \pm 0.10$  %?

(10 markah)

5. (a) Di bawah kawalan statistik, satu proses menghasilkan debu yang mengandungi purata kandungan Fe(II) 6.70 % dengan sisihan piawai 0.18 %. Sebanyak 4 sampel dianalisis secara rutin oleh makmal kawalan mutu. Keputusan di bawah telah diperolehi bagi min peratus Fe(II).

6.68, 6.71, 6.68, 6.72, 6.82, 6.54, 6.59, 6.58, 6.71, 6.48, 6.57, 6.61, 6.64, 6.56, 6.69, 6.64, 6.69, 6.57, 6.54, 6.56, 6.55, 6.50, 6.55, 6.51, 6.42.

Lakarkan carta kawalan Shewhart bagi keputusan di atas dan berikan ulasan mengenai carta yang diperolehi.

(10 markah)

- (b) Satu kilang drug mendakwa purata masa yang diperlukan bagi kandungan suatu kapsul untuk melarut adalah 50 minit. Suatu kumpulan penyelidik yang kilangnya bersaing dengan kilang pengeluar drug tersebut merasakan tidak mencapai masa tersebut. Kumpulan penyelidik ini telah menguji suatu sampel rawak sebanyak 20 kapsul dan mendapati purata masa adalah 54 minit dan sisihan piawai adalah 15 minit. Kumpulan penyelidik ini ingin mengetahui samada mereka dapat membuat kesimpulan bahawa purata masa yang diperlukan bagi kandungan kapsul untuk melarut adalah lebih daripada 50 minit. Berikan langkah-langkah serta pengiraan yang sesuai bagi penyelidik itu menjalankan ujian hipotesis.

(6 markah)

- (c) Jelaskan secara ringkas mengenai hipotesis nol dan hipotesis alternatif.

(4 markah)

6. (a) Kandungan fosforus telah ditentukan dalam tiga sampel tanah yang berbeza lokasinya. Lima kali penentuan telah dibuat bagi setiap sampel tanah itu. Jadual ANOVA separa telah didapati seperti di bawah.

Punca variasi	SS	DF	MS	F
Antara tanah				
Dalam tanah			0.0081	
Total	0.374			

SS - jumlah kuasadua

DF - darjah kebebasan

MS - purata kuasadua

F - nilai F

- (i) Isikan kesemua ruang yang diperlukan dalam jadual ANOVA di atas.
- (ii) Nyatakan hipotesis nol dan hipotesis alternatif.
- (iii) Adakah ketiga-tiga sampel tanah berbeza dalam kandungan fosforus pada paras keyakinan 95 %?

(10 markah)

- (b) Analisis kalsium secara volumetri ke atas tiga sampel serum darah menghasilkan data berikut: 3.15, 3.25, 3.26 meq/L Ca. Apakah nilai had keyakinan 95 % bagi purata bagi data tersebut, dengan menganggap bahawa:

- (i) tiada pengetahuan awal berhubung dengan kepresisian analisis?
- (ii)  $s \rightarrow \sigma = 0.056$  meq/L Ca?

(10 markah)

7. (a) Lima ahli kimia analisis melakukan analisis kandungan ferum bagi empat sampel air yang diambil pada masa yang berbeza dengan menggunakan kaedah yang sama. Keputusan analisis disenaraikan sebagaimana dalam jadual di bawah.

Ahli kimia	Kepekatan Ferum (ppm)			
	Sampel A	Sampel B	Sampel C	Sampel D
1	10.3	10.9	10.3	10.7
2	9.8	9.8	11.4	11.3
3	10.9	10.0	10.8	11.2
4	11.4	10.3	10.6	10.8
5	10.1	10.5	10.9	11.0

Berdasarkan keputusan di atas dan pada paras keyakinan 95 %,

- (i) adakah terdapat perbezaan yang bermakna bagi kandungan ferum dalam sampel air yang diambil pada masa yang berbeza?
- (ii) adakah terdapat perbezaan yang bermakna di antara ahli kimia?

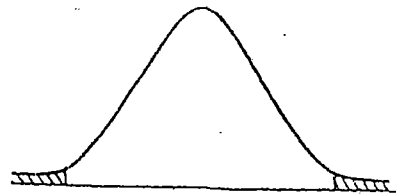
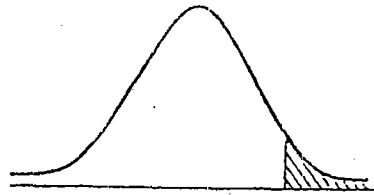
(14 markah)

- (b) Jelaskan secara ringkas bagaimana saiz selang keyakinan bagi purata dipengaruhi oleh perkara-perkara berikut (semua faktor lain adalah tetap):

- (i) Saiz sampel,  $N$ .
- (ii) Paras keyakinan.
- (iii) Sisihan piawai,  $s$ .

(6 markah)

Jadual Taburan t



Ujian satu hujung

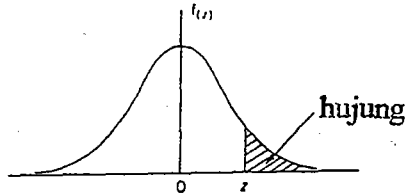
DF	P			
	0.005	0.01	0.05	0.1
1	6.37	3.18	6.31	3.08
2	9.92	6.96	2.92	1.89
3	5.84	4.54	2.35	1.64
4	4.60	3.75	2.13	1.53
5	4.03	3.36	2.01	1.48
6	3.71	3.14	1.94	1.44
7	3.50	3.00	1.89	1.42
8	3.36	2.90	1.86	1.40
9	3.25	2.82	1.83	1.38
10	3.17	2.76	1.81	1.37
11	3.11	2.72	1.80	1.36
12	3.05	2.68	1.78	1.36
13	3.01	2.65	1.77	1.35
14	2.98	2.62	1.76	1.34
15	2.95	2.60	1.75	1.34
16	2.92	2.58	1.75	1.34
17	2.90	2.57	1.74	1.33
18	2.88	2.55	1.73	1.33
19	2.86	2.54	1.73	1.33
20	2.85	2.53	1.72	1.32
21	2.83	2.52	1.72	1.32
22	2.82	2.51	1.72	1.32
23	2.81	2.50	1.71	1.32
24	2.80	2.49	1.71	1.32
25	2.79	2.48	1.71	1.32
26	2.78	2.48	1.71	1.32
27	2.77	2.47	1.70	1.31
28	2.76	2.47	1.70	1.31
29	2.76	2.46	1.70	1.31
30	2.75	2.46	1.70	1.31
40	2.70	2.42	1.68	1.30
60	2.66	2.39	1.67	1.30
120	2.62	2.36	1.66	1.29
∞	2.58	2.33	1.64	1.28

Ujian dua hujung

DF	P			
	0.005	0.01	0.05	0.1
1	12.7	6.37	12.7	6.31
2	14.1	9.92	4.30	2.92
3	7.45	5.84	3.18	2.35
4	5.60	4.60	2.78	2.13
5	4.77	4.03	2.57	2.01
6	4.32	3.71	2.45	1.94
7	4.03	3.50	2.36	1.89
8	3.83	3.36	2.31	1.86
9	3.69	3.25	2.26	1.83
10	3.58	3.17	2.23	1.81
11	3.50	3.11	2.20	1.80
12	3.43	3.05	2.18	1.78
13	3.37	3.01	2.16	1.77
14	3.33	2.98	2.14	1.76
15	3.29	2.95	2.13	1.75
16	3.25	2.92	2.12	1.75
17	3.22	2.90	2.11	1.74
18	3.20	2.88	2.10	1.73
19	3.17	2.86	2.09	1.73
20	3.15	2.85	2.09	1.72
21	3.14	2.83	2.08	1.72
22	3.12	2.82	2.07	1.72
23	3.10	2.81	2.07	1.71
24	3.09	2.80	2.06	1.71
25	3.08	2.79	2.06	1.71
26	3.07	2.78	2.06	1.71
27	3.06	2.77	2.05	1.70
28	3.05	2.76	2.05	1.70
29	3.04	2.76	2.05	1.70
30	3.03	2.75	2.04	1.70
40	2.97	2.70	2.02	1.68
60	2.91	2.66	2.00	1.67
120	2.86	2.62	1.98	1.66
∞	2.81	2.58	1.96	1.64



Jadual Taburan Normal Terpiawai



z	.00	.01	.02	.03	.04	.05	.06	.07	.08	.09
0.0	.5000	.4960	.4920	.4880	.4840	.4801	.4761	.4721	.4681	.4641
0.1	.4602	.4562	.4522	.4483	.4443	.4404	.4364	.4325	.4286	.4247
0.2	.4207	.4168	.4129	.4090	.4052	.4013	.3974	.3936	.3897	.3859
0.3	.3821	.3783	.3745	.3707	.3669	.3632	.3594	.3557	.3520	.3483
0.4	.3446	.3409	.3372	.3336	.3300	.3264	.3228	.3192	.3156	.3121
0.5	.3085	.3050	.3015	.2981	.2946	.2912	.2877	.2843	.2810	.2776
0.6	.2743	.2709	.2676	.2643	.2611	.2578	.2546	.2514	.2483	.2451
0.7	.2420	.2389	.2358	.2327	.2296	.2266	.2236	.2206	.2177	.2148
0.8	.2119	.2090	.2061	.2033	.2005	.1977	.1949	.1922	.1894	.1867
0.9	.1841	.1814	.1788	.1762	.1736	.1711	.1685	.1660	.1635	.1611
1.0	.1587	.1562	.1539	.1515	.1492	.1469	.1446	.1423	.1401	.1379
1.1	.1357	.1335	.1314	.1292	.1271	.1251	.1230	.1210	.1190	.1170
1.2	.1151	.1131	.1112	.1093	.1075	.1056	.1038	.1020	.1003	.0985
1.3	.0968	.0951	.0934	.0918	.0901	.0885	.0869	.0853	.0838	.0823
1.4	.0808	.0793	.0778	.0764	.0749	.0735	.0721	.0708	.0694	.0681
1.5	.0668	.0655	.0643	.0630	.0618	.0606	.0594	.0582	.0571	.0559
1.6	.0548	.0537	.0526	.0516	.0505	.0495	.0485	.0475	.0465	.0455
1.7	.0446	.0436	.0427	.0418	.0409	.0401	.0392	.0384	.0375	.0367
1.8	.0359	.0351	.0344	.0336	.0329	.0322	.0314	.0307	.0301	.0294
1.9	.0287	.0281	.0274	.0268	.0262	.0256	.0250	.0244	.0239	.0233
2.0	.02275	.02222	.02169	.02118	.02068	.02018	.01970	.01923	.01876	.01831
2.1	.01786	.01743	.01700	.01659	.01618	.01578	.01539	.01500	.01463	.01426
2.2	.01390	.01355	.01321	.01287	.01255	.01222	.01191	.01160	.01130	.01101
2.3	.01072	.01044	.01017	.00990	.00964	.00939	.00914	.00889	.00866	.00842
2.4	.00820	.00798	.00776	.00755	.00734	.00714	.00695	.00676	.00657	.00639
2.5	.00621	.00604	.00587	.00570	.00554	.00539	.00523	.00508	.00494	.00480
2.6	.00466	.00453	.00440	.00427	.00415	.00402	.00391	.00379	.00368	.00357
2.7	.00347	.00336	.00326	.00317	.00307	.00298	.00289	.00280	.00272	.00264
2.8	.00256	.00248	.00240	.00233	.00226	.00219	.00212	.00205	.00199	.00193
2.9	.00187	.00181	.00175	.00169	.00164	.00159	.00154	.00149	.00144	.00139

Nilai kritikal F bagi ujian satu hujung  
(paras keyakinan 95% atau  $P = 0.05$ )

$v_1$	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	12	15	20
1	161.4	199.5	215.7	224.6	230.2	234.0	236.8	238.9	240.5	241.9	243.9	245.9	248.0
2	18.51	19.00	19.16	19.25	19.30	19.33	19.35	19.37	19.38	19.40	19.41	19.43	19.45
3	10.13	9.552	9.277	9.117	9.013	8.941	8.887	8.845	8.812	8.786	8.745	8.703	8.660
4	7.709	6.944	6.591	6.388	6.256	6.163	6.094	6.041	5.999	5.964	5.912	5.858	5.803
5	6.608	5.786	5.409	5.192	5.050	4.950	4.876	4.818	4.772	4.735	4.678	4.619	4.558
6	5.987	5.143	4.757	4.534	4.387	4.284	4.207	4.147	4.099	4.060	4.000	3.938	3.874
7	5.591	4.737	4.347	4.120	3.972	3.866	3.787	3.726	3.677	3.637	3.575	3.511	3.445
8	5.318	4.459	4.066	3.838	3.687	3.581	3.500	3.438	3.388	3.347	3.284	3.218	3.150
9	5.117	4.256	3.863	3.633	3.482	3.374	3.293	3.230	3.179	3.137	3.073	3.006	2.936
10	4.965	4.103	3.708	3.478	3.326	3.217	3.135	3.072	3.020	2.978	2.913	2.845	2.774
11	4.844	3.982	3.587	3.357	3.204	3.095	3.012	2.948	2.896	2.854	2.788	2.719	2.646
12	4.747	3.885	3.490	3.259	3.106	2.996	2.913	2.849	2.796	2.753	2.687	2.617	2.544
13	4.667	3.806	3.411	3.179	3.025	2.915	2.832	2.767	2.714	2.671	2.604	2.533	2.459
14	4.600	3.739	3.344	3.112	2.958	2.848	2.764	2.699	2.646	2.602	2.534	2.463	2.388
15	4.543	3.682	3.287	3.056	2.901	2.790	2.707	2.641	2.588	2.544	2.475	2.403	2.328
16	4.494	3.634	3.239	3.007	2.852	2.741	2.657	2.591	2.538	2.494	2.425	2.352	2.276
17	4.451	3.592	3.197	2.965	2.810	2.699	2.614	2.548	2.494	2.450	2.381	2.308	2.230
18	4.414	3.555	3.160	2.928	2.773	2.661	2.577	2.510	2.456	2.412	2.342	2.269	2.191
19	4.381	3.522	3.127	2.895	2.740	2.628	2.544	2.477	2.423	2.378	2.308	2.234	2.155
20	4.351	3.493	3.098	2.866	2.711	2.599	2.514	2.447	2.393	2.348	2.278	2.203	2.124

Nilai kritikal F bagi ujian dua hujung  
(paras keyakinan 95% atau  $P = 0.05$ )

$v_1$	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	12	15	20
1	647.8	799.5	864.2	899.6	921.8	937.1	948.2	956.7	963.3	968.6	976.7	984.9	993.1
2	38.51	39.00	39.17	39.25	39.30	39.33	39.36	39.37	39.39	39.40	39.41	39.43	39.45
3	17.44	16.04	15.44	15.10	14.88	14.73	14.62	14.54	14.47	14.42	14.34	14.25	14.17
4	12.22	10.65	9.979	9.605	9.364	9.197	9.074	8.980	8.905	8.844	8.751	8.657	8.560
5	10.01	8.434	7.764	7.388	7.146	6.978	6.853	6.757	6.681	6.619	6.525	6.428	6.329
6	8.813	7.260	6.599	6.227	5.988	5.820	5.695	5.600	5.523	5.461	5.366	5.269	5.168
7	8.073	6.542	5.890	5.523	5.285	5.119	4.995	4.899	4.823	4.761	4.666	4.568	4.467
8	7.571	6.059	5.416	5.053	4.817	4.652	4.529	4.433	4.357	4.295	4.200	4.101	3.999
9	7.209	5.715	5.078	4.718	4.484	4.320	4.197	4.102	4.026	3.964	3.868	3.769	3.667
10	6.937	5.456	4.826	4.468	4.236	4.072	3.950	3.855	3.779	3.717	3.621	3.522	3.419
11	6.724	5.256	4.630	4.275	4.044	3.881	3.759	3.664	3.588	3.526	3.430	3.330	3.226
12	6.554	5.096	4.474	4.121	3.891	3.728	3.607	3.512	3.436	3.374	3.277	3.177	3.073
13	6.414	4.965	4.347	3.996	3.767	3.604	3.483	3.388	3.312	3.250	3.153	3.053	2.948
14	6.298	4.857	4.242	3.892	3.663	3.501	3.380	3.285	3.209	3.147	3.050	2.949	2.844
15	6.200	4.765	4.153	3.804	3.576	3.415	3.293	3.199	3.123	3.060	2.963	2.862	2.756
16	6.115	4.687	4.077	3.729	3.502	3.341	3.219	3.125	3.049	2.986	2.889	2.788	2.681
17	6.042	4.619	4.011	3.665	3.438	3.277	3.156	3.061	2.985	2.922	2.825	2.723	2.616
18	5.978	4.560	3.954	3.608	3.382	3.221	3.100	3.005	2.929	2.866	2.769	2.667	2.559
19	5.922	4.508	3.903	3.559	3.333	3.172	3.051	2.956	2.880	2.817	2.720	2.617	2.509
20	5.871	4.461	3.859	3.515	3.289	3.128	3.007	2.913	2.837	2.774	2.676	2.573	2.464

$v_1$  = darjah kebebasan pengatas

$v_2$  = darjah kebebasan pembawah