

---

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Semester Pertama  
Sidang Akademik 2001/2002

September 2001

KAT 241 – Kimia Analisis II

[Masa : 3 jam ]

---

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

Jawab sebarang **LIMA** soalan.

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

Jawab tiap-tiap soalan pada muka surat yang baru.

1. (a) Kaedah voltammetri denyutan pembezaan dan voltammetri berkitar merupakan dua kaedah yang luas digunakan dikalangan ahli elektrokimia. Bagi setiap kaedah:
- (i) Lakarkan bagaimana keupayaan dikenakan berubah dengan masa.
  - (ii) Lakarkan bentuk voltammogram yang terhasil bagi sesuatu analisis tipikal. Nyatakan bagaimana maklumat kualitatif dan kuantitatif diperolehi daripada voltammogram.
  - (iii) Nyatakan **SATU** kekuatan bagi setiap kaedah.

(10 markah)

(b) Kepekatan litium dalam serum darah seorang pesakit telah ditentukan menggunakan kaedah spektrometri pemancaran nyala, menggunakan tatacara penambahan piawai. Sebanyak 100  $\mu\text{L}$  serum telah dicairkan menjadi 1 mL dan menghasilkan isyarat pemancaran 6.7 cm di atas perakam. Larutan sama yang telah ditambahkan dengan 10  $\mu\text{L}$  0.010 M larutan  $\text{LiNO}_3$  menghasilkan isyarat 14.6 cm.

- (i) Berikan kebaikan utama kaedah penambahan piawai.
- (ii) Kira kepekatan litium dalam serum dalam unit ppm (bahagian per juta).  
Jisim atom relatif : Li, 6.94.

(10 markah)

2. (a) Satu tindakbalas (Karl Fischer) yang menghasilkan reagen secara kulometri telah dilakukan untuk membolehkan penentuan air di dalam suatu sampel. Sebanyak 1.000 mL sampel telah ditentukan kandungan airnya menggunakan kaedah ini. Takat akhir tindakbalas tercapai setelah dilakukan arus 0.1000 mA selama 158 saat. Setiap molekul air memerlukan 2 elektron untuk tindakbalas berlaku.

- (i) Lakarkan peralatan yang diperlukan.
- (ii) Bincangkan kebaikan pentitratan jenis ini jika dibandingkan dengan kaedah volumetri.
- (iii) Kira peratus air dalam sampel tersebut. Jisim atom relatif : H, 1.00, O, 16.00

(10 markah)

(b) Bagi suatu spectrum yang panjang gelombang maksimum ( $\lambda_{\text{maks}}$ ) pada 582 nm,

- (i) Kira tenaga peralihan berasaskan pada  $\lambda_{\text{maks}}$  dalam unit joule.
- (ii) Apakah nilai frekuensi pada  $\lambda_{\text{maks}}$  ini?
- (iii) Kira julat nombor gelombang yang sepadan dengan 532 nm hingga 632 nm.

- 3 -

(iv) Apakah proses yang menghasilkan peralihan pada bahagian (iii)?

Diberi :  $h = 6.62 \times 10^{-34}$  joule.s

$c = 3.00 \times 10^8$  ms<sup>-1</sup>

(10 markah)

3. Berikan persamaan dan perbezaan bagi setiap perkara berikut:

- (i) Penunu pracampur dan penunu penggunaan keseluruhan.
- (ii) Resin penukar kation dan penukar anion.
- (iii) Kromatografi cecair fasa terbalik dan fasa normal.
- (iv) Penyerapan sinaran dalam kawasan ultra lembayung dan inframerah.
- (v) Gangguan kimia dan gangguan peralatan bagi spektrometri molekul.

(20 markah)

4. Berikan penerangan ringkas bagi setiap perkara berikut:

- (i) Garam kalium berkepekatan tinggi kadang-kadang ditambah kepada sampel dan piawai bagi penentuan secara pemancaran nyala.
- (ii) Suhu tinggi bagi nyala nitrus oksida-asetilena kadang-kadang diperlukan bagi spektrometri penyerapan atom.
- (iii) Punca garisan tajam diperlukan bagi kaedah spektrometri penyerapan atom.
- (iv) Spektrum penyerapan bagi spesies atom merupakan garisan pada panjang gelombang tertentu manakala bagi spesies molekul pula merupakan jalur lebar.
- (v) Masa gerakbalas bagi elektrod pengesan gas adalah biasanya lebih cepat daripada elektrod penerima bio potensiometri.

.../4-

- 4 -

- (vi) Elektrod pemilih ion kalsium disyorkan disimpan di udara apabila tidak digunakan pada jangka waktu yang lama.
- (vii) Kaedah voltammetri denyutan biasanya lebih peka daripada kaedah polarografi dc.
- (20 markah)
5. (a) Kawasan inframerah yang paling banyak digunakan ialah diantara 2 hingga 15  $\mu\text{m}$ . Apakah julatnya di dalam unit angstrom dan nombor gelombang?
- (6 markah)
- (b) Dadah tolbutamina mempunyai kedayaserapan molar 703 pada 262 nm. Satu tablet telah dilarutkan di dalam air dan dicairkan menjadi 2 liter. Jika larutan ini mempunyai nilai keserapan 0.687 pada panjang gelombang yang sama, kira jisim tolbutamina yang terdapat di dalam tablet. Panjang lintasan sel ialah 1 cm dan jisim molekul relatif tolbutamina ialah 270.
- (6 markah)
- (c) Terangkan fenomenan yang menyebabkan pelebaran puncak berlaku di dalam kaedah kromatografi. Bagi setiap fenomenan, cadangkan satu cara untuk mengurangkan kesannya.
- (8 markah)
6. (a) Kaedah kromatografi gas-cecair telah digunakan untuk menentukan kandungan propanol dalam suatu pelarut. Satu puncak pada masa penahanan 65 saat dan lebar pada dasar bernilai 5.5 saat telah diperolehi. Panjang turus yang digunakan ialah 3 meter.
- (i) Apakah yang dimaksudkan dengan kaedah kromatografi gas-cecair?
- (ii) Cadangkan pengesanan yang harus digunakan.
- (iii) Cadangkan gas pembawa yang harus digunakan.
- (iv) Kira HETP dalam sebutan  $\text{cm plat}^{-1}$

.../5-

- 5 -

- (v) Beri dua cadangan bagaimana kecekapan pemisahan dapat dipertingkatkan.

Sila beri justifikasi anda bagi bahagian (ii), (iii) dan (v).

(16 markah)

- (b) Nyatakan fungsi komponen berikut:

(i) Tiub pengganda foto dalam kaedah spektrometri penyerapan molekul.

(ii) Turus terbuka dalam kaedah kromatografi gas.

(4 markah)

7. (a) Kandungan kalsium di dalam suatu sampel air telah ditentukan menggunakan kaedah spektrometri penyerapan atom. Larutan stok telah disediakan dengan melarutkan 1.834 g  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  sehingga menjadi 1 L. Larutan ini seterusnya telah dicairkan 1:10 (larutan A). Larutan piawai di sediakan dengan masing-masing mencairkan larutan A 1:20 untuk menjadi larutan B, 1:10 menjadi larutan C, dan 1:5 menjadi larutan D. Sampel pula telah dicairkan 1:25. Nilai keserapan yang diperolehi pada perakam apabila larutan disedut ke dalam nyala adalah seperti pada Jadual 1. Kira kepekatan kalsium dalam sampel dalam unit ppm (bahagian per juta). Jisim atom relatif : Ca, 40.08. Jisim molekul relatif :  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , 147.02.

Sampel	Keserapan pada perakam, cm
Blank	1.5
B	10.6
C	20.1
D	38.5
Sampel	29.6

(10 markah)

.../6-

- (b) Berikan dua aplikasi bagi setiap kaedah analisis berikut:
- (i) Spektrometri inframerah.
  - (ii) Spektrometri nampak.
  - (iii) Kromatografi gas.
  - (iv) Konduktometri.
  - (v) Potensiometri.

(10 markah)