
UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Semester Kedua
Sidang Akademik 2001/2002

Februari/ Mac 2002

KAT 241 – Kimia Analisis II

[Masa : 3 jam]

Pastikan bahawa kertas peperiksaan ini mengandungi EMPAT 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.

Jawab tiap-tiap soalan pada muka surat yang baru.

1. (a) Bincangkan dengan ringkas gangguan kimia dalam spektrometri penyerapan atom (AAS) nyala, cara-cara mengatasi masalah ini dan sertakan contoh yang sesuai.

(10 markah)

- (b) Kepekatan kuprum di dalam ampaiian kaustik yang dihasilkan semasa pembuatan soda melalui proses ammonia-soda telah ditentukan menggunakan analisis penyerapan atom dengan mengasidkan 200 mL sampel kaustik dengan 20 mL asid HNO_3 pekat, kemudian ditambah 1 mL 27% w/v H_2O_2 dan mendidihkannya selama 30 min. Larutan yang terhasil dicairkan menjadi 500 mL, dituras dan dianalisis menggunakan AAS menggunakan piawai yang mempunyai matrik yang sepadan. Keputusan yang diperolehi ditunjukkan di dalam jadual di bawah:

Larutan	ppm Cu	Keserapan
Blank	0	0.007
Piawai 1	0.200	0.014
Piawai 2	0.500	0.036
Piawai 3	1.000	0.072
Piawai 4	2.000	0.146
Sampel		0.027

Tentukan kepekatan kuprum di dalam sampel ampaiian kaustik.

(10 markah)

.../2-

2. (a) Bandingkan kelebihan dan kelemahan utama **dua** daripada tiga pengesanan gas kromatografi berikut:

- (i) kekonduksian terma.
- (ii) pengionan nyala.
- (iii) termionik.

(10 markah)

(b) Analisis kromatografi bagi racun serangga perosak berklorin dieldrin memberi satu puncak dengan masa penahanan 8.68 min dan lebar garis dasar 0.29 min. Berapa banyak plat teori yang terlibat dalam pemisahan ini? Jika panjang turus yang digunakan dalam analisis ini ialah 2.0 m, berapakah tinggi plat teori?

(6 markah)

(c) Apakah yang dimaksudkan dengan kaedah "hyphenated" dalam kromatografi gas dan berikan contoh?

(4 markah)

3. (a) Sebatian hidrokarbon poliaromatik (PAH) seperti fluorantena dalam sampel tanah dapat dianalisis dengan menggunakan HPLC. Sebanyak 2.0130 g sampel tanah kering telah diekstrak dengan 20 mL metilena klorida. Selepas penurasan untuk mengasingkan tanah, 1 mL ekstrak diasingkan dan dicairkan kepada 10 mL dengan asetonitril. Sebanyak 5 μ L ekstrak yang dicairkan ini disuntik ke dalam kromatografi cecair keupayaan tinggi (HPLC) dan memberikan satu isyarat 0.217 (unit arbitrari) bagi fluorantena. Apabila 5 μ L 20.0 ppm fluorantena piawai dianalisis menggunakan keadaan yang sama, satu isyarat 0.258 disukat. Kira kepekatan fluorantena di dalam tanah dalam ppm.

(8 markah)

(b) Sebatian A dan B masing-masing mempunyai masa penahanan 16.40 dan 17.63 min pada turus yang panjangnya 30 cm. Spesies yang tidak ditahan melalui turus dalam masa 1.30 min. Lebar puncak (pada dasar) bagi A dan B masing-masing adalah 1.11 dan 1.12 min. Kira (i) resolusi (bezajelas) turus (ii) purata bilangan plat dalam turus dan (iii) tinggi plat.

(12 markah)

4. (a) Kepekatan As(III) di dalam air dapat ditentukan menggunakan polarografi denyutan pembezaan dalam 1 M HCl. Keupayaan awal diset pada -0.1 V melawan SCE dan diimbaskan ke arah keupayaan yang lebih negatif pada kadar 5 mV/s. Penurunan As(III) kepada As(0) berlaku pada keupayaan lebih kurang -0.44 V melawan SCE. Arus puncak diperbetulkan daripada arus baki bagi satu set larutan piawai ditunjukkan dalam jadual di bawah:

[As(III)] (M)	i_p (μ A)
1.00×10^{-6}	0.298
3.00×10^{-6}	0.947
6.00×10^{-6}	1.83
9.00×10^{-6}	2.72

Apakah kepekatan As(III) di dalam sampel air jika arus puncak, i_p , di bawah keadaan yang sama ialah 1.37μ A?

(6 markah)

- (b) Mengapakah kaedah pelucutan lebih peka berbanding dengan tatacara voltammetri yang lain?
- (5 markah)
- (c) Bincangkan tentang pengesan susunatur diod.
- (9 markah)
5. Jelaskan perbezaan antara komponen/alatan berikut dan senaraikan kelebihan masing-masing.
- (a) penapis dan monokromator sebagai pemilih panjang gelombang.
- (b) sel fotovolta dan fototiub sebagai pengesan sinaran elektromagnet.
- (c) spektrofotometer dan fotometer.
- (d) alatan alur tunggal dan alatan dua alur bagi pengukuran keserapan.
- (20 markah)
6. (a) Mengapakah biasanya fluorometer lebih berguna daripada spektrofluorometer bagi analisis kuantitatif?
- (5 markah)

- (b) Suatu larutan yang mengandung kompleks yang terbentuk antara Bi(III) dan tiourea mempunyai kedayaserapan molar $9.32 \times 10^3 \text{ L cm}^{-1} \text{ mol}^{-1}$ pada 470 nm.
- (i) Berapakah keserapan suatu larutan $6.24 \times 10^{-5} \text{ M}$ kompleks pada 470 nm dalam sel 1.00 cm?
 - (ii) Berapakah peratus kehantaran larutan dalam (i) di atas?
 - (iii) Berapakah kepekatan molar kompleks dalam larutan yang mempunyai keserapan yang dinyatakan dalam (i) di atas apabila disukat pada 470 nm menggunakan sel 5.00 cm?
- (8 markah)
- (c) Apakah yang dimaksudkan dengan
- (i) Pelebaran Doppler?
 - (ii) Pendarfluor resonans?
- (7 markah)
7. (a) Bincangkan dan bandingkan tentang pengatoman nyala dengan pengatoman elektroterma dalam spektroskopi atom.
- (8 markah)
- (b) Sebanyak 5.00 mL sampel darah telah diolah dengan asid trikloroasetik untuk memendakkan protein. Selepas pengemparan, larutan yang terhasil diubah pHnya kepada 3 dan diekstrak dengan dua bahagian 5 mL MIBK yang mengandungi agen pengkompleks APDC untuk membentuk kompleks Pb-APDC. Ekstrak disemburkan ke dalam nyala udara/asetilena dan menghasilkan keserapan 0.502 pada 283.3 nm. Sebanyak dua alikuot larutan piawai berisipadu 5.00 mL yang masing-masing mengandungi 0.400 ppm dan 0.600 ppm plumbum diolah dengan cara yang sama seperti sampel di atas dan menghasilkan keserapan 0.396 dan 0.599. Kira ppm Pb di dalam sampel dengan menganggap Hukum Beer dipatuhi.
- (8 markah)
- (c) Bezakan antara voltammetri dengan polarografi.
- (4 markah)