



UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Semester Kedua
Sidang Akademik 2003/2004

Februari/Mac 2004

KAT 241 - Kimia Analisis II

Masa : 3 jam

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

Jawab LIMA soalan. Sekurang-kurang SATU soalan MESTI dijawab daripada setiap bahagian A, B dan C.

Jika calon menjawab lebih daripada lima soalan hanya lima soalan pertama termasuk soalan yang mesti dijawab sahaja akan diberi markah.

BAHAGIAN A (SPEKTROSKOPI)

1. (a) Terangkan dengan ringkas sebutan yang berikut dalam spektrometri ultra lembayung-nampak;

- (i) warna pelengkap
- (ii) pengembangan skala
- (iii) anjakan hipsokrom
- (iv) titik isosbestik

(12 markah)

(b) Keserapan suatu campuran dua komponen disukat pada dua panjang gelombang. Jika keterserapan molar komponen X ialah 240 pada λ_1 dan 9748 pada λ_2 dan keterserapan molar Y ialah 6450 pada λ_1 dan 390 pada λ_2 , kira kepekatan X dan Y dalam campuran tersebut. Keterserapan molar campuran pada λ_1 ialah 0.452 dan pada λ_2 ialah 0.863. Kesemua pengukuran dibuat dalam sel 1.00 cm.

(8 markah)

2. (a) Mengapakah analisis suatu molekul berpendarfluor dengan spektrometri pendarfluor lebih peka dan pemilih berbanding dengan analisis spektrometri ultra lembayung-nampak?

(4 markah)

(b) Bagaimanakah pemancaran pendarfluor terhasil dalam suatu molekul? Senaraikan ciri-ciri molekul yang berpendarfluor. Sertakan contoh yang sesuai.

(8 markah)

(c) Apakah yang menyebabkan pelindapan suatu molekul yang memendarfluor? Spektrometri pendarfluor juga digunakan bagi menganalisis secara tidak langsung suatu pelindap. Huraikan suatu contoh analisis bagi kenyataan ini.

(8 markah)

3. (a) Spektrometri inframerah dianggap kurang sesuai bagi analisis kuantitatif suatu sampel. Apakah faktor-faktor yang menyumbang kearah ini dan bagaimana ianya boleh diminimumkan bagi tujuan analisis kuantitatif?

(10 markah)

- (b) Puncak-puncak spektrum inframerah terdiri daripada puncak asas dan overton. Terangkan kejadian ini dan hal-hal lain yang memberi kesan kepada bentuk dan kedudukan puncak dalam spektrum berkenaan.

(10 markah)

4. (a) Mengapakah yang berikut perlu dalam analisis spektrometri atom;

- (i) stoikiometri nyala yang optimum
- (ii) bahan api/pengoksida N_2O bagi analisis aluminium
- (iii) tentukan dengan kaedah penambahan piawai
- (iv) lampu katod berongga kuprum bagi analisis kuprum.

(12 markah)

- (b) Beberapa larutan piawai telah disediakan menggunakan larutan stok 500 $\mu\text{g/mL}$ kalsium yang dicairkan dengan air suling ke isipadu 25.0 mL kelalang isipadu. Kecerapan setiap larutan disukat dalam nyala udara-asetilena pada 422.7 nm menggunakan lampu katod berongga kalsium. Sebanyak 0.250 mL sampel serum darah telah juga dicairkan dengan air suling ke isipadu 5.00 mL kelalang isipadu dan keserapannya disukat. Di bawah adalah jadual bacaan keserapan bagi setiap larutan.

<u>Isipadu larutan stok, mL</u>	<u>Kecerapan</u>
0	0
0.100	0.160
0.200	0.319
0.300	0.482
0.400	0.643
0.500	0.803
serum darah	0.416

Kirakan kepekatan kalsium dalam serum darah tersebut

(8 markah)

...4/-

BAHAGIAN B (ELEKTROKIMIA)

5. (a) Jelaskan perkara berikut dalam analisis potensiometri:
- (i) Suatu ISE itu tidak menurut/di bawah Nernst.
 - (ii) Peranan TISAB.
- (8 markah)
- (b) Teknik voltammetri boleh digunakan bagi menganalisis sampel-sampel 'sukar' berbanding dengan teknik potensiometri. Mengapa dan bagaimana?
- (8 markah)
- (c) Analisis suatu pencemar organik, nitrobenzena, dalam sampel air persekitaran telah dilakukan dengan menggunakan teknik polarografi denyut pembezaan. Penyukatannya dibuat secara penambahan piawai. Jadual dibawah menunjukkan bacaan penyukatannya yang diperolehi.

<u>Kepekatan nitrobenzena, mM</u>	<u>Arus puncak, μA</u>
0	2.51
0.100	4.16
0.200	5.75
0.300	7.42
0.400	9.10

Apakah kepekatan nitrobenzena dalam air persekitaran tersebut?

(4 markah)

BAHAGIAN C (KROMATOGRAFI)

6. (a) Dalam kromatografi gas, bandingkan pengesanan kekonduksian terma (TCD) dengan pengesanan pengionan nyala (FID) daripada segi cara kerja, kepekatan dan jenis sebatian yang dapat dikesan.
- (12 markah)
- (b) Terangkan perbezaan sifat fizik antara turus rerambut dengan turus terpadat. Bandingkan kelebihan dan kekurangan masing-masing.

(4 markah)

- (c) Terangkan perbezaan asas di antara kromatografi penjerapan dengan kromatografi sekatan.

(4 markah)

7. (a) Etanol dan metanol telah dipisahkan menggunakan kromatografi gas (GC) turus rerambut dan masa penahanan, t_R , masing-masing adalah 370 s dan 385 s dan kelebaran dasar puncak, w_b , masing-masing adalah 16.0 dan 17.0 s. Satu puncak udara yang tidak ditahan telah melalui turus dalam masa 10.0 s. Kira:

- (i) Kecekapan atau bilangan plat dalam turus, N
- (ii) Faktor pemisahan, α
- (iii) Faktor penahanan, k masing-masing dan puratanya dan
- (iv) Resolusi (bezajelas) turus, R_S

(12 markah)

- (b) Dalam GC apakah kesan penyuntikan sampel yang perlahan terhadap kromatogram/pemisahan yang diperolehi?

(2 markah)

- (c) Berikan maksud istilah-istilah berikut:

- (i) Analisis ruang kepala.
- (ii) Elusi kecerunan.
- (iii) Pembauran eddy

(6 markah)