

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Kursus Semasa Cuti Panjang
Sidang Akademik 1998/99

KAT 242 - Kaedah Spektroskopi

April 1999

(Masa : 3 jam)

Jawab sebarang **LIMA** soalan.

Hanya LIMA jawapan yang pertama sahaja akan diperiksa.

Jawab tiap-tiap soalan pada muka surat yang baru.

Kertas ini mengandungi **TUJUH** soalan dan Lampiran (7 muka surat).

1. (a) Lakarkan satu set paras tenaga bagi suatu molekul dan tunjukkan peralihan-peralihan yang berlaku serta nyatakan jenis peralihan bagi spektroskopi penyerapan inframerah, spektroskopi penyerapan ultralembayung dan nampak, spektroskopi pendarfluor molekul.

(6 markah)

- (b) Suatu larutan piawai 10^{-5} M KMnO_4 mempunyai keserapan 0.5 pada panjang gelombang 514.5 nm. Suatu larutan anu pula mempunyai keserapan 0.3. Kuvet 2 cm digunakan semasa menyukat keserapan. Laser ion argon yang berkuasa 1 watt ditujukan melalui larutan anu.

- (i) Berapakah keterserapan molar KMnO_4 ?
- (ii) Berapakah kepekatan MnO_4^- di dalam larutan anu?
- (iii) Berapa watt cahaya yang diserap oleh larutan anu?

(6 markah)

- (c) (i) Berikan dua sumber sinaran kesasar yang muncul daripada celah keluar suatu monokromator.
- (ii) Kira peratus sinaran kesasar yang mungkin wujud jika bacaan keserapan 1.5 diperolehi apabila nilai keserapan sebenar adalah 1.7. Anggaplah bahawa sinaran kesasar ini tidak diserap oleh spesies penyerap.

(8 markah)

2. (a) Terangkan asas bagi pengesanan sinaran menggunakan salah satu daripada yang berikut :

- (i) Tabung pemfotoganda.
- (ii) Fotodiod.
- (iii) Pengesan Golay.

(6 markah)

- (b) Suatu sampel racun seberat 6.81 g diuraikan dengan pencernaan basah dan dicairkan kepada 200.0 ml di dalam kelalang volumetri. Penentuan kandungan kuprum di dalam sampel tersebut dilaksanakan dengan kaedah penambahan piawai. Data analisis adalah seperti berikut :

| | Isipadu sampel yang digunakan, ml. | Isipadu Reagen yang Digunakan, ml | | | Kecerapan, A pada 545 nm (sel 1.00 cm) |
|----|------------------------------------|--|---------------|------|--|
| | | Larutan 3.00 $\mu\text{g/ml}$ Cu^{2+} | Larutan Ligan | Air | |
| I | 50.0 | 0.00 | 20.0 | 30.0 | 0.376 |
| II | 50.0 | 4.00 | 20.0 | 26.0 | 0.697 |

Berapakah peratus kuprum di dalam sampel racun?

(14 markah)

3. (a) Kedua-dua bentuk asid dan bes suatu penunjuk pH, HA, pada kepekatan 10^{-4}M menyerap sinaran. Keserapan adalah masing-masing 0.3 dan 0.2 pada 450 nm dan 650 nm bagi larutan zat penunjuk pada pH 1. Pada pH 12, keserapan adalah masing-masing 0.1 dan 0.8 pada 450 nm dan 650 nm. Kuvet 2 cm digunakan bagi semua sukatan. Keserapan larutan penunjuk pada pH 5 adalah masing-masing 0.2 dan 0.5 pada 450 nm dan 650 nm. Berapakah pK_a bagi penunjuk pH tersebut?

(15 markah)

- (b) Suatu sel inframerah menghasilkan 12 puncak gangguan di dalam julat panjang gelombang 6.0 hingga 12.2 μm . Kira panjang laluan sel tersebut.

(5 markah)

4. (a) Bagaimanakah pemilihan panjang gelombang pengujian dan pemancaran yang sesuai dapat mengatasi masalah analisis campuran-campuran berikut tanpa pengolahan sampel:

- (i) Dua sebatian teruja pada panjang gelombang yang sama tetapi berpendarfluor pada panjang gelombang yang berbeza.
- (ii) Dua sebatian teruja pada panjang gelombang yang berbeza tetapi berpendarfluor pada panjang gelombang yang sama.
- (iii) Dua sebatian mempunyai spektrum penyerapan yang bertindih tetapi hanya salah satu daripada sebatian ini berpendarfluor.

(9 markah)

- (b) Kandungan ion fluorida di dalam suatu sampel air perlu ditentukan. Berdasarkan maklumat yang diberikan di bawah, cadangkan suatu kaedah bagi penentuan kandungan ion fluorida di dalam suatu sampel air menggunakan teknik pendarfluor.

Kompleks aluminium dengan reagen Alizarin Garnet R adalah suatu kompleks yang berpendarfluor dengan kuat. Diketahui bahawa ion fluorida akan bertindakbalas dengan kompleks tersebut untuk menghasilkan AlF_6^{3-} . Ion AlF_6^{3-} dan reagen Alizarin Garnet R yang tidak berkompleks masing-masing tidak berpendarfluor.

(11 markah)

5. (a) Spektrum pemancaran daripada lampu katod berongga bagi molibdenum didapati mempunyai puncak yang tajam pada 313.3 nm jika arus lampu adalah kurang daripada 40 mA. Pada arus yang lebih tinggi, puncak tersebut menunjukkan suatu minimum pada puncak pemancarannya. Terangkan fenomenon ini.

(5 markah)

- (b) Terangkan kenapa kaedah pemancaran atom dengan sumber plasma berganding secara aruhan lebih sesuai bagi analisis pelbagai unsur daripada kaedah penyerapan atom nyala.

(5 markah)

- (c) Suatu siri larutan piawai strontium masing-masing mengandungi $1000 \mu\text{g mL}^{-1}$ kalium telah disediakan dan digunakan untuk memperolehi kelok tentukuran keserapan strontium pada panjang gelombang tertentu. Jelaskan kesan langkah-langkah di bawah ke atas kecerunan kelok tentukuran yang diperolehi:
- (i) Nyatakan udara-asetilena digantikan dengan nyala nitrus oksida-asetilena.
 - (ii) Kandungan kalium ditingkatkan kepada $10,000 \mu\text{g mL}^{-1}$ bagi siri larutan piawai strontium tersebut.
- (10 markah)
6. (a) Lakarkan gambarajah blok yang menunjukkan komponen-komponen spektrometer jisim. Nyatakan fungsi setiap komponen tersebut.
- (8 markah)
- (b) Bagaimanakah penganalisis pemfokusan tunggal dan penganalisis pemfokusan ganda dua bekerja? Bandingkan resolusi yang diperolehi oleh kedua-duanya.
- (12 markah)
7. (a) Apakah prinsip asas bagi kaedah pendarfluor sinar-X? Bagaimana pula ini berbeza dengan pendarfluor molekul dalam kawasan ultralembayung dan nampak?
- (8 markah)

- (b) Suatu bahan anu dianalisis menggunakan spektrometer pendarfluor sinar-X. Hablur mika yang mempunyai ruangan kekisi 9.984 \AA digunakan sebagai hablur penganalisis. Pemantulan diperhatikan pada sudut (2θ) , $9^\circ 34'$, $12^\circ 8'$, $19^\circ 12'$, $24^\circ 24'$ dan $38^\circ 58'$. Kira panjang gelombang garisan-garisan pendarfluor dan kenalpasti unsur-unsur dalam bahan anu tersebut. Sila gunakan jadual 1 sebagai rujukan.

(12 markah)

oooOOOooo

LAMPIRAN

Jadual 1

| Unsur | Pinggir penyerapan | | Pinggir penyerapan | | |
|------------|--------------------|---------------|--------------------|----------------|------------------|
| | K(A) | K β (A) | K α_1 (Å) | L $_{III}$ (Å) | L α_1 (Å) |
| Magnesium | 9.54 | 9.558 | 9.889 | 247.9 | 251.0 |
| Titanium | 2.50 | 2.514 | 2.748 | 27.37 | 27.39 |
| Kromium | 2.070 | 2.085 | 2.290 | 20.7 | 21.67 |
| Mangan | 1.895 | 1.910 | 2.102 | 19.40 | 19.45 |
| Kobalt | 1.607 | 1.621 | 1.789 | 15.93 | 15.97 |
| Nikel | 1.487 | 1.500 | 1.658 | 14.58 | 14.57 |
| Kuprum | 1.380 | 1.392 | 1.541 | 13.29 | 13.33 |
| Zink | 1.283 | 1.295 | 1.435 | 12.13 | 12.26 |
| Molibdenum | 0.620 | 0.632 | 0.709 | 4.912 | 5.406 |
| Argentum | 0.484 | 0.497 | 0.559 | 3.698 | 4.154 |
| Tungsten | 0.178 | 0.184 | 0.209 | 1.215 | 1.476 |
| Platinum | 0.158 | 0.164 | 0.186 | 1.072 | 1.313 |