
UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Kursus Semasa Cuti Panjang
Sidang Akademik 2001/2002

April 2002

KAT 242 – Kaedah Spektroskopi

Masa : 3 jam

Sila pastikan bahawa kertas peperiksaan ini mengandungi **LIMA** 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) Cadangkan kaedah spektroskopi atom yang paling sesuai bagi setiap analisis di bawah. Beri alasan anda.
 - (i) Penentuan arsenik di dalam tisu badan mangsa suatu kes pembunuhan.
 - (ii) Penentuan plumbum di dalam sampel darah dalam kajian keracunan plumbun di kalangan kanak-kanak daripada kawasan luar Bandar.
 - (iii) Penentuan merkuri di dalam sampel ikan (kurang daripada 0.1 bahagian per sejuta).
 - (iv) Analisis sampel air buangan yang mengandungi 10 hingga 20 unsur pada paras 0.01 hingga 100 bahagian per sejuta.

- (b) 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.

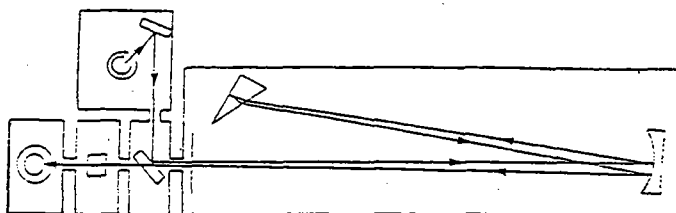
(16 markah)

(4 markah)

2. (a) Keterserapan molar bagi kompleks logam, ML_2 , dan ligan, L^- , pada 545 nm adalah masing-masing 8.92×10^3 dan 63.9. Sebanyak 5.00 mL larutan 1.51×10^{-3} M garam MCl_2 telah dicampurkan dengan 10.00 mL larutan 0.125 M NaL dan dicairkan kepada 500.0 mL. Kira keserapan larutan campuran yang terhasil apabila disukat pada 545 nm di dalam sel 1.00 cm. Andaikan bahawa tindak balas pembentukan kompleks ML_2 adalah sempurna.

(10 markah)

- (b) Rajah 1 menunjukkan komponen-komponen asas suatu spektrometer ultralembayung/nampak satu alur. Lakarkan semua Rajah 1 dan labelkan empat komponen asas spektrometer pada rajah tersebut.



Rajah 1

(5 markah)

- (c) Berikan contoh masing-masing bagi empat komponen asas bagi spektrometer yang akan digunakan untuk menentukan kandungan besi di dalam pil vitamin berasaskan penyerapan sinaran oleh kompleks ferum berwarna merah-jingga.

(5 markah)

3. (a) Bagaimanakah pemilihan panjang gelombang pengujian dan pemancaran yang sesuai dapat mengatasi masalah analisis campuran-campuran berikut tanpa pengolahan sampel?
- Dua sebatian teruja pada panjang gelombang yang sama tetapi berpendarfluor pada panjang gelombang yang berbeza.
 - 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)

4. (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 tentukan keserapan strontium pada panjang gelombang tertentu. Jelaskan kesan langkah-langkah di bawah ke atas kecerunan kelok tentukan yang diperolehi :

- (i) Nyalaan 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)

.../4-

5. (a) Bagi penentuan stoikiometri kompleks $\text{Fe}(\text{SCN})_n^{3-n}$, data di bawah telah diperolehi bagi suatu siri larutan yang telah disediakan.

mL larutan Fe^{3+}	mL larutan SCN^-	Keserapan
30.00	0.00	0.001
27.00	3.00	0.122
24.00	6.00	0.226
21.00	9.00	0.293
18.00	12.00	0.331
15.00	15.00	0.346
12.00	18.00	0.327
9.00	21.00	0.286
6.00	24.00	0.214
3.00	27.00	0.109
0.00	30.00	0.002

Larutan Fe^{3+} : 1.00 mM $\text{Fe}(\text{SCN})_n^{3-n}$ yang terbentuk.

Larutan SCN^- : 1.00 mM KSCN + 15.0 mM HCl

Tentukan stoikiometri kompleks $\text{Fe}(\text{SCN})_n^{3-n}$ yang terbentuk.

(10 markah)

- (b) Dalam penyerapan atom kedudukan yang presis bagi alur katod berongga dalam nyala diperlukan untuk memperolehi keputusan yang mempunyai keberulangan yang tinggi. Jelaskan kenyataan ini.

(5 markah)

- (c) Lukislah suatu litar berdasarkan amplifler operasi yang boleh menukar arus yang dihasilkan ke voltan arus.

(5 markah)

6. (a) Apakah tujuan pengalatan dua alur dalam spektrometri penyerapan?

(4 markah)

- (b) Kenapakah gangguan kimia dan gangguan pengionan lebih rendah dalam plasma berganding secara aruhan dibandingkan dengan spektroskopi nyala? Berikan contoh tertentu bagi gangguan kimia dan gangguan ion dalam spektroskopi penyerapan atom.

(8 markah)

- (c) Bincangkan kebaikan dan keburukan punca sinaran laser untuk kegunaan analisis.
(8 markah)
7. (a) Kepekaan pengatoman elektroterma lebih baik daripada pengatoman nyala tetapi kepresisan relatifnya lebih buruk. Terangkan kenapa.
(5 markah)
- (b) Jelaskan bagaimana anda akan melakukan penentuan kalsium dalam sampel darah dengan menggunakan spektroskopi penyerapan atom nyala. Dalam penyediaan larutan piawai dan sampel, sila pastikan gangguan daripada kandungan fosfat dalam sampel telah cuba diatasi.
(7 markah)
- (c) Jelaskan istilah-istilah berikut:
- (i) Sinaran elektromagnetik.
 - (ii) Keserapan.
 - (iii) Had pengesanan.
 - (iv) Penswaserapan.
- (8 markah)