

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Semester Pertama  
Sidang 1999/2000

September 1999

KAT 242 Kaedah Spektroskopi

[Masa: 3 jam]

---

Jawab sebarang LIMA soalan.

Hanya LIMA jawapan pertama akan diperiksa.

Sila mulakan dengan muka surat baru bagi setiap jawapan.

Kertas ini mengandungi TUJUH soalan (6 muka surat).

---

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 plumbum 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.

(16 markah)

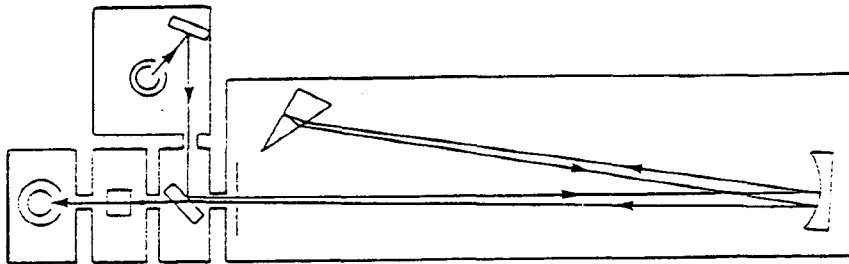
(b) Suatu larutan 0.45 bahagian per sejuta kuprum menghasilkan bacaan keserapan 0.151 menggunakan suatu spektrometer penyerapan atom. Berapakah kepekaan kuprum yang diperolehi dengan alatan tersebut?

(4 markah)

2. (a) Keterserapan molar bagi kompleks logam,  $ML_2$ , dan ligan,  $L^-$ , pada 545 nm adalah masing-masing  $8.92 \times 10^3$  dan 63.9. Sebanyak 5.00 mL larutan  $1.51 \times 10^{-3}$  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.

(8 markah)

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



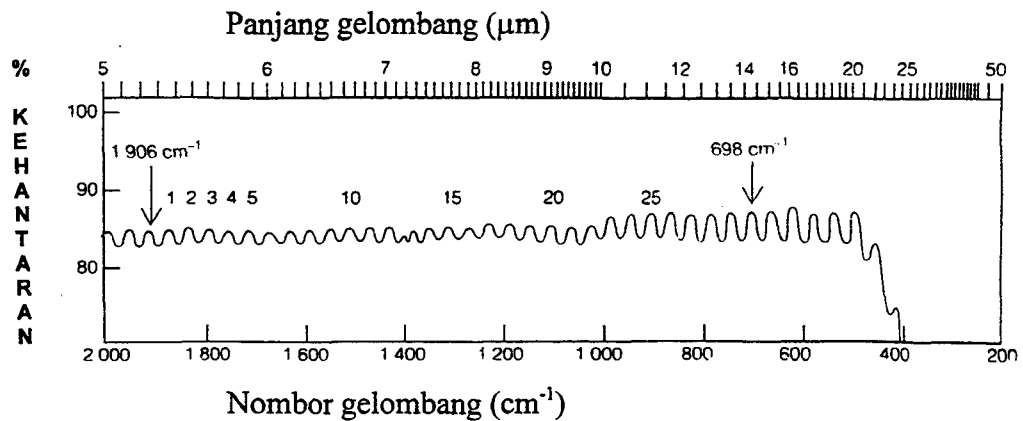
Rajah 1

(4 markah)

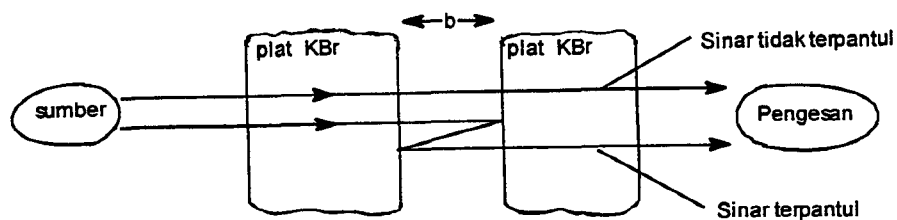
- (c) Berikan contoh masing-masing bagi empat komponen asas bagi spektrometer yang akan digunakan untuk menentukan kandungan besi di dalam pil vitamin berasaskan penyerapan sinaran oleh kompleks ferum berwarna merah-jingga.

(8 markah)

3. (a) Nyatakan perbezaan di antara spektrometer inframerah transformasi Fourier dengan spektrometer penyebaran inframerah dua alur dari segi alatan dan bagaimana suatu spektrum inframerah dihasilkan. (10 markah)
- (b) Rajah 2 menunjukkan spektrum yang telah diperolehi dengan meletakkan suatu sel KBr kosong dalam suatu spektrometer inframerah. Spektrum tersebut menunjukkan 30 maksimum pada corak gangguan di antara  $1906$  dan  $698\text{ cm}^{-1}$ . Kira panjang laluan,  $b$  bagi sel tersebut. Terangkan bagaimana corak gangguan terhasil pada spektrum tersebut berdasarkan Rajah 3 yang menggambarkan dengan ringkas laluan sinaran daripada sumber melalui sel KBr kosong.



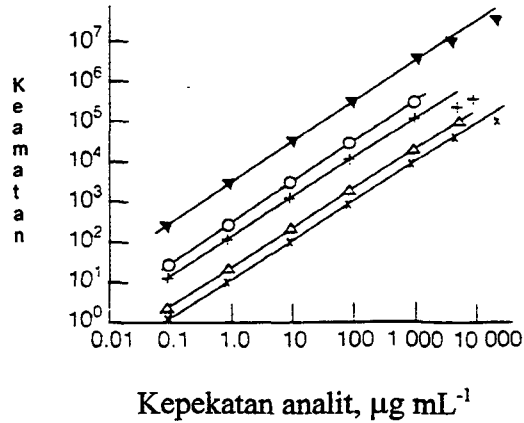
Rajah 2



Rajah 3

(10 markah)

4. (a) Rajah 4 menunjukkan kelok tentukan pemancaran bagi beberapa unsur logam dalam plasma berganding secara aruhan (ICP). Terangkan bagaimana julat kelinearan yang sangat besar dapat diperolehi dengan ICP.



Rajah 4

(6 markah)

- (b) Mn digunakan sebagai piawai dalaman di dalam penentuan Fe dengan spektroskopi penyerapan atom. Suatu campuran piawai yang mengandungi  $1.50 \mu\text{g Mn mL}^{-1}$  dan  $2.00 \mu\text{g Fe mL}^{-1}$  memberi nisbah keserapan (keserapan Fe/keserapan Mn) 1.15. Suatu campuran yang berisipadu 6.00 mL disediakan dengan mencampurkan 5.00 mL larutan anu Fe dengan 1.00 mL larutan yang mengandungi  $12.5 \mu\text{g Mn mL}^{-1}$ . Keserapan larutan campuran pada panjang gelombang Mn ialah 0.130 dan keserapan pada panjang gelombang Fe ialah 0.175. Kirakan kemolaran larutan anu Fe. Jisim atom relatif bagi Fe ialah 55.847.

(14 markah)

5. (a) Cadangkan kaedah yang sesuai bagi analisis di bawah dan berikan alasan anda:
- Penentuan kuinina dalam sampel air.
  - Penentuan pigmen yang mengandungi titanium pada suatu lukisan (memerlukan kaedah tak memusnah).

(6 markah)

- (b) Glukosa melindap keamatan pendarfluor asid antranilik. Larutan-larutan yang masing-masing mengandungi 5.00 mL larutan  $2.00 \times 10^{-3}$  M asid antranilik diolah dengan larutan  $3.50 \times 10^{-4}$  M glukosa pelbagai isipadu dan kemudian dicairkan kepada 50.00 mL dengan air. Keamatan pendarfluor semua larutan tersebut adalah seperti berikut:

Isipadu glukosa yang ditambah (mL)	Keamatan pendarfluor
0	94.4
2.00	79.0
4.00	63.0
6.00	47.1
8.00	30.8
10.0	15.2

Suatu sampel glukosa sebanyak 1.00 mL ditambah isipadu asid antranilik yang sama dan dicairkan kepada 50.00 mL dengan air. Keamatan pendarfluor larutan tersebut ialah 23.5. Kira kepekatan glukosa di dalam sampel tersebut.

(14 markah)

6. (a) Lakarkan gambarajah blok suatu spektrometer jisim.

(4 markah)

- (b) Bandingkan bagaimana pemisahan ion pelbagai nisbah jisim kepada cas berlaku di dalam spektrometer jisim sektor magnetik dengan spektrometer jisim caturkutub.

(10 markah)

- (c) Sistem pensampelan laser yang digandingkan dengan alatan plasma bergandingan secara aruhan/spektrometer jisim boleh digunakan untuk analisis unsur dengan penyediaan sampel yang minimum. Jelaskan proses-proses yang dialami oleh sampel yang dianalisis dengan sistem tersebut.

(6 markah)

7. (a) Unsur A ditentukan dalam sampel geologi menggunakan pendarfluor sinar-X dengan unsur B sebagai piawai dalaman. Keamatan pendarfluor bagi garisan setiap unsur dalam suatu siri piawai menghasilkan data berikut:

Peratus A (berdasarkan berat)	Bilangan per saat	
	B	A
0.0500	156	80
0.150	160	106
0.250	159	129
0.350	160	154
0.450	151	167

Kira peratus unsur A (berdasarkan berat) di dalam sampel yang nisbah bilangan A/B adalah 0.756

(10 markah)

- (b) Bandingkan pendarfluor sinar-X (penyebaran panjang gelombang) dengan pendarfluor sinar-X (penyebaran tenaga) dari segi spektrometer sinar-X yang digunakan dan spektrum yang diperolehi.

(10 markah)

ooooOoooo