



---

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Semester Pertama  
Sidang Akademik 2003/2004

September/Oktober 2003

**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 daripada 7 soalan yang diberikan.

Jika calon menjawab lebih daripada lima soalan, hanya lima soalan pertama mengikut susunan dalam skrip jawapan akan diberikan markah.

1. (a) Berikan perbezaan asas bagi perkara-perkara di bawah:
- (i) Spektroskopi penyerapan atom dan spektroskopi pemancaran atom
  - (ii) Pendarfluor dan pendarfosfor
  - (iii) Jenis peralihan dalam molekul jika disinari sinaran ultra lembayung-nampak dan inframerah
  - (iv) Kaedah piawai dalaman dan kaedah penambahan piawai

(14 markah)

- (b) Suatu larutan A yang berkepekatan  $2.0 \times 10^{-4}$  M memberikan kehantaran 48.3 % apabila sel 2.0 cm digunakan. Berapakah nilai kepekatan larutan A yang memberikan kehantaran 28.2 % apabila diukur pada keadaan yang sama? Tentukan nilai kedayaserapan molar larutan A.

(6 markah)

2. (a) Lakarkan keluk pentitratan fotometri di antara M dengan titran Y bagi keadaan di bawah:

- (i) Hanya hasil MY yang menyerap
- (ii) Titran, Y yang menyerap lebih kuat daripada hasil, MY
- (iii) Hanya bahan yang dititrat M menyerap
- (iv) Bahan yang dititrat, M dan titran, Y menyerap

(8 markah)

(b) Suatu larutan yang mengandungi dua spesies, A dan B yang dapat menyerap telah dianalisis secara spektrofotometri pada dua panjang gelombang. Kecerapan campuran pada panjang gelombang 1 adalah 1.024 dan pada panjang gelombang 2 adalah 0.218. Kedayaserapan spesies A ialah  $11,020 \text{ L g}^{-1} \text{ cm}^{-1}$  pada panjang gelombang 1 dan  $557 \text{ L g}^{-1} \text{ cm}^{-1}$  pada panjang gelombang 2. Kedayaserapan spesies B ialah  $538 \text{ L g}^{-1} \text{ cm}^{-1}$  pada panjang gelombang 1 dan  $9,785 \text{ L g}^{-1} \text{ cm}^{-1}$  pada panjang gelombang 2. Panjang laluan sel ialah 1.00 cm. Kira kepekatan spesies A dan B dalam larutan tersebut.

( 8 markah)

(c) Suatu sel inframerah yang kosong memberikan puncak gangguan sebanyak 12 dalam kawasan panjang gelombang di antara  $6.0 \mu\text{m}$  hingga  $12.2 \mu\text{m}$ . Kira ketebalan sel inframerah tersebut.

(4 markah)

3. (a) Penentuan kalsium di dalam suatu sampel tablet dilakukan dengan menggunakan kaedah spektrometri penyerapan atom. Seberat 0.5133 g sampel dilarutkan dan dicairkan kepada 1 liter. Empat alikuot sampel yang mengandungi 5.00 mL setiap satunya dicairkan kepada 50.00 mL selepas penambahan 0, 1.00, 2.00 dan 3.00 mL larutan piawai kalsium yang berkepekatan  $0.500 \text{ mg mL}^{-1}$ . Keserapan bagi empat larutan ini adalah seperti di bawah. Kira bilangan miligram dan peratus kalsium di dalam sampel asal.

Isipadu alikuot, mL	Isipadu larutan piawai Ca yang ditambah, mL	Keserapan
5.00	0	0.310
5.00	1.00	0.475
5.00	2.00	0.640
5.00	3.00	0.805

(10 markah)

- (b) Apakah nama kaedah bagi analisis kuantitatif menggunakan spektrometri inframerah? Terangkan bagaimana kaedah ini dapat digunakan bagi menentukan jumlah kandungan sesuatu sebatian. Apakah satu masalah utama apabila menggunakan kaedah ini bagi analisis kuantitatif?

(6 markah)

- (c) Apakah perbezaan asas di antara spektrometer inframerah penyebaran dan spektrometer inframerah transformasi Fourier (FTIR)? Berikan satu kelebihan menggunakan spektrometer inframerah transformasi Fourier berbanding dengan spektrometer inframerah penyebaran.

(4 markah)

4. (a) Bagaimanakah populasi atom terbentuk daripada larutan dengan menggunakan nyala? Jawapan anda mestilah termasuk alatan yang digunakan dan juga proses asas yang terlibat.

(8 markah)

- (b) Mengapakah spektrum pendarfluor molekul berlaku pada panjang gelombang yang lebih panjang jika dibandingkan dengan spektrum pengujaan?

(4 markah)

...4/-

- (c) Nyatakan sama ada kenyataan di bawah benar atau salah. Berikan alasan anda.
- (i) Spektrofluorometri lebih sensitif jika dibandingkan dengan spektrofotometri penyerapan ultralembayung-nampak.
  - (ii) Keserapan  $\text{Ca}^{2+}$  pada kepekatan yang sama dalam air adalah lebih tinggi berbanding dengan keserapan  $\text{Ca}^{2+}$  dalam kehadiran etanol dengan menggunakan spektrofotometri penyerapan atom.

(8 markah)

5. (a) Cadangkan kaedah spektrometri atom yang paling sesuai untuk setiap analisis di bawah dan berikan alasan terhadap pemilihan itu:
- (i) Penentuan selenium di dalam sampel akueus.
  - (ii) Penentuan 10 hingga 20 unsur dalam air sungai pada paras 0.01 hingga 100 ppm.
  - (iii) Penentuan natrium dalam bengalir badan.
  - (iv) Penentuan merkuri dalam ikan di mana kandungannya kurang daripada 0.1 ppm.

(16 markah)

- (b) Terangkan secara ringkas bagaimana pengionan dalam nyala akan mempengaruhi penentuan unsur dalam spektroskopi pemancaran nyala dan spektroskopi penyerapan atom.

(4 markah)

6. (a) Berikan faktor-faktor yang penting mengapa punca plasma berganding secara aruhan dan punca plasma arus terus menghasilkan data analisis kuantitatif yang lebih baik jika dibandingkan dengan punca-punca pemancaran yang lain dalam spektroskopi pemancaran.

(4 markah)

- (b) Mengapakah kaedah pemancaran atom dengan menggunakan punca plasma berganding secara aruhan sangat baik bagi analisis berbilang unsur jika dibandingkan dengan kaedah penyerapan atom menggunakan nyala?

(4 markah)

...5/-

- (c) Tuliskan hubungan peralihan yang berlaku bagi garis  $K_{\alpha 2}$  dan  $K_{\beta 1}$  dalam spektroskopi sinar-X.

(4 markah)

- (d) Jelaskan bagaimana pemancaran latar belakang terjadi di dalam kaedah spektrometri penyerapan atom nyala dan apakah kesannya terhadap penentuan unsur. Bagaimana ianya dapat dihapuskan?

(8 markah)

7. (a) Lakarkan gambarajah blok komponen asas spektrometer jisim. Nyatakan fungsi secara ringkas setiap komponennya.

(8 markah)

- (b) Spektrometer jisim sektor magnet menggunakan magnet bagi memisahkan ion. Berdasarkan tenaga kinetik sesuatu ion berjirim  $m$ , bercas  $z$  dan bergerak dengan halaju  $v$ , terbitkan perhubungan bagi memisahkan ion berdasarkan jisim/cas ( $m/z$ ) dan jelaskan bagaimana spektrum jisim diperolehi.

(9 markah)

- (c) Kira resolusi di antara puncak  $C_2H_4^+$  (J.M.R.; 28.0313) dan  $CO^+$  (J.M.R.; 27.9949)

(3 markah)

oooOooo