

---

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Semester Kedua  
Sidang Akademik 2000/2001

Februari/Mac 2001

**KAT 244 – Kaedah Pemisahan**

Masa: 3jam

---

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. Data berikut diperolehi dari pemisahan dengan kaedah kromatografi gas-cecair yang panjang turusnya 40 cm

Sebatian	$t_R$ , min	$W_{1/2}$ , min
Udara	1.9	
X	10.0	0.76
Y	10.9	0.82
Z	13.4	1.06

Kiralah :

- (a) Purata bilangan plat teoritis bersama sisihan piawainya.  
(b) Purata tinggi plat bersama sisihan piawainya.

- (c) Faktor muatan bagi tiap-tiap sebatian.
- (d) Resolusi bagi puncak-puncak terdekat.
- (e) Jumlah plat teoritis yang diperlukan untuk memisahkan X dan Y dengan resolusi 1.5.
- (f) Panjang turus yang diperlukan untuk memisahkan X dan Y dengan resolusi 1.5, jika tinggi plat untuk turus adalah sama dengan turus asal.

(20 markah)

2. (a) Terangkan dengan ringkas kenapa ada spesies yang dapat dipisahkan dengan kaedah kromatografi cecair tetapi tidak dapat dipisahkan dengan kaedah kromatografi gas. Disamping itu ada pula, spesies tertentu dapat dipisahkan dengan kedua-dua kaedah.

(10 markah)

- (b) Berdasarkan kepada fasa pegun silika, terangkan kenapa ianya lebih sesuai sebagai penjerap jika ditambah pelarut tertentu sebagai pengubahsuaian.

(5 markah)

- (c) Terangkan kenapa banyak masalah kebolehlungan di dalam pemisahan secara kromatografi dapat diselesaikan oleh fasa pegun terikat secara kimia.

(5 markah)

3. (a) Di dalam kromatografi penjerapan, terangkan pola penjerapan di antara sebatian berikut :

(i) 2-aminoantrakuinon dan 1-aminoantrakuinon.

(ii) o-dihidroksibenzena, m-dihidroksibenzene dan p-dihidroksibenzena.

(10 markah)

- (b) Terangkan bagaimana asid amino dapat dipisahkan dengan :

(i) Kaedah kromatografi pertukaran ion.

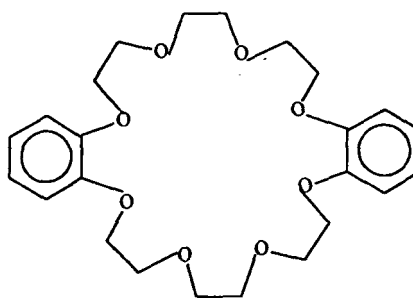
(ii) Kaedah kromatografi gas.

(10 markah)

.../3-

4. (a) Berdasarkan kepada cara kerja pengesanan kekonduksian terma (PKT) dan pengesanan pengionan nyala (PPN), terangkan kenapa PPN lebih banyak digunakan **dibandingkan** dengan PKT, sedangkan PKT boleh dikatakan dapat mengesan hampir semua sebatian.  
(15 markah)
- (b) Turus **bagi** kromatografi gas **pada** kebiasaannya adalah turus terpadat atau turus rerambut. Jelaskan persamaan dan perbezaan kedua-dua jenis turus **tersebut**.  
(5 markah)
5. (a) Terangkan kenapa kromatografi fasa terbalik lebih luas penggunaannya jika dibandingkan dengan kromatografi fasa normal.  
(8 markah)
- (b) Apakah kelebihan agen penerbitan kumpulan trifluoro jika dibandingkan dengan agen penerbitan yang lain?  
(4 markah)
- (c) Dengan mengambil contoh sesuatu sampel campuran, terangkan dengan ringkas bagaimanakah pemisahan dengan menggunakan kaedah kromatografi yang sesuai boleh digunakan untuk pemisahan campuran tersebut.  
(8 markah)
6. (a) Kira isipadu pelarut organik yang diperlukan untuk mengekstrak 99.0% zat terlarut di dalam 50.0 mL air apabila diekstrak satu kali jika nilai pekali sekatan ialah 10.  
( 3 markah)
- (b) Kira nilai pekali sekatan minima yang akan membolehkan 99.8% zat terlarut diekstrak daripada 25.0 mL air jika diekstrak sepuluh kali, setiap kali menggunakan 10.0 mL pelarut organik.  
(3 markah)
- (c) Senaraikan **empat** keburukan kaedah pengekstrakan pelarut. Nyatakan **dua** pendekatan untuk mengurangkan kesan negatif ini.  
(6 markah)
- (d) Eter mahkota (I) telah digunakan **bagi** pengekstrakan ion logam niobium dan tantalum. Berikan **empat** sifat sistem pengekstrakan pelarut yang membolehkan pemencilan ion logam ini dilakukan dengan berkesan.  
(4 markah)

4



(I)

(e) Nyatakan **empat** kegunaan resin penukar ion.

(4 markah)

7. Campuran **asid** salisilik (AS), kafeina (KF), asetaminofen (AM) dan efedrina hidroklorida (EH) (Rajah 1) telah dipisahkan menggunakan kaedah elektroforesis rerambut, dibantukan dengan **punca kuasa positif**. Parameter berikut telah digunakan untuk pemisahan :

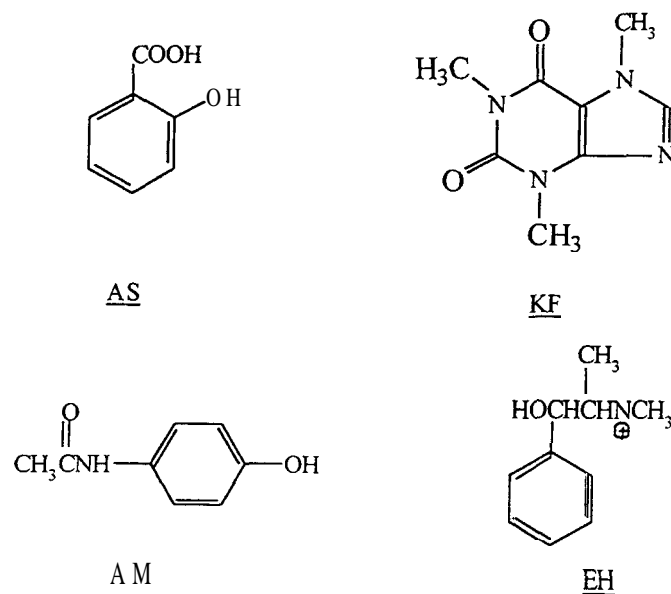
Keupayaan	: 20 kV
Panjang rerambut keseluruhan	: 53.0 cm
Jarak rerambut dari penyuntik ke pengesan	: 44.5 cm
Isipadu suntikan	: 2 nL
Suhu turus rerambut	: 40.0°C
Pengesan	: Ultra lembayung, 210 nm
Larutan tampan	: 70.0 mM borat pada pH 9.00

Elektroforegram bagi pemisahan campuran ini ditunjukkan pada Rajah 2.

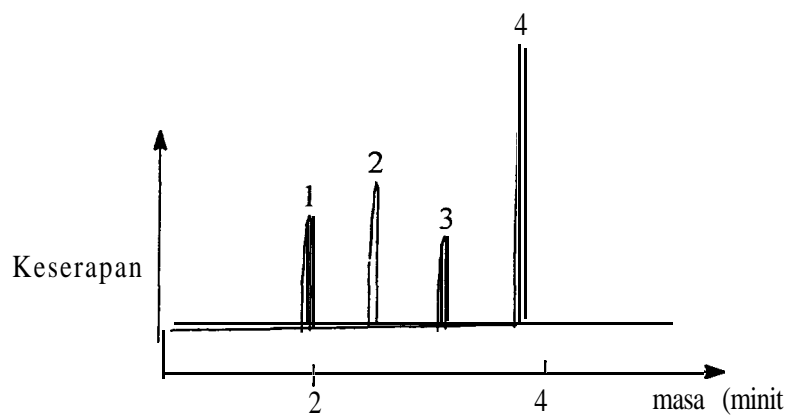
- (i) Sila padankan **puncak** 1 hingga 4 di dalam Rajah 2 dengan sebatian yang terdapat pada Rajah 1.
- (ii) Kira kadar **aliran** elektroosmotik bagi sistem pemisahan ini.
- (iii) Kira kegerakan elektroforetik (dalam unit  $\text{cm}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$ ) bagi puncak 1 hingga 4.
- (iv) Di dalam keadaan **sama** seperti di atas, berapakah masa **penghijrahan** yang dijangkakan bagi suatu sebatian yang mempunyai kegerakan elektroosmotik  $0.0008 \text{ cm}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$ ?

.../5-

- (v) Campuran analit ini juga telah disuntik ke dalam turus kromatografi cecair prestasi tinggi fasa terbalik. Jika fasa gerak yang digunakan ialah air:methanol (90: 10), dan komposisi fasa akueus pula ialah 3% asid asetik, ramalkan tertib elusi bagi sebatian-sebatian ini. Sila berikan alasan anda.



Rajah 1 : Struktur kimia sebatian



Rajah 2 : Elektroferogram bagi pemisahan campuran sebatian

(20 markah)

-oooOooo-