
UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Semester Kedua
Sidang Akademik 2004/2005

Mac 2005

KAT 244 – Kimia Pemisahan

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 sahaja akan diberi markah.

1. (a) Terangkan perbezaan antara kaedah pengekstrakan fasa pepejal (SPE) dengan kaedah pengekstrakan pelarut.
(10 markah)
 - (b) Sebanyak 20 mL larutan akueus 0.10 M asid butirik telah digoncang dengan 10 mL eter. Selepas kedua-dua fasa organik dan akueus dipisahkan, asid butirik ditentukan dengan kaedah pentitratan dan didapati sebanyak 0.5 mmol asid butirik masih tertinggal dalam fasa akueus. Kira nisbah taburan dan peratus pengekstrakan.
(6 markah)
 - (c) Apakah kesan pH dan kesan kepekatan reagen ke atas pengekstrakan pelarut kompleks logam-kelat?
(4 markah)
-
2. (a) Metanol dan etanol dipisahkan menggunakan suatu turus rerambut kromatografi gas dengan masa penahanan, t_R , masing-masing 370 s dan 385 s. Lebar jalur puncak, w_b , masing-masing ialah 16.0 s dan 17.0 s. Kira;
 - (i) bilangan plat, N
 - (ii) faktor pemisahan, α
 - (iii) faktor penahanan, k , masing-masing dan puratanya
 - (iv) resolusi, R_s
(12 markah)
 - (b) Terangkan prinsip elektroforesis rerambut. Apakah kelebihanannya?
(8 markah)

3. (a) Dalam elektroforesis rerambut yang mempunyai panjang turus 50 cm dan beroperasi pada 3×10^4 V, kegerakan bersih, μ_{net} , bagi masa penghijrahan 10 min ialah $2 \times 10^{-8} \text{ m}^2 \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1}$. Kira bilangan plat bagi suatu ion kecil, Li^+ (pekali pembauran, $D = 1.0 \times 10^{-9} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$) dan bagi suatu protein yang mempunyai berat molekul 100,000 (pekali pembauran, $D = 3 \times 10^{-11} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$).

(7 markah)

- (b) Terangkan dengan ringkas sebutan-sebutan berikut:
- (i) Takat isoelektrik dalam elektroforesis zon.
 - (ii) Keupayaan zeta dalam elektroforesis zon rerambut.
 - (iii) Siri elutropik dalam kromatografi lapisan nipis.

(13 markah)

4. (a) Apakah prinsip asas kromatografi bendalir supergantung. Apakah kelebihanannya berbanding dengan kromatografi gas dan kromatografi cecair?

(10 markah)

- (b) Ion natrium dalam larutan 200 mL mengandungi 10 g L^{-1} NaCl hendak dipisahkan menggunakan resin pertukaran kation bentuk hidrogen. Jika muatan resin ini ialah 5.1 meq/g resin kering, berapakah berat minimum resin kering yang diperlukan?

(J.A.R: Na = 22.9898; Cl = 35.458)

(5 markah)

- (c) Terangkan tentang prinsip asas kromatografi penyisihan saiz. Apakah yang dimaksudkan dengan had penyisihan?

(5 markah)

5. (a) Bandingkan pengesan-pengesan kromatografi gas berikut daripada segi cara kerja, kepekaan dan jenis sebatian yang dapat dikesan:
- (i) Pengesan pengionan nyala (FID).
 - (ii) Pengesan penangkapan elektron (ECD).
- (12 markah)
- (b) Mengapakah elusi kecerunan fasa bergerak digunakan dalam kromatografi cecair keupayaan tinggi?
- (6 markah)
- (c) Berikan dua jenis pengesan kromatografi cecair keupayaan tinggi.
- (2 markah)
6. (a) Faktor penahanan k_A , k_B dan k_C bagi tiga sebatian A, B dan C adalah masing-masing 1.40, 1.85 dan 2.65 dalam suatu turus yang mempunyai 500 plat. Kira faktor pemisahan, α , antara puncak-puncak (i) A dan B, (ii) B dan C. Kira bilangan plat yang diperlukan, N_{req} , bagi pasangan puncak yang sukar dibezajelaskan. Adakah sebatian-sebatian ini dapat dipisahkan dengan satu resolusi minimum 1.05? Jika tidak, berapakah resolusi sebenar bagi pasangan puncak yang sukar dibezajelaskan ini?
- (11 markah)
- (b) Suatu puncak kromatografi gas mempunyai masa penahanan, t_R , 65 s dan lebar jalur puncak, w_b , 5.5 s. Jika panjang turus ialah 3 m, berapakah tinggi plat (dalam cm/plat)?
- (4 markah)
- (c) Sebanyak 90% suatu zat terlarut telah dapat dipisahkan daripada 100 mL larutan akueus dengan dua kali pengekstrakan dengan dua bahagian 50 mL pelarut organik. Berapakah nisbah taburan zat terlarut ini?
- (5 markah)

7. (a) Dua puncak kromatografi gas dapat dibezajelaskan dengan kadar “cukup-cukup” sahaja (kedua-dua puncak bersentuhan tetapi tidak bertindih) dan masa penahanan masing-masing ialah 85 dan 100 s dengan menggunakan suatu turus yang tinggi platnya 1.5 cm/plat di bawah keadaan operasi yang tertentu. Berapakah panjang turus yang digunakan? Anggaplah kedua-dua puncak mempunyai lebar jalur puncak, w_b , yang sama.
- (6 markah)
- (b) Terangkan tentang turus pengawal dalam kromatografi cecair keupayaan tinggi dan mengapakah ia digunakan?
- (6 markah)
- (c) Bagaimanakah kaedah pengekstrakan pelarut dapat digunakan bagi pemisahan anilina, $C_6H_5NH_2$, suatu bes organik, daripada nitrobenzena, $C_6H_5NO_2$?
- (3 markah)
- (d) Suatu kelat logam telah diekstrak sebanyak 90% apabila isipadu fasa akueus dan fasa organik yang digunakan adalah sama. Berapakah peratus pengekstrakan apabila isipadu fasa organik adalah dua kali isipadu fasa akueus?
- (5 markah)