

## UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Semester Pertama  
Sidang Akademik 1998/99

Ogos/September 1998

KAT 347/443 - Elektroanalisis

(Masa : 3 jam)

---

Jawab sebarang LIMA soalan.

Hanya LIMA jawapan yang pertama sahaja akan diperiksa.

Jawab tiap-tiap soalan pada muka surat yang baru.

Kertas ini mengandungi TUJUH soalan (4 muka surat).

---

1. (a) Sila huraikan sebutan 'lapisan ganda dua'. Sertakan gambarajah dan formula yang sesuai dalam keterangan anda. (7 markah)
- (b) Bezakan di antara keupayaan-keupayaan ini; keupayaan setengah puncak ( $E_{p/2}$ ), keupayaan setengah ( $E_{1/2}$ ) dan keupayaan piawai ( $E^{\circ}$ ). (6 markah)
- (c) Nyatakan kelemahan teknik potensiometri. (7 markah)
  
2. (a) Nyatakan perbezaan dari segi elektrod dan penyukatan di antara suatu teknik arus terkawal dengan teknik keupayaan terkawal. Lukiskan gambarajah litar yang sesuai bagi masing-masing teknik. (5 markah)
- (b) Apakah yang dimaksudkan dengan voltan lampau? Jelaskan jawapan anda dengan persamaan dan graf yang sesuai. (5 markah)

- (c) Dalam suatu eksperimen menggunakan dua elektrod penukar ion cecair,  
 A - elektrod pemilih ion Ca.  
 B - elektrod pemilih ion Ca dan Mg (Air liat)

Data berikut telah diperolehi,

[Ca <sup>2+</sup> ]/M	E <sup>I</sup> /mV		E <sup>II</sup> /mV	
	A	B	A	B
10 <sup>-5</sup>	-74	-38	4	55
10 <sup>-4</sup>	-46	-27	4	54
10 <sup>-3</sup>	-16	-12	7	53
10 <sup>-2</sup>	16	14	24	53
10 <sup>-1</sup>	46	43	47	58
10 <sup>0</sup>	77	75	77	77

- E<sup>I</sup> - keupayaan keluk tentukan elektrod A dan B.  
 E<sup>II</sup> - keupayaan elektrod A dan B bila larutan-larutan piawai ditambah dengan 0.4 M MgCl<sub>2</sub>.

Tentukan;

- (i) Julat linear dan kecerunan masing-masing elektrod A dan B.  
 (ii) Pekali kepilihan K<sub>CaMg</sub> elektrod A dan B. Apakah elektrod B pemilih terhadap Ca?

(10 markah)

3. (a) Terangkan bagaimana keupayaan suatu elektrod pemilih ion fluorida menggunakan suatu contoh hablur garam yang sesuai sebagai membran pepejal homogen didapati. Tuliskan persamaan keupayaan sel elektrod berkenaan. Nyatakan suatu contoh larutan TISAB yang digunakan dan peranannya dalam penyukatan ini.

(10 markah)

- (b) Analisis polarografi suatu sampel organik menghasilkan data berikut :

E <sub>ve</sub> (vs Ag/AgCl)/V	-0.419	-0.451	-0.491	-0.519	-0.561
i/μA	0.31	0.62	1.24	1.86	2.48

Jika nilai i<sub>d</sub> = 3.10 μA pada suhu 25°C, tentukan nilai E<sub>1/2</sub> dan tunjukkan samada proses elektrod yang terjadi adalah berbalik atau tidak. Persamaan tindak balas ialah, O + 2e<sup>-</sup> ↔ R.

(10 markah)

4. (a) Bandingkan di antara ketiga-tiga elektrod berikut dalam analisis voltammetri dari segi kegunaan, kelebihan dan kelemahan,  
C, Hg dan Pt  
(6 markah)
- (b) Senaraikan kelemahan teknik amperometri dan bagaimanakah anda mengatasinya ?  
(7 markah)
- (c) Isyarat elektrik yang dihasilkan oleh suatu proses elektrod berasaskan pengangkutan jisim dan pemindahan elektron. Dengan persamaan yang sesuai bincangkan suatu pengangkutan jisim yang terhad oleh pembauran. Sila sertakan gambarajah yang sesuai.  
(7 markah)
5. (a) Cadangkan bagaimanakah anda memperbaiki suatu analisis polargrafi suatu sebatian organik yang kurang elektroaktif? Berikan contoh dan gambarajah yang sesuai.  
(5 markah)
- (b) Apakah elektrod lapisan nipis merkuri (MFE) ? Apakah kelebihan MFE berbanding elektrod titisan merkuri tergantung (HMDE) dalam analisis voltammetri pelucutan?  
(5 markah)
- (c) Bincangkan dengan ringkas mengenai teknik-teknik voltammetri klasik, denyut biasa dan denyut pembezaan dari segi penyediaan sampel dan kepekaan masing-masing.  
(5 markah)
- (d) Dengan ringkas takrifkan teknik amperometri. Bagaimanakah anda menyediakan suatu elektrod terubahsuai secara kimia (CME) menggunakan suatu larutan polimer konduksi bagi penyukatan amperometri.  
(5 markah)
6. (a) Bandingkan di antara voltammetri-voltammetri pelucutan katod (CSV), pelucutan anod (ASV) dan pelucutan katod terjerap (ACSV) dari segi mekanisme, kepekaan dan bentuk voltammogram. Berikan satu contoh analisis yang sesuai bagi setiap teknik berkenaan.  
(10 markah)

- (b) Berikut ialah nilai keupayaan ion kalsium yang diperolehi menggunakan suatu elektrod pemilih ion (ISE) kalsium.

$[Ca^{2+}]/M$	$1.1 \times 10^{-1}$	$1.167 \times 10^{-2}$	$9.985 \times 10^{-4}$	$1.208 \times 10^{-4}$	$1.006 \times 10^{-5}$	Anu
E/mV	0.315	0.288	0.258	0.231	0.200	0.226

Dengan menggunakan data di atas nyatakan samada ISE Ca bergerakbalas menurut Nernst atau tidak. Apakah kepekataan ion kalsium dalam larutan anu?

(J.A.R. Ca, 40.08)

(10 markah)

7. (a) Terangkan bagaimana anda menyediakan suatu penderi bio amperometri glukosa menggunakan suatu elektrod grafit terubahsuai polimer redoks, polivinilpiridina (PVP), dan enzim glukosa oksidase. Nyatakan bagaimana isyarat elektrik dihasilkan.

Jika PVP tidak digunakan apakah cadangan anda agar prestasi elektrod enzim di atas tidak terjejas.

(10 markah)

- (b) Dengan menggunakan elektrod titisan merkuri, vitamin C atau asid L-askorbik, menghasilkan satu gelombang anod pada keupayaan  $+0.1 V$  vs SCE. Dalam analisis vitamin C suatu sampel jus oren, 20 mL jus tersebut distabilkan dahulu dengan sedikit asid oksalik, dituras, kemudian ditimbal pada pH 8 dan akhirnya dicairkan ke paras 50 mL. Gelombang anod larutan jus oren memberikan nilai arus menghad  $8.17 \mu A$  dengan faktor titisan ( $m^{2/3} t^{1/6}$ ) bernilai 2.65. Jika pemalar arus pembauran ( $i_d/Cm^{2/3} t^{1/6}$ ) gelombang vitamin C ialah 3.00. Kira kepekatan vitamin C dalam jus oren tersebut (mg /100 mL).

(J.M.R. asid L-asid askorbik, 175.11)

(10 markah)

oooOOOooo