

Primaarmeetodid

Meetodid, mis võimaldavad saavutada vahetult jälgitavaid mõõtetulemusi

3.12.2012

Tartu Ülikool

1

Primaarmeetod

- **Primaarmeetodi** toimimine on väga hästi arusaadav (on selge arusaamine füüsikalistest ja keemilistest protsessidest)
- **Primaarmeetodile** on võimalik koostada korrektne matemaatiline mudel ilma olulise kaaluga empiiriliste suurusteta

3.12.2012

Tartu Ülikool

2

Primaarmeetod

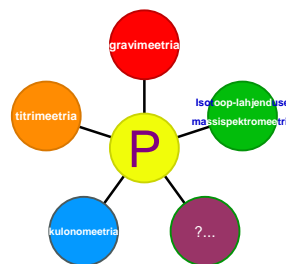
- **Primaarmeetod** ei nõua kalibreerimist analüüdiga – puudub kalibreerimisgraafik
- **Primaarmeetodi** kõik olulised määramatuse allikad on teada ja arvuliselt hinnatavad – Mõõtemääramatus on hinnatav ISO GUM lähenemise abil
- **Primaarmeetodil** saadud tulemuste mõõtemääramatus on madal

3.12.2012

Tartu Ülikool

3

Primaarmeetoditena on realiseeritavad



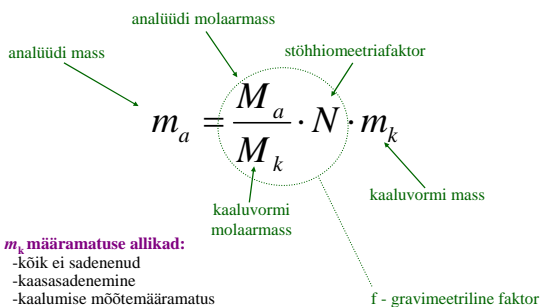
Arutlusel on veel neutronaktiivsioonianalüüs, tuumamagnetresonantsanalüüs jt

3.12.2012

Tartu Ülikool

4

Gravimeetria



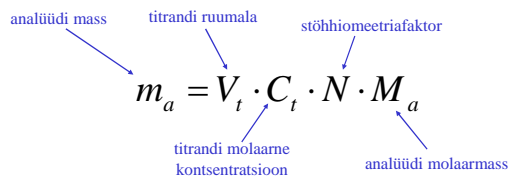
- **m_k määramatuse allikad:**
 - kõik ei sadenenud
 - kaasasadenemine
 - kaalumise mõõtemääramatus
 - kaod sademe pesemisel
 - ebatäielik kuivatamine

3.12.2012

Tartu Ülikool

5

Titrimetria



- **määramatuse allikad:**
 - titrandi kontsentratsiooni määramatus
 - tiitrimise korduvus
 - temperatuuriefekt
 - büreti kalibreerimise määramatus
 - lõpp-punkti leidmise määramatus
 - võimalikud segajad

3.12.2012

Tartu Ülikool

6

Titrimeetria

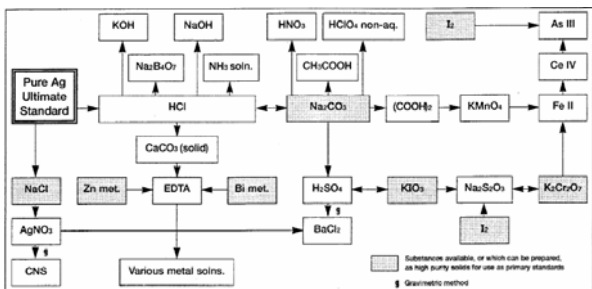


Figure 1. Scheme of standardization based on pure silver as the ultimate standard [9].

3.12.2012

Tartu Ülikool

7

Kulonomeetria

$$m_a = \frac{I \cdot t \cdot M_a}{F \cdot z}$$

analüüdi mass (analüüdi mass)
 voolutugevus (voolutugevus)
 aeg (aeg)
 analüüdi molaar/aatommass (analüüdi molaar/aatommass)
 Faraday arv (Faraday arv)
 $F = 96485 \text{ C/mol} = N_a \cdot e^0 = 6,02 \cdot 10^{23} \text{ 1/mol} \cdot 1,602 \cdot 10^{-19} \text{ C}$
 elektronide arv, mis reageerib ühe analüüdi osakesega (elektronide arv, mis reageerib ühe analüüdi osakesega)

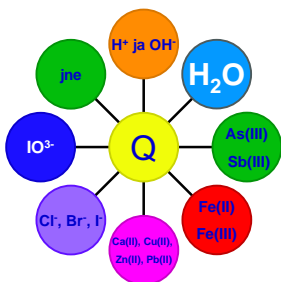
- **määramuse allikad:**
 - Voolu ja aja mõõtmine
 - kõrvalreaktsioonid
 - lõpp-punkti leidmise määramatus

3.12.2012

Tartu Ülikool

8

Kulonomeetria (Q)



3.12.2012

Tartu Ülikool

9

Näide kulonomeetriast

- Vee sisalduse määramine: **H₂O (õlid, kütused, org. lahus)**



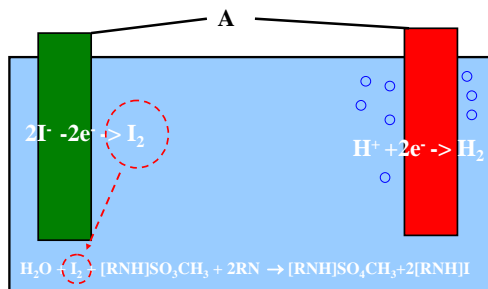
3.12.2012

Tartu Ülikool

10

Näide kulonomeetriast

- Vee sisalduse määramine: **H₂O (õlid, kütused, org. lahus)**



3.12.2012

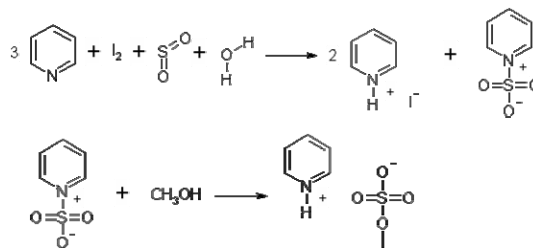
Tartu Ülikool

11

Näide kulonomeetriast

- Vee sisalduse määramine: **H₂O (õlid, kütused, org. lahus)**

- **Reaktsioonid:**



3.12.2012

Tartu Ülikool

12

Isotoop-lahjenduse massispektromeetria

See on primaarmedod, millega keemilised mõõtmised saavutavad jälgitavuse SI ühikuteni

Eeldatakse, et standardaine ja analüüt rikastatud proovis on saavutanud tasakaalu. Sellisel juhul pole vaja arvestada proovi kadudega analüüsi ettevalmistusel (saagis), sest meetod kasutab vaid signaalide suhteid

Meetodi täpsus on määratud signaalide suhte mõõtmise täpsusega

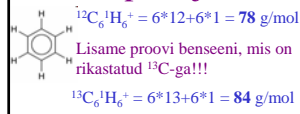
Piiravaks faktoriks on isotoopmärgistatud standardainete hind ja kättesaadavus

3.12.2012

Tartu Ülikool

13

Isotoop-lahjenduse massispektromeetria



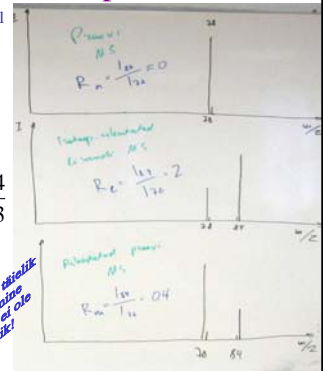
analüüdi hulk proovis

$$n_a = n_e \cdot \frac{R_l - R_m}{R_m - R_a} \cdot \frac{R_a + 1}{R_l + 1} = n_e \cdot \frac{4}{3}$$

Proovile lisatud lisandi hulk

- põhiline määramatuse allikas:
 - isotoop rikastatud lisandi disperseerimine proovis

Analüüdi sisalik eraldamine proovist ei ole vajalik!



3.12.2012

Tartu Ülikool

14