

KE-35.2510 Epäorgaaninen instrumentaalianalyysi; KEM

TENTTI 14.5.2008

1. Atomispektrometriamenetelmissä esiintyviä tyypillisiä häiriöitä ovat muun muassa ionisaatio- ja spektraaliset häiriöt. Esiintyykö liekki-AAS- ja ICP-AES -menetelmissä kyseisiä häiriöitä? Jos esiintyy, niin selitä lyhyesti, millainen häiriö on kyseisessä menetelmässä ja miten se voidaan poistaa. Vertaa myös liekki-AAS- ja ICP-AES -menetelmiä kyseisten häiriöiden osalta ja pohdi kummassa menetelmässä mahdollinen häiriö on huomattavampi ja miksi näin on.
2. Sekä ICP-AES- että ICP-MS -menetelmissä näyte syötetään argonkaasuvirran avulla induktiivisesti kytkettyyn plasmaan (ICP). Tästä eteenpäin menetelmät kuitenkin eroavat toisistaan.
 - a) Selitä ICP-AES- ja ICP-MS -menetelmien periaatteet (mitä mitataan, miten kvalitatiivinen ja kvantitatiivinen analyysi tehdään).
 - b) Selitä lyhyesti ICP-AES- ja ICP-MS -laitteistojen plasmasoihdun jälkeiset osat (miten mittaus tehdään)
 - c) Missä tapauksissa käyttäisit ICP-MS -menetelmää ICP-AES -menetelmän sijasta?
3.
 - a) Miten näytteen alkuaineiden kvalitatiivinen ja kvantitatiivinen määrittäminen tehdään näytteen röntgenfluoresenssispekttriä käyttäen?
 - b) Mistä johtuvat kevyiden aineiden korkeat toteamisrajat XRF -menetelmässä?
 - c) Mitkä ovat nykyisin kevyimmät alkuaineet, joita XRF -menetelmällä voidaan määrittää? Millaisia laiteteknisiä ratkaisuja näiden kevyimpien alkuaineiden määrittäminen XRF:llä vaatii?
4.
 - a) FTIR -menetelmällä voidaan tutkia sekä kiinteitä, nestemäisiä että kaasumaisia näytteitä. Selosta lyhyesti FTIR -menetelmän näytteenkäsittelytekniikat.
 - b) Näkyvän valon aallonpituudella spektrofotometriamenetelmässä mitataan värillisiä yhdisteitä. Millainen on optimaalinen värisysteemi (näytteelle ja mittaukselle asetetut vaatimukset) spektrofotometrisissä mittauksissa?
5. Vastaa kysymyksiin / määrittele:
 - a) Mitä etuja fluoresenssispektrofotometriassa on verrattuna absorptiospektrofotometriamenetelmään?
 - b) Mistä syistä grafiittiuuniteknikalla (liekitön-AAS) päästään matalampiin toteamisrajoihin kuin liekki-AAS-menetelmällä?
 - c) Mitä etuja saavutetaan mittaamalla näytteen TG- ja DTA-käyrät samanaikaisesti ns. Derivatograph-yhdistelmälaitteella?
 - d) Mittaustuloksen tarkkuus (*accuracy*) ja toistotarkkuus (*precision*)
 - e) Menetelmän herkkyys

Lyhenteet:

- AAS = atomiabsorptiospektrometria
AES = atomiemiissiospektrometria
ICP = induktiivisesti kytketty plasma
MS = massaspektrometria
XRF = röntgenfluoresenssi.
FTIR = fourier muunnos infrapunaspektrometria
TG = termogravimetria
DTA = differentiaalinen termoaalyysi