Literatur

1. Kolšek, J., Perpar, M., Raznožnik, V.: diese Z. **183**, 119 (1961).
2. Rao, P. S., Rao, N. B. S., Reddy, M. P.: Indian J. Chem. **3**, 408 (1965).
3. Smith, J. R. L., Norman, R. O. C., Radda, G. K.: J. Gas Chromatog. **2**, 146 (1964).
4. Vignoli, L., Cristau, B., Morel, M. C., Casal, P.: Bull. Soc. Pharm. Marseille **12**, 39 (1963).

Dr. D. Groß
Bundesanstalt f. Materialprüfung
Fachgruppe 3.4
D-1000 Berlin 45
Unter den Eichen 87
Deutschland

Automatisierte photometrische Bestimmung von Kupfer in Aluminium mit Natriumdiäthylthiocarbaminat (Na-DDTC)

Automated Photometric Determination of Copper in Aluminium Using Sodium Diethylthiocarbamate

Best. von Kupfer in Aluminium; Spektralphotometrie; Na-DDTC, automatisiert.

H. Schilling

Bericht der Arbeitsgruppe Phys./Chem. Analysetechnik an der Fachhochschule Aalen

Eingegangen am 6. Mai 1972; neue Fassung 2. August 1972

Das Ziel der vorliegenden Untersuchungen war, die photometrische Analyse von Aluminiumlegierungen zu automatisieren. Hierzu bietet sich die Kombination des Photometersystems „Zeiss P 4“ in Verbindung mit der SystemeMatik (Fa. B. Braun, Melsungen) an. Da mit der SystemeMatik alle chemischen Arbeitsgänge mechanisiert werden können, ist es möglich, vorhandene bewährte manuelle Arbeitsvorschriften weitgehend unverändert zu adaptieren. Im vorliegenden Fall wurde eine Arbeitsvorschrift aus „Photometrische Analyse anorganischer Roh- und Werkstoffe“ [1] verwendet.

Beim Einsatz der SystemeMatik müssen die Volumina den apparativen Gegebenheiten angepaßt, d.h. auf kleinere Volumina bezogen werden.

Statistische Werte

(bezogen auf 0,0334 mg Cu/0,5 ml Lösung).

Anzahl der Einzelwerte 63, arithmetischer Mittelwert 0,0332, kleinster Wert 0,0329, größter Wert 0,0337, Standardabweichung $\pm 0,247 \cdot 10^{-3}$.

Relative Standardabweichung $\pm 0,75\%$.

Zusammenhang zwischen Konzentration und Extinktion $C = (0,019 \pm 0,0263) + (1,606 \pm 0,0322) \cdot E$.

Die Umrechnung der Extinktionswerte über einen Faktor auf die Konzentration erfolgte mit dem Transmissions-Konzentrations-Rechner des P 4-Photometersystems der Fa. Carl Zeiss.

Am Anfang wurden in strenger Analogie zur Originalvorschrift die Reagentien mit Hilfe von 4 Dilustatiken zugegeben. Da dies sehr aufwendig ist, haben wir je 2 Reagentien, Ammoniumcitratlösung + Ammoniak und Gelatine-lösung + Na-DDTC-Lösung, gemischt, um nur 2 Dilustatiken zu benötigen. Das Ergebnis war sehr gut. Es traten keinerlei Störungen auf; im Gegenteil, die leicht zersetzbare Gelatinelösung war im Gemisch mit Na-DDTC viel länger haltbar.

Ergebnis

Die vorliegenden Versuche und die von uns aufgestellte Analysenvorschrift haben gezeigt, daß die Automatisierung bei der photometrischen Analyse von Aluminiumlegierungen zu sehr guten Ergebnissen führt. Kleine Gehalte an Kupfer (bis maximal 3%) in Aluminium lassen sich mit der beschriebenen Analysenautomatik genau und reproduzierbar erfassen. Ein Bericht über eine automatisierte photometrische Simultananalyse von Cu und Fe in Aluminium, der auf diesen Erfahrungen aufbaut, wird demnächst veröffentlicht.

Literatur

1. Dragomirecký, Mayer, Michal, Řeřicha: Leipzig: Photometrische Analyse anorganischer Roh- und Werkstoffe. Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie.

Prof. H. Schilling
Fachhochschule Aalen (Mikr. Technologie)
D-7080 Aalen, Postfach 1728
Bundesrepublik Deutschland

Ion-Exchange Separation and Spectrophotometric Determination of Molybdenum and Tungsten in Rhenium Metals

Ionenaustausch-Trennung und spektralphotometrische Bestimmung von Molybdän und Wolfram in Rheniummetallen

Best. von Molybdän und Wolfram in Rhenium; Ionenaustausch/Spektralphotometrie

Rokuro Kuroda and Kazuaki Kawabuchi

Laboratory for Analytical Chemistry, Faculty of Engineering, University of Chiba, Yayoi-cho, Chiba, Japan

Received June 12, 1972

Effective ion-exchange separations of Re from Mo and W have been conducted mostly in chloride-fluoride, thiocyanate, nitrate, phosphate and a