

Elementanalyse

TNO

ORGANISCH CHEMISCH INSTITUUT

juli 1975



Nederlandse Organisatie voor
Toegepast Natuurwetenschappelijk
Onderzoek

Organisch Chemisch Instituut



Postbus 5009
Croesestraat 79
Utrecht
telefoon 030-882721
toestel 53

Sectie Elementanalyse:
W. J. Buis



Inleiding

De toenemende belangstelling voor het bepalen van elementen in organometaal – en organische metaal-verbindingen naast organische verbindingen heeft geleid tot aanpassing van de analysetechnieken voor het bepalen van C, H, Br, Cl, F, I, N, O, S en uitbreiding van de analysetechnieken voor het bepalen van metalen zoals Cd, Co, Cu, Fe, Mg, Mn, Ni, Pb, Sb, Sn, Zn. Een overzicht van de mogelijkheden wordt op pagina 5 gegeven.

Op pagina 6 worden de prijzen voor eenvoudige bepalingen vermeld.

Het goed uitvoeren van elementanalyses vereist als regel naast een doordachte werkwijze ook kennis van de structuur van de te analyseren verbinding. Verder is de voorbehandeling van de stof en de juiste keuze van monsterbuisjes van zeer veel belang voor het verkrijgen van goede analyseresultaten. De richtlijnen die in acht genomen dienen te worden voor het laten uitvoeren van elementanalyses zijn vermeld op pagina 4.

Speciale aandacht wordt gevraagd voor de zuurstof- en de stikstofbepaling. De zuurstofbepaling vindt vooral toepassing bij de *totaal* analyse van organische verbindingen. Ook van vele organometaalverbindingen kan nu een totaal analyse uitgevoerd worden. De ontwikkeling van de stikstofbepaling heeft geleid tot verregaande

automatisering. De geautomatiseerde analysetechniek blijkt in de meeste gevallen een uitstekende vervangingsmethode te zijn voor de sterk milieubelastende Kjeldahlbepaling. Toepassing van deze methode is vooral interessant voor laboratoria die belast zijn met het onderzoek van bier, granen, grondmonsters, kleurstoffen, melkproducten, meststoffen, oppervlakte water, springstoffen, textiel, verfproducten, vet, vlees, vis, e.a.

Richtlijnen

Voorbehandeling stof

De stoffen dienen voor de uitvoering van een analyse droog te zijn. Opgave van de toe te passen wijze van drogen (b.v. P_2O_5 ; 20° ; 0,1 mm) is gewenst. Indien geen opgave van drogen wordt vermeld, wordt de stof behandeld in de staat, waarin hij ontvangen wordt. Bedenk, dat grote kristallen gemakkelijk oplosmiddel kunnen insluiten. Alleen stoffen met een homogene samenstelling kunnen in behandeling worden genomen. Vloeistoffen en instabiele of hygroscopische, vaste stoffen moeten toegezonden worden in niet te korte, dichtgesmolten buisjes. Stabiele en niet-hygroscopische, vaste stoffen verzenden in goed afgesloten buisjes. Omwikkel de kurkjes met een sigarettenpapiertje (kurkdeeltjes). Men wordt verzocht ieder buisje van een etiket te voorzien, zodanig dat er een duidelijk zicht blijft op de in het buisje aanwezige hoeveelheid stof.

Gegevens van de stof

Vermeld zo mogelijk voor iedere stof: alle aanwezige elementen, dit is noodzakelijk voor de juiste keuze van de te volgen destructietechniek; smeltpunt of kookpunt; bruto- en/of structuurformule en de bij benadering te verwachten percentages (b.v. C 70–75%; H 7–9%; O 10–15%); gebruikt oplosmiddel bij eventueel omkristalliseren; bijzondere eigenschappen, zoals hygroscopisch, vluchtig, instabiel, giftig, explosief, e.d.; of bemonstering onder stikstof of argon noodzakelijk is; codenummer van het monster (ook op het etiket vermelden).

Hoeveelheid stof

Voor een enkelvoudige metaalanalyse is ongeveer 50 mg stof nodig. Voor de overige elementen 3–5 mg. Eens per half jaar worden de restanten van de stoffen geretourneerd, tenzij men om directe terugzending verzoekt.

Verzending opdrachten

Op aanvraag worden opdrachtformulieren (zie voorbeeld op pagina 7) toegezonden. Verzendkokers voor de monsters zijn voorradig en worden op aanvraag gratis ter beschikking van opdrachtgevers gesteld.

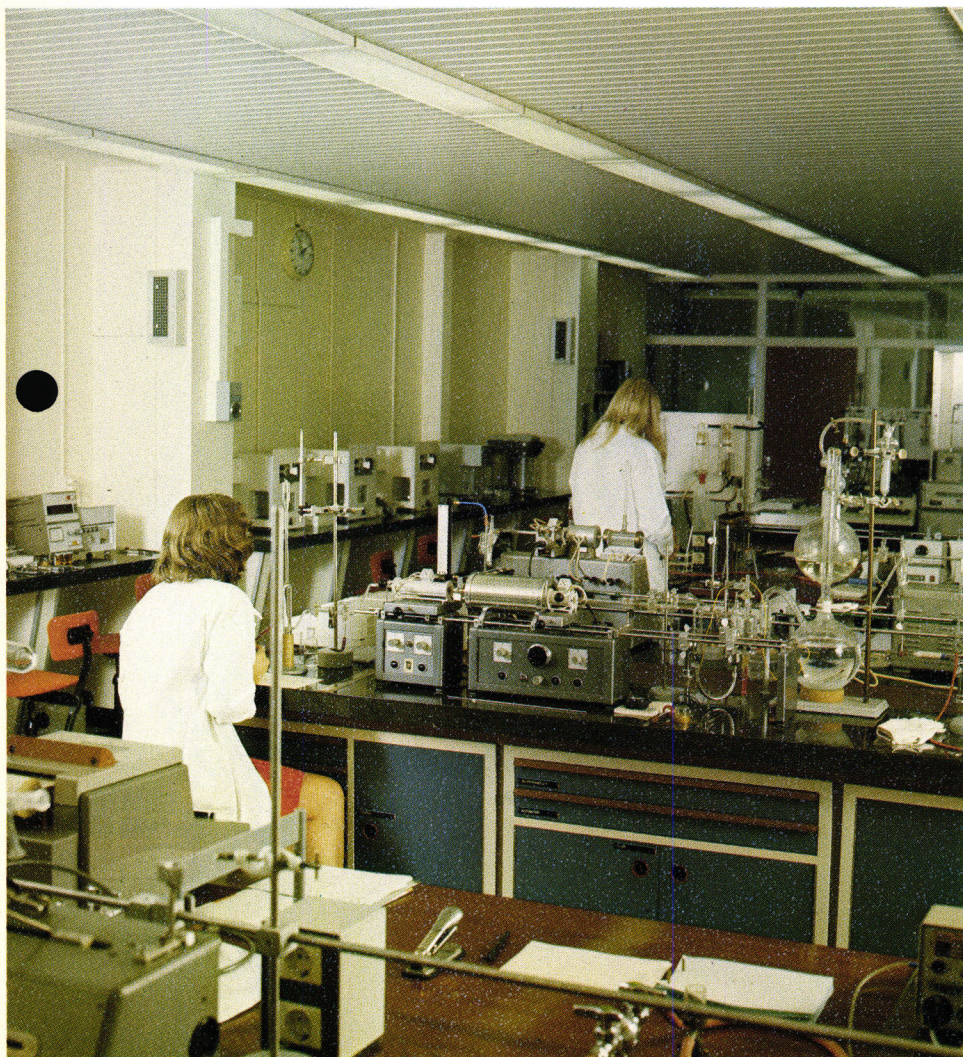
Referentie

Indien men in publikaties de herkomst van de analyseresultaten wenst te vermelden, gelieve men dit als volgt te doen: Element analyses were carried out by the Element Analytical Section of the Institute for Organic Chemistry TNO, Utrecht, The Netherlands, under supervision of W. J. Buis.

OVERZICHT VAN DE TE BEPALEN ELEMENTEN

De rood gedrukte elementen kunnen volgens standaard methoden bepaald worden. Voor het bepalen van één van de overige elementen wordt men verzocht contact op te nemen.

H																	He
Li	Be											B	C	N	O	F	Ne
Na	Mg											Al	Si	P	S	Cl	Ar
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe
Cs	Ba	*	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn
Fr	Ra	*	Ku														



Prijslijst

Ingaande 1 juli 1975. De prijzen zijn vermeld in guldens per enkelvoudige bepaling, exclusief BTW. Bij gelijktijdige aanvraag geldt voor iedere duplobepaling een korting van f 5,00.

Koolstof-Waterstof	32,50
Broom	29,00
Chloor	29,00
Fluor	45,00
Fosfor	40,00
Jodium	32,50
Stikstof*	27,00
Zuurstof	31,00
Zuurstof (toeslag van Induline base of „Merz“ mengsel) extra	10,00
Zwavel	29,00
Borium	45,00
Kwik	75,00
Metaal (als oxide of sulfaat)	29,00
Metaal (als residu bij CH bepaling)	17,50
Metaal** (overige methoden)	55,00
Methoxyl, ethoxyl	65,00
Bemonstering onder stikstof	10,00
Drogen tot constant gewicht	17,50

* Voor series prijs op aanvraag.

** Volgens standaardmethode kunnen de volgende elementen bepaald worden: Aluminium, Antimoon, Arseen, Barium, Bismuth, Cadmium, Calcium, Cobalt, Germanium, Goud, Indium, Koper, Lood, Magnesium, Mangaan, Nikkel, Silicium, Thallium, Tin, Titaan, IJzer, Zink. Indien de te analyseren verbinding een element bevat, waarbij de bepaling niet volgens de standaardtechniek uitgevoerd kan worden, geldt een speciaal tarief, dat op aanvraag te verkrijgen is.

Aan opdrachtgevers, die een bepaald aantal opdrachten per jaar verlenen, kan een reductie op de totaalprijs worden gegeven. Bij een minimum aantal van 200 bepalingen per jaar wordt reeds een korting van 5% verleend. Kortingsregelingen voor meer dan 200 bepalingen per jaar zijn op aanvraag verkrijgbaar.

ORGANISCH CHEMISCH INSTITUUT TNO
ELEMENTANALYSE
POSTBUS 5009 UTRECHT

Volgnummer: _____ Opdrachtnr.: _____

Opdrachtgever: _____

Resultaten bestemd voor: _____

Gelieve resultaten telef. door te geven: _____

_____ toestel nr.: _____

Codenr. stof: _____ Aanwezige elementen: _____

Voorzichte analyses: _____

element enkel/tweevoud berekend Bruto formule _____

_____ Structuurformule: _____

Drogen op: _____ Smpt./kpt: _____

Droogmiddel: _____

_____ °C Bijzonderheden (hygr., giftig, enz.) _____

_____ mm kwikdruk _____

Restant stof retour: ja/nee

Bemonstering onder N₂ ja/nee

Gebruikte oplosmiddel(en): _____

Opmerkingen: _____

Handtekening

197 _____

Element analyses



INSTITUTE FOR ORGANIC CHEMISTRY

july 1975



Organization for
Applied Scientific Research
in the Netherlands

Institute for Organic Chemistry



P.O. Box 5009
79 Croesestraat
Utrecht
the Netherlands
Telephone: 030-882721-extension 53

In charge of the
Element-analytical Section
W. J. Buis



Introduction

Because of an increasing interest in determinations of elements in organometallic and metal-organic compounds, modifications of the procedures for determination of C, H, Br, Cl, F, I, N, O and S have been worked out and possibilities to determine metals e.g. Cd, Co, Cu, Fe, Mg, Mn, Ni, Pb, Sb, Sn and Zn have been extended. A survey of the elements which can be determined is given on page 5.

Prices for single determinations are listed on page 6.

To ensure reliable results at least some knowledge of the composition and structure of the substance is essential. This knowledge determines the choice of procedure. Also important are the pre-treatment of the sample, and the proper choice of sample tube. Full instructions are given on page 4.

General instructions

Pretreatment of the sample

Often, the sample has to be dried before analysis. It is advisable to specify under what circumstances the sample has to be dried (e.g. P_2O_5 ; at 20° ; at 0.1 mm).

If no conditions for drying are stated, all samples will be analysed as received.

Bear in mind that large crystals occasionally include traces of the solvent. Due attention should also be given to the sample being homogeneous. Liquids and unstable or hygroscopic solids should preferably be mailed in relatively long, sealed tubes.

Stable and non-hygroscopic solids should be packed in carefully closed tubes.

Wrap corks in cigarette paper (against cork particles).

Provide each tube with a label in such a way that the sample contained in it is fully visible from the outside.

Information regarding the sample

Please, specify for each substance, if possible:

all elements present, this is necessary for the proper choice of destruction procedure;

melting or boiling point;

the approximate percentage of the elements to be determined (e.g. C 70–75%; H 7–9%; O 10–15%);

any special properties of the substance (e.g. hygroscopic, volatile, unstable, toxic, etc.);

whether treatment under nitrogen is necessary;

code number of the sample (also on the label).

Size of the sample

The quantity required for one single metal-determination is approximately 50 mg. For the determination of other elements 3–5 mg are required. Unless return is requested the remaining material will be destroyed after half a year.

Reference in case of publication

The following text is suggested to authors of papers who want to include an acknowledgement: Element analyses were carried out by the Element Analytical Section of the Institute for Organic Chemistry TNO, Utrecht, The Netherlands, under supervision of W. J. Buis.

SURVEY OF THE ELEMENTS WHICH CAN BE DETERMINED

The elements printed in red can be determined according to standard methods. For determination of one of the other elements, please apply to the Element-analytical Department.

H																	He
Li	Be											B	C	N	O	F	Ne
Na	Mg											Al	Si	P	S	Cl	Ar
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe
Cs	Ba	*	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn
Fr	Ra	*	Ku														



Price-list

Effective from July 1st, 1975. Prices for a single determination are given in Dutch guilders. For a duplicate determination a discount of D fl 5.00 is calculated.

Carbon-Hydrogen	32.50
Bromine	29.00
Chlorine	29.00
Fluorine	45.00
Iodine	32.50
Nitrogen	27.00
Oxygen	31.00
Oxygen (addition of Induline base or "Merz" mixture) surcharge	10.00
Phosphorus	40.00
Sulphur	29.00
Boron	45.00
Mercury	75.00
Metal (as oxide or sulfate)	29.00
Metal (as residue with C-H determination)	17.50
Metal* (other methods)	55.00
Methoxy, Ethoxy	65.00
Handling in inert atmosphere (nitrogen)	10.00
Drying to constant weight	17.50

* Most elements can be determined by standard methods: Aluminium, Antimony, Arsenic, Barium, Bismuth, Cadmium, Calcium, Cobalt, Copper, Germanium, Gold, Indium, Iron, Lead, Magnesium, Manganese, Nickel, Silicon, Thallium, Tin, Titanium, Zinc. For substances containing elements which interfere upon analysis according to standard methods, supplementary charges will be made.

Please apply for discounts on contract or quantum basis.



