

MICRO-ANALYSES OF ELEMENTS



INSTITUTE FOR
ORGANIC CHEMISTRY

INTRODUCTION

Organization for Applied
Scientific Research
in the Netherlands

Institute for Organic Chemistry



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

Director:
Professor G.J.M. van der Kerk

In charge of the Micro-analytical
Department:
W.J. Buis

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 pretreatment of the sample, and the proper choice of sample tube. Full instructions are given on page 3.

Because of an increasing interest in having determinations done of C, H, O, N, F, Cl, Br, I and S in organometallic and metalorganic compounds, modifications of the respective procedures pertinent to various possible combinations of elements have been worked out. A survey of the many possibilities regarding these determinations is given on pages 4 and 5.

Prices for single determinations are listed on page 6.

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. over 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 combustion 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 determination is 3-5 mg. 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 under supervision of W.J. Buis at the Micro-Analytical Department of the Institute for Organic Chemistry TNO, Utrecht, the Netherlands.

SURVEY OF THE ELEMENTS WHICH CAN BE DETERMINED

The elements printed in black in each of the following tables can be determined in substances containing any of the elements printed in red either simply or in combination. For questions concerning interference by other elements, please apply to the micro-analytical department.

CH

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														

O

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																																			

N

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														

S

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														

F																	
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														

CI																						
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																			

Br																	
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														

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														

Further determinations: phosphorus, boron, mercury, metals (as oxide or sulfate), methoxyl, ethoxyl.

PRICE~LIST

(effective January 1st, 1971)

	<i>Single determination in Dutch fl.</i>
Carbon-Hydrogen	22.50
Oxygen	25.00
Nitrogen	22.00
Fluorine	30.00
Chlorine	22.00
Bromine	22.00
Iodine	25.00
Sulfur	22.00
Phosphorus	25.00
Boron	30.00
Mercury	50.00
Metal (as oxide or sulfate)	22.00
Metal (as combustion residue with C—H)	12.50
Methoxy, Ethoxy	35.00
Drying to constant weight	12.50

No supplementary charges are made for special techniques in combustion of organometallic compounds or for weighing of hygroscopic substances or low boiling liquids.

INSTITUTE FOR ORGANIC CHEMISTRY TNO

Supplement to the brochure "Micro-Analyses of Elements"

The following metals can be determined separately.

Prices are given for a single determination and are in Dutch guilders.

<u>Element</u>	<u>Price in D.fl.</u>	<u>Quantity in mg</u>
Aluminium	40.00	25-40
Antimony	40.00	45-60
Bismuth	35.00	45-60
Cadmium	30.00	25-40
Calcium	35.00	45-60
Cobalt	35.00	25-40
Copper	30.00	25-40
Indium	35.00	25-40
Lead	35.00	45-60
Magnesium	30.00	25-40
Manganese	35.00	25-40
Nickel	35.00	25-40
Tin	40.00	25-40
Zinc	30.00	25-40

Procedures for executing the above analyses and those of other elements on a micro-scale (3-10 mg) are under development.

Samples should be sent to the Institute for Organic Chemistry TNO
attention: Mr. W. J. Buis
P.O. Box 5009
Utrecht
The Netherlands

Full instructions are given on page 3 of the brochure.

MICRO ELEMENT ANALYSE

**ORGANISCH
CHEMISCH INSTITUUT**

INLEIDING

Nederlandse Organisatie voor
Toegepast Natuurwetenschappelijk
Onderzoek

Organisch Chemisch Instituut



Postbus 5009
Croesestraat 79
Utrecht
telefoon: 030-882721

Directeur:
Prof. Dr. G.J.M. van der Kerk

Micro-analytische afdeling:
W.J. Buis

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 micro-elementanalyses zijn vermeld op pagina 3.

De toenemende belangstelling voor het bepalen van C, H, O, N, S, F, Cl, Br en/of J in organometaalverbindingen en organische metaalverbindingen hebben geleid tot aanpassing van de analysetechnieken. Een overzicht van de mogelijkheden van deze bepalingen wordt op de pagina's 4 en 5 gegeven.

Op pagina 6 worden de prijzen voor enkelvoudige bepalingen vermeld.

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 verbrandingstechniek;
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 noodzakelijk is;
codenummer van het monster (ook op het etiket vermelden).

Hoeveelheid stof

Voor een enkelvoudige bepaling is 3-5 mg van de stof nodig. Tenzij men uitdrukkelijk om terugzending verzoekt, worden de restanten na een half jaar vernietigd.

Opdrachtformulieren

Op aanvraag worden opdrachtformulieren (zie voorbeeld op pagina 7) toegezonden.

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 under supervision of W.J. Buis at the Micro-Analytical Department of the Institute for Organic Chemistry TNO, Utrecht, the Netherlands.

De in de respectieve tabellen zwart gedrukte elementen kunnen bepaald worden in verbindingen, die een of meer van de rood gedrukte elementen bevatten. Voor de niet aangegeven combinaties wordt men verzocht contact op te nemen met de micro-analytische afdeling.

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														

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																															

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														

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

(ingaaude 1 januari 1971; hiermede komen alle vorige prijslijsten te vervallen)

	<i>Prijs per enkel- voudige bepaling in guldens, exclusief BTW</i>
Koolstof-Waterstof	22,50
Zuurstof	25,00
Stikstof	22,00
Fluor	30,00
Chloor	22,00
Broom	22,00
Jodium	25,00
Zwavel	22,00
Fosfor	25,00
Borium	30,00
Kwik	50,00
Metaal (als oxide of sulfaat)	22,00
Metaal (als residu bij CH-bepaling)	12,50
Methoxyl, Ethoxyl	35,00
Drogen tot constant gewicht	12,50

Bij toepassing van speciale bemonsterings-, weeg-, en/of verbrandingstechnieken, die het doen van seriebepalingen niet te zeer beïnvloeden, worden geen toeslagen in rekening gebracht.

Opdrachtgevers kunnen boven een bepaald minimaal aantal analyses per jaar, mits enigszins gelijkmatig over het jaar verdeeld, voor een reductie op de totaalprijs in aanmerking komen.

ORGANISCH CHEMISCH INSTITUUT TNO

Aanvulling op de brochure "Micro-Elementanalyse"

Het is thans mogelijk naast de gebruikelijke elementen ook diverse metalen te laten bepalen. Onderstaande tabel geeft een overzicht van de op dit moment geldende mogelijkheden. Indien bij aanwezigheid van meerdere metalen in één verbinding de analysetechniek niet volgens de standaardmethode uitgevoerd kan worden, geldt een speciaal tarief, dat op aanvraag is te verkrijgen.

Element	Benodigde hoeveelheid stof in mg	Prijs enkelvoudige bepaling
Aluminium	25-40	f 40, -
Antimoon	45-60	f 40, -
Bismuth	45-60	f 35, -
Cadmium	25-40	f 30, -
Calcium	45-60	f 35, -
Indium	25-40	f 35, -
Kobalt	25-40	f 35, -
Koper	25-40	f 30, -
Lood	45-60	f 35, -
Magnesium	25-40	f 30, -
Mangaan	25-40	f 35, -
Nikkel	25-40	f 35, -
Tin	25-40	f 40, -
Zink	25-40	f 30, -

Technieken voor schaalverkleining van bovenstaande en andere elementen zijn in voorbereiding. De richtlijnen op pag. 3 van de brochure blijven uiteraard van toepassing. De bestaande opdrachtformulieren kunnen ook voor deze analyses worden gebruikt.

Stoffen en opdrachtformulieren te zenden aan:

Organisch Chemisch Instituut TNO
t. a. v. W. J. Buis, elementanalyse
Postbus 5009
Utrecht

augustus 1971

Exemplaren van onderstaand formulier zijn op aanvraag verkrijgbaar.

ORGANISCH CHEMISCH INSTITUUT TNO
MICRO-ANALYTISCHE AFDELING
POSTBUS 5009 UTRECHT

Volgnummer: _____

Opdrachtgever: _____

Resultaten bestemd voor: _____

Gelieve resultaten telefonisch door te geven: _____ toestelnr.: _____

Codenummer stof: _____ Aanwezige elementen: _____

Verlangde analyses: _____ Brutoformule: _____

element enkel-/tweevoud berekend (%) Structuurformule: _____

_____ Smpt./kpt.: _____

Drogen op: _____ droogmiddel _____
Bijzonderheden (hygr., giftig, e.d.) _____

_____ °C _____

_____ mm kwikdruk _____

Restant stof retour: ja/nee

Bemonstering onder N₂ ja/nee

Gebruikte oplosmiddel(en): _____

Opmerkingen: _____

_____, 197 _____

handtekening _____