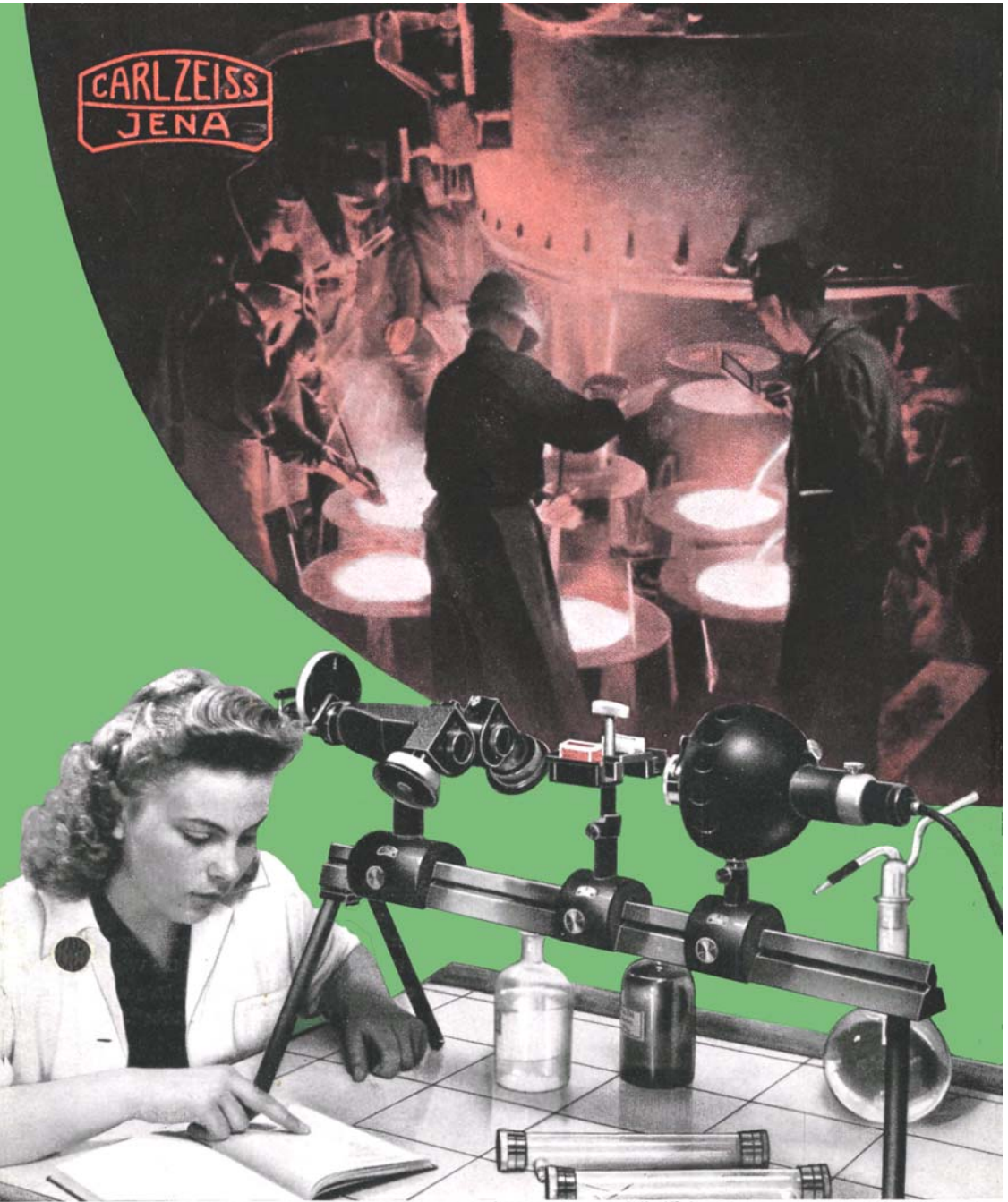


CARL ZEISS
JENA



PULFRICH-PHOTOMETER

FÜR KOLORIMETRISCHE METALLANALYSEN

Die Bilder sind nicht in allen Einzelheiten für die Ausführung des Gerätes maßgebend. Für wissenschaftliche Veröffentlichungen stellen wir Druckstöcke der Bilder oder Verkleinerungen davon - soweit sie vorhanden sind - gern zur Verfügung. Die Wiedergabe von Bildern oder Text ohne unsere Genehmigung ist nicht gestattet. Das Recht der Übersetzung ist vorbehalten.

V E B C A R L Z E I S S J E N A

Drahtwort: Zeisswerk Jena

Fernsprecher 3541



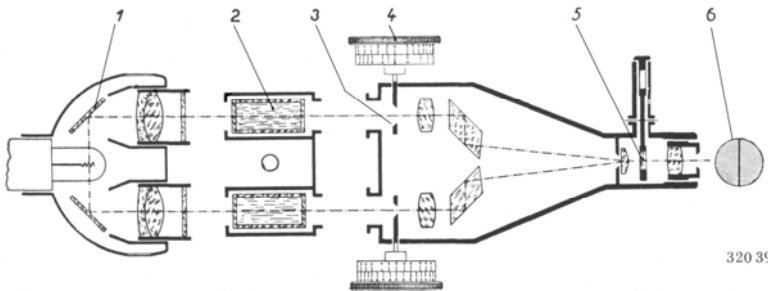
ABSOLUTE KOLORIMETRIE (Kolorimetrie ohne Vergleichslösung) **IN DER METALLANALYSE**

Verfahren zur kolorimetrischen Bestimmung einzelner Bestandteile von Metalllegierungen sind seit langem bekannt. Im analytischen Laboratorium der Metallindustrie wurden die kolorimetrischen Verfahren aber nur verhältnismäßig wenig angewendet, weil die Meßgenauigkeit der einfachen Kolorimeter meistens nicht ausreichte und die früher übliche kolorimetrische Arbeitsweise zu umständlich war. So mußte man stets eine Reihe Vergleichslösungen — oder bei Anwendung eines Eintauchkolorimeters wenigstens eine Lösung — ansetzen, die genau in gleicher Weise wie die gelösten Proben zu behandeln waren. Wenn die Vergleichslösungen nicht haltbar waren, mußten sie unter Umständen bei jeder einzelnen Bestimmung neu angesetzt werden. Schließlich war es auch nicht möglich, in ein und derselben Analysenlösung mehrere Stoffe nebeneinander zu bestimmen.

Diese Mängel wurden beseitigt durch die Gehaltsbestimmung auf spektral-photometrischem Weg. Dabei wird die Lichtabsorption der farbigen, gelösten Probe nicht mit der einer Standardlösung verglichen, sondern absolut gemessen. Nachdem im Zeisswerk ein geeignetes Meßgerät geschaffen worden war, ist das Verfahren der absoluten Kolorimetrie innerhalb kurzer Zeit in zahlreichen Zweigen der analytischen Chemie angewendet worden, und zwar

mit unserem

PULFRICH-PHOTOMETER



320 390/a

Bild 1. Schematische Schnittzeichnung des Pulfrich-Photometers mit Küvetten in Küvettenwechsellvorrichtung und Photometerleuchte

Beschreibung des Pulfrich-Photometers

Zwei von der Lichtquelle (1) ausgehende Lichtbündel durchsetzen die Küvetten (2) und gelangen durch die Meßblendenöffnungen (3) in das Photometer. Mit einer Prismenanordnung werden beide, nach Durchgang durch ein Filter (5) in der drehbaren Filterscheibe, dem Okular zugeführt. Hier erscheint ein kreisförmiges, durch eine feine Linie geteiltes Sehfeld (6). Jede Sehfeldhälfte erhält ihr Licht nur von der ihr zugehörigen Photometeröffnung. Durch Drehen der entsprechenden Meßtrommel (4) lassen sich die Helligkeiten der beiden Sehfeldhälften meßbar verändern.

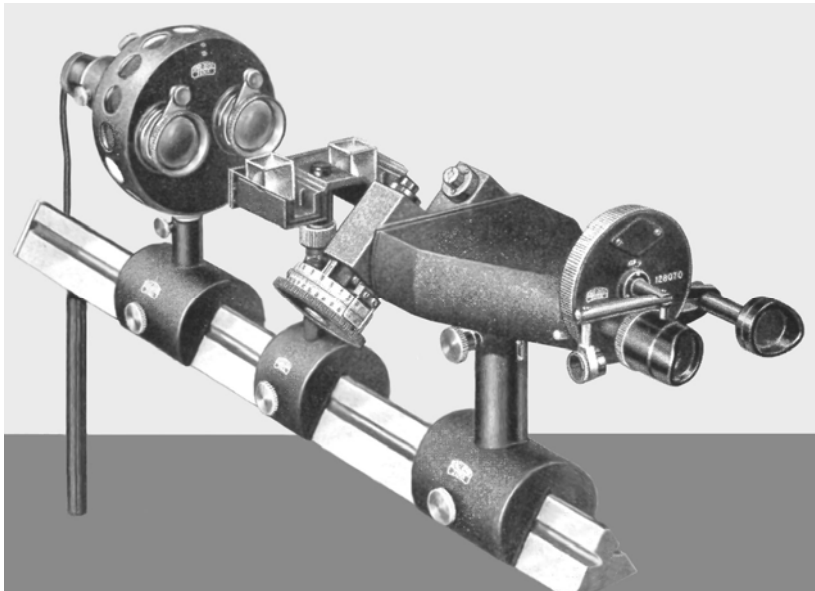
Das Photometer und sein Zubehör werden auf einer Dreikantschiene aufgestellt, die von drei Beinen getragen wird. Zur Aufstellung benötigt man einen Tisch mit einer Arbeitsfläche von ungefähr 0,5 m X 1 m.

Als Lichtquelle wird entweder eine Lichtwurflampe benutzt, die in Verbindung mit den strengen Spektralfiltern eine Ausleuchtung des Photometerfeldes mit **annähernd monochromatischem** Licht ergibt, oder zur Erzeugung absolut **monochromatischen** Lichtes die HQE-Lampe in Verbindung mit den vorgesehenen Filtern.

Im Laboratoriumsbetrieb läßt es sich nicht immer so einrichten, daß erst alle Bestimmungen bei Glühlampen- und dann alle übrigen bei Quecksilberlicht durchgeführt werden; dabei wäre jedesmal eine genaue Lampenjustierung vorzunehmen. Zum schnellen, pausenlosen Arbeiten empfiehlt es sich daher, neben einer Photometerleuchte mit justierter Lichtwurflampe eine zweite mit justierter HQE-Lampe auf der gleichen Dreikantschiene hintereinander aufzustellen. Das bedingt allerdings eine 1000 mm lange Schiene gegenüber der in der Ausrüstung I b/18 enthaltenen von 710 mm.

Arbeitsweise bei kolorimetrischen Bestimmungen

Die Probe sei eine rote Lösung. Man füllt eine Küvette (2 Bild 1) mit ihr und eine zweite von gleicher Schichtdicke mit dem Lösungsmittel, z. B. destilliertem



320 357

Bild 2. Pulfrich-Photometer mit Küvetten in Küvettenwechsellvorrichtung und Photometerleuchte auf Dreikantschiene

Wasser. Bringt man nun vor jede Photometeröffnung eine der Küvetten, so erscheint dem Beobachter, wenn sich kein Filter im Strahlengang befindet, eine Sehfeldhälfte rot, die andere ungefärbt. Wird jetzt durch Drehen der Filterscheibe ein Grünfilter eingeschaltet, ist der Farbenunterschied verschwunden; beide Sehfeldhälften erscheinen grün, die eine aber dunkler als die andere. Durch Drehen einer Meßtrommel werden beide Hälften auf gleiche Helligkeit gebracht. Nun wird an der roteingelassenen Teilung der Meßtrommel der Wert der Extinktion abgelesen. Um den Einfluß möglicher Helligkeitsunterschiede in beiden Strahlengängen auszugleichen, wiederholt man die Messung nach Drehen der Küvettenwechsellvorrichtung um 180° und bildet das Mittel aus den Meßwerten. Die Konzentration der Untersuchungslösung wird dann durch Multiplikation des Meßergebnisses mit einem Faktor berechnet oder aus einer Eichkurve entnommen.

In metallanalytischen Laboratorien ist das Arbeiten mit dem Pulfrich-Photometer noch insofern besonders einfach, als für die wichtigsten Analysen, auch für Schnellbestimmungen und Vorproben, bereits fertig ausgearbeitete Vorschriften zur Verfügung stehen. Damit entfällt die oft zeitraubende Arbeit des Ausprobierens der Methode.



Elemente, für die Farbreaktionen bekannt sind, für deren Bestimmung mit dem Pulfrich-Photometer Arbeitsvorschriften aber noch nicht vorliegen, können ohne weiteres auch nach dem absoluten Verfahren mit dem Pulfrich-Photometer bestimmt werden.

Bisher sind 46 kurzgefaßte Arbeitsvorschriften erschienen, nach denen die Bestimmungen der im folgenden Verzeichnis genannten Elemente in Stahl und Eisen und in Nichteisenmetallen sicher durchgeführt werden können.

Übersicht der Arbeitsvorschriften mit dem Pulfrich-Photometer

für Stahl und Eisen (Erze und Schlacken)

Aluminium in Stahl
Chrom in Stahl und Eisen (Schnellverfahren)
Chrom in Stahl (Methoden für Vorproben)
Chrom in unlegiertem und legiertem Stahl und im Ferrovanadin
Kobalt in Stahl (Salzsäureverfahren)
Kobalt in Stahl (Aceton-Rhodanidverfahren)
Kupfer in Stahl und Eisen (mit Ausfällung des Kupfers)
Kupfer in Stahl und Eisen (ohne Ausfällung des Kupfers)
Mangan in Stahl und Eisen
Mangan in Manganstahl (Methode für Vorproben)
Molybdän in Stahl und Eisen
Nickel in Stahl
Nickel in Eisen, Stahl und Manganstahl
Nickel in Stahl und Eisen
Phosphor in Stahl und Eisen (Verfahren nach Murray)
Phosphor in Stahl (Bestimmung mit Strychnin-Molybdänsäure)
Phosphor in Stahl (Bestimmung mit Phosphorvanadomolybdänsäure,
Kompensationsverfahren)
Phosphor in Roh- und Gußeisen
Silizium in Stahl
Stickstoff in Stahl
Titan in Stahl und Eisen (Wasserstoffsuperoxydverfahren)
Titan in Stahl und Eisen (Chromotropsäureverfahren)
Titan in V2 A-Stahl
Vanadin in Stahl und Eisen (in Abwesenheit von Titan und Molybdän)
Vanadin in Stahl und Eisen (in Gegenwart von Titan und Molybdän)
Vanadin in Werkzeug- und Schnellarbeitsstahl
Vanadin in Eisenerzen und Schlacken

Wolfram in Stahl (Bestimmung mit Hydrochinon)

Wolfram in Stahl (Bestimmung mit Rhodankalium + Zinn(II)-chlorid)

Bestimmungen in einer Einwaage

Phosphor, Chrom, Nickel, Molybdän in legierten Stählen

Silizium, Phosphor, Mangan in Roh- und Gußeisen

für Nichteisenmetalle

Eisen in Aluminium

Eisen in Aluminium und Aluminiumlegierungen (Schnellverfahren)

Eisen in Tonerde

Kupfer in Blei-, Zinn-, Antimon-Kupferlegierungen
(Weiß- und Lagermetalle)

Kupfer in Aluminium-Kupferlegierungen

Magnesium in Aluminium und Aluminiumlegierungen

Mangan in Aluminiumlegierungen (Schnellverfahren)

Nickel in Aluminiumlegierungen

Silizium in Aluminium-Kupferlegierungen

Silizium in Aluminiumlegierungen (einschließlich Silumin)

Silizium in Magnesiumlegierungen

Titan in Aluminium und Aluminiumlegierungen

Titan in Hartmetallen

Titan in Tonerde und tonerdehaltigen Materialien

Bestimmung in einer Einwaage

Silizium, Eisen, Mangan, Kupfer in Aluminium-Kupferlegierungen

Die rezeptartigen Arbeitsvorschriften sind gesammelt in dem Buch CZ 32-A519-1

„**Absolutkolorimetrische Metallanalysen mit dem Pulfrich-Photometer**“, die wir jeder Photometerausüstung für Metallanalysen begeben.

Das Schrifttum wird von uns nach Möglichkeit laufend verfolgt. Daher sind wir den Autoren für die Zusendung jedes einzelnen Sonderdruckes einer neuen einschlägigen Abhandlung dankbar. Interessenten geben wir gern über einzelne Arbeiten Auskunft und lassen auch auf Wunsch Kontophotabzüge gegen Berechnung der Selbstkosten herstellen.

Eine ausführliche Gebrauchsanweisung wird jedem Gerät bei Lieferung beigegeben.

Ein Beispiel aus den Arbeitsvorschriften CZ 32 - A519 - 1

Eisen in Aluminium und Aluminiumlegierungen (Schnellverfahren)

Schrifttum:

Pinsl: Zur photometrischen Schnellbestimmung des Eisens und Mangans in Aluminium und seinen Legierungen. Aluminium 20 (1938) S. 706-714

Anwendungsbereich:

0,1 bis 1,6% Eisen

Grundlage:



Reagenzien und Hilfsmittel:

40%ige eisenfreie Natronlauge

Perhydrol p. a.

eisenfreie Salpetersäure (1:3)

10%ige Kaliumrhodanidlösung

100-cm³-Erlenmeyer-Meßkolben aus Jenaer Glas, schlanke Form mit eingeschlifftem Stopfen

Ausführung:

Man wägt 0,1 g der Probe ab, übergießt sie im 100-cm³-Meßkolben mit 2 cm³ Natronlauge und 1 cm³ Perhydrol, darauf erwärmt man sie, ohne zu kochen, bis jede Gasblasenbildung aufgehört hat. Dann verdünnt man die Lösung mit 10 cm³ Wasser und kocht sie 2 Minuten lang. Anschließend wird die Lösung mit 12,5 cm³ Salpetersäure versetzt, erwärmt, bis sich der ausfallende Niederschlag wieder klar gelöst hat, und noch einmal 2 Minuten lang gekocht. Einzelne große Flocken, die schwer in Lösung gehen, stören nicht und lösen sich meistens bei der weiteren Behandlung. Nach dem Kochen verdünnt man die Lösung mit Wasser auf 50 cm³ und gibt, nachdem sie auf 55° abgekühlt ist, 10 cm³ Kaliumrhodanidlösung hinzu. Man schüttelt die Lösung, läßt sie 1 Minute lang stehen, kühlt dann auf 20° ab und füllt mit Wasser auf 100 cm³ auf. Dann bestimmt man den Extinktionskoeffizienten der roten Lösung mit Filter Hg 546 und Hagephotbrenner¹⁾. In den Vergleichsstrahlengang wird eine mit destilliertem Wasser gefüllte Küvette gleicher Schichtdicke gesetzt.

Da die Reagenzien selten genügend eisenfrei sind, muß ihr Eisengehalt berücksichtigt werden. Hierzu kocht man 2 cm³ Natronlauge, 1 cm³ Perhydrol und 10 cm³ Wasser mindestens 2 Minuten lang, versetzt die Lösung mit 12,5 cm³ Salpetersäure und kocht wieder 2 Minuten lang. Dann behandelt man die Lösung weiter, wie bereits angegeben wurde, und mißt die Extinktion in 10 cm Schichtdicke.

Berechnung:

$$\% \text{ Fe} = 1,518 \cdot k - \% \text{ Leerwert}$$

Fehlerquellen:

Die salpetersaure Probenlösung muß genügend lange gekocht werden, damit die Stickoxide entweichen und das Eisen vollständig oxydiert wird.

Wenn sich beim Laugenaufschluß Braunstein bildet, gibt man zur salpetersauren Lösung vor dem Kochen einige Körnchen festes Natriumsulfid.

Genauigkeit:

Die Abweichungen der gefundenen Werte von den Sollwerten betragen bis etwa 0,03 % Eisen.

Zeitbedarf:

20 Minuten

¹⁾ bzw. HQE-Lampe mit Filter S 53

Bestellliste

Benennung	Gewicht kg	Bestell- nummer	Bestell- wort
Ausrüstung Ib/18			
Photometer	2,600	32 51 90	<i>UktoI</i>
9 S-Filter, in Behälter.....	0,100	32 52 10	<i>Uftew</i>
Spezialfilter S 43.....	0,003	32 52 20	<i>Uftia</i>
Photometerleuchte mit Lampenfassung und Zuleitung, einschl. 2 Mattglasscheiben und 1 Klarglasscheibe	1,500	32 56 37	<i>Ukjek</i>
Lichtwurfampe T 6 V 30 W	0,020	2630 ZN 54	<i>Ukteb</i>
Kleinspannungs-Transformator 30 VA 220/6 ZN 5090	3,500	—	<i>Uktbe</i>
Quecksilberhochdrucklampe HQE 40 für Wechselstrom 220 V	0,020	6540 ZN 54	<i>Uilik</i>
Drossel in Gehäuse für 220 V, mit Lampen- fassung und Anschlußleitungen	2,800	32 73 72	<i>Uilmo</i>
je 2 Glasküvetten mit Deckglas, rechteckige Form C, 0,5, 1, 2 und 5 cm Schichtdicke, in Behälter.....	0,550	32 82 08	<i>Uktif</i>
Küvettenwechsellvorrichtung mit 2 Haltern, auf Reiter mit Säule.....	1,400	32 55 13	<i>Ufpoj</i>
Dreikantschiene 710 auf Gestell	6,100	32 55 09	<i>Uktli</i>
Reiter mit Säule für das Photometer ..	1,800	32 55 01	<i>Ubeps</i>
Reiter mit Säule für die Photometerleuchte	1,250	32 55 02	<i>Ubert</i>
Arbeitsvorschriften CZ32-A519-1	0,300	32 56 85	<i>Ukyfx</i>
Ausrüstung Ib/18 für Wechselstrom 220 V	22,000	32 50 36	<i>Ukkze</i>
Ergänzungsausrüstung			
zur Bestimmung von Cr, Co, Cu, V in Stahl und Eisen, von V in Eisenerzen und Schlacken sowie von Fe und Ti in Al und Al-Leg und von Cu in Al-Cu-Leg und Weißmetallen, bestehend aus:			
2 Glas-Absorptionsrohren, 10 cm Schichtdicke	0,350	32 55 58	<i>Uleug</i>
2 Reitern mit Querträgern für die Absorptions- rohre	2,200	32 55 12	<i>Ulewi</i>
Ergänzungsausrüstung zu Ib/18	2,550	32 50 37	<i>Ukts0</i>



Benennung	Gewicht kg	Bestell- nummer	Bestell- wort
Ausrüstungs- und Ergänzungssteile			
Dreikantschiene 1000 auf Gestell	8,500	32 55 00	<i>Ubeor</i>
Photometerleuchte ohne Lampenfassung (für HQE-Lampe) mit 2 Mattglasscheiben und 1 Klarglasscheibe	1,100	32 56 36	<i>Ukyew</i>
1 zweiter Reiter mit Säule für die Photometerleuchte	1,250	32 55 02	<i>Ubert</i>
Lichtwurflampe T 6 V 30 W für die Photometerleuchte	0,020	2630 ZN 54	<i>Ukteb</i>
2 Glas-Absorptionsrohre, 20 cm Schichtdicke .	0,500	32 55 59	<i>Ulevb</i>
Graufilter E = 0,5, in Aufsteckfassung.....	0,050	32 53 07	<i>Ukacs</i>
Graufilter E = 1, in Aufsteckfassung.....	0,050	32 53 08	<i>Ukadt</i>
Graufilter E = 2, in Aufsteckfassung.....	0,050	32 53 09	<i>Ukabx</i>
2 Mattglasscheiben hell, in Fassung, für den Gebrauch der Graufilter	0,040	32 56 35	<i>Ukbet</i>
Ablese- und Beleuchtungseinrichtung für die Meßstrommeln, mit Zuleitung	0,350	32 56 10	<i>Uktda</i>
Zwerglampe K 4V 0,4 A für die Ablese- und Beleuchtungseinrichtung.....	0,005	5040 ZN 54	<i>Uktxu</i>
Okularvorsatzlinse für stark fehlsichtige Augen, nach Brillenrezept	0,010	32 55 98	<i>Udzve</i>

Das Gerät ist zum Anschluß an Wechselstrom 220 V vorgesehen!

Bei abweichender Netzspannung und Stromart bitte Sonderangebot anfordern.

Die angegebenen Gewichte sind nur annähernd und unverbindlich.

ZEISS

F E R T I G U N G S P R O G R A M M

Mikroskope
Mikrophotographische Geräte
Mikroprojektionsgerät
Lumineszenzeinrichtung
Zusatzgeräte für Mikroskopie

Kolposkope
Operationsmikroskop
Ohrlupe
Beleuchtungseinrichtungen für Operationssäle
Mundleuchte

Geräte zur Untersuchung der Augen
Geräte zur Bestimmung und Prüfung von Brillen
Lupen

Refraktometer
Laboratoriums-Interferometer
Handspektroskope
Spiegelmonochromator
UV-Spektrograph Q 24
Lichtelektrische Photometer
Leukometer
Pulfrich-Photometer
Polarimeter
Konimeter
Abbe-Komparator
Skalengalvanometer

Mechanische Geräte für Längen-
und Gewindemessungen
Zahnradprüfgeräte
Optisch-mechanische Geräte für Längen-,
Gewinde- und Profilmessungen
Geräte für Winkel-, Teilungs-
und Fluchtungsprüfungen
Profilprojektoren
Interferenzkomparator
Endmaße
Nivelliere
Theodolite

Reduktions-Tachymeter
Zusatzgeräte

Photographische Objektive
Kino-Aufnahme- und Projektions-Objektive
Reproduktions-Optik
Prismenvorsätze für Stereoaufnahmen

Tonkinokoffer-Anlagen 35 mm und 16 mm
Stummfilmkoffer 16 mm
Kinospiegel
Epidiaskope
Kleinbildwerfer
Röntgendiaskop
Röntgenschirmbildkamas
Aufnahme- und Lesegeräte
für Dokumentation
Schreibprojektor

Feldstecher
Theatergläser
Zielfernrohre

Refraktoren
Astrographen
Spiegelteleskope
Schulfernrohre
Aussichtsfernrohre
Kuppeln
Spektrographen
Passagegeräte
Planetarten

Punktal-, Uro-Punktal-
und Umbral-Brillengläser
Katrägläser
Zweistärkengläser
Haftgläser
Fernrohrbrillen
Lupenbrillen

Druckschriften stellen wir gern zur Verfügung



Druckschriften-Nr. **CZ 32-519a-1**

Waren-Nr. 37 18 41 10

V/3/2 - 3 - A 5448/53 DDR (4002) 453 - ERE