

146. Die Emissionsspektralanalyse als quantitative Serienmethode. Anwendung zur Analyse von Reinaluminium

von A. von Zeerleder und F. Rohner.

(14. IX. 40.)

Nachdem im Jahr 1859 durch *Bunsen* und *Kirchhoff* die Grundgesetze der Spektralanalyse aufgefunden und durch einige praktische Anwendungen die durch sie gebotenen Möglichkeiten angedeutet worden waren, wurde es um die so viel versprechende Methode bald wieder auffallend ruhig. Die Entdecker hatten gezeigt, dass mit dieser erstaunlichen Analysenmethode die chemische Zusammensetzung unerreichbarer Himmelskörper enthüllt und in natürlichen Wässern unwägbare kleine Mineralmengen bestimmt werden konnten. Dem täglichen Leben näherliegende Aufgaben schienen damals der Spektralanalyse weniger zugänglich zu sein. Mit der vor etwa zwei Jahrzehnten einsetzenden Erkenntnis der Bedeutung von Spurenelementen bei physiologischen und chemischen Prozessen gewann die hohe Nachweisempfindlichkeit der Spektralanalyse wieder einige praktische Bedeutung. Während *Bunsen* und *Kirchhoff* mit Spektroskopen im sichtbaren Wellenlängenbereich arbeiteten, erkannte man zu jener Zeit die überragende Bedeutung des ultravioletten Wellenlängenbereichs und benutzte fortan vorzugsweise Spektrographen, mit denen die Spektren auf photographischem Wege festgehalten und nachträglich in separatem Arbeitsgang ausgewertet werden.

Erst die sprunghafte Entwicklung der metallurgischen Grossindustrie in den letzten Jahren mit ihren gesteigerten Anforderungen an die analytischen Betriebslaboratorien liess als neue Möglichkeit die Entwicklung der quantitativen Spektralanalyse zu einer Serienmethode von höchster Leistungsfähigkeit zutage treten.

Die Voraussetzungen für die Eignung einer Analysenmethode zur Bewältigung grosser Analysenserien sind vielfältig; es sollen nur die wichtigsten aufgezählt werden:

1. Geringer Arbeitsaufwand.
2. Weitgehende Mechanisierung und Automatisierung der nötigen Operationen; dadurch ist die Möglichkeit gegeben, angelernte Hilfskräfte zur Ausführung heranzuziehen.
3. Möglichkeit zur Aufteilung in gewisse Arbeitsgänge, die eine rationelle Organisation des Arbeitsablaufs erleichtern.
4. Geringer laufender Bedarf an Chemikalien und anderen Materialien, wenn nötig auch durch hohe einmalige Aufwendungen für Apparaturen usw. zu erkaufen.

5. Geringer Bedarf an Laboratoriumsraum; dadurch soll nicht zuletzt eine gewisse Elastizität, d. h. die Möglichkeit zur Bewältigung grösserer Serien bei Stosszeiten gesichert werden, die sonst leicht an dem zur Verfügung stehenden Laboratoriumsraum ihre Grenze findet.

Die Erkenntnis, dass die Spektralanalyse die Voraussetzungen zur Erfüllung dieser mit der Entwicklung der Industrie aufgetretenen Anforderungen in sich trage, liess nicht lange auf sich warten. Es zeigte sich aber, dass die bisher hauptsächlich für Spurensuche und andere Sonderzwecke eingesetzte Spektralanalyse apparativ und methodisch für diese spezielle Anwendung noch vervollkommen werden musste. Die vereinten Bemühungen von Chemikern und Physikern führten bald zu Erfolgen, die die gehegten Erwartungen voll erfüllten. Heute hat die Spektralanalyse, vorab in den Laboratorien von Metalle verarbeitenden Industrien, eine bedeutende und immer noch wachsende Verbreitung gefunden. Sie bildet eine in vielen Werken schon unentbehrliche Ergänzung zu den chemischen Methoden. Gerade wo jene oft versagen, z. B. Nachweis oder Bestimmung kleinster Gehalte oder Trennung und Bestimmung nahe verwandter Elemente nebeneinander, lässt sich die Spektralanalyse häufig mit grossem Vorteil heranziehen.

Die Spektralanalyse bildet also eine wertvolle Ergänzung der chemischen Analysenmethoden, sie wird aber jene kaum je ganz verdrängen. Einmal arbeitet sie mit Standardproben, deren Gehalte vorher auf chemischem Wege festgestellt wurden. Zum andern gibt es zahlreiche Aufgaben, die sich durch Spektralanalyse nicht oder nur unbefriedigend lösen lassen. Z. B. gelingt es bei Leichtmetalllegierungen nicht, Kupfer in grösseren Gehalten als 3% mit befriedigender Genauigkeit zu bestimmen.

Nachfolgend soll über die Anwendung der Spektralanalyse zur Kontrolle der Aluminiumproduktion, d. h. zur Untersuchung von Aluminium der Reinheitsgrade 99,2—99,9% berichtet werden¹⁾.

Es werden in unsern Laboratorien auch verschiedene Leichtmetall-Legierungen spektrographisch untersucht. Über die Legierungsanalyse ist aber schon eine ganze Reihe eingehender Publikationen erschienen²⁾. Die spektralanalytische Untersuchung von Reinaluminium wird dagegen erst in wenigen Laboratorien laufend durchgeführt und erschöpfende Publikationen darüber fehlen.

¹⁾ Der Direktion der *Aluminium-Industrie A.G.* sei für die Erlaubnis zur Veröffentlichung der vorliegenden Erfahrungen unser Dank ausgesprochen.

²⁾ *Scheibe* und *Schöntag*, *Metallwirtschaft* **15**, 141 (1936); *E. Lay* und *A. Keil*, *Aluminium* **19**, 749 (1937); *A. Beerwald* und *W. Seith*, *Z. El.* **44**, 814 (1938); *H. W. Greenwood*, *Light Metals* **1**, 317 (1938); *Falkenberg*, *Rev. Techn. Hispano Suiza* **1**, 5 (1938); *H. Moritz*, *Aluminium* **21**, 301 (1939); *Handforth*, *Whymper* und *Boulton*, *Metal Treatment* **5**, 3 (1939).

Die Betriebskontrolle bei der Aluminiumfabrikation verlangt in erster Linie die Bestimmung von Eisen und Silicium im Gehaltsbereich von etwa 0,03—0,5 %. Neben Eisen und Silicium enthält das anfallende Rohmetall auch andere Elemente, wie Kupfer, Titan usw. in Gehalten von gewöhnlich beträchtlich weniger als 0,1 %. Im allgemeinen begnügt man sich damit, neben der Bestimmung von Eisen und Silicium eine halbquantitative Prüfung auf Kupfer und eventuell auf Titan durchzuführen.

Die verbreitetste Anwendung hat bis jetzt zur Lösung der eben umrissenen Aufgabe die sog. „Neuhauser Methode“¹⁾ gefunden. Sie arbeitet gravimetrisch und volumetrisch und löst in glücklicher Weise die Forderungen nach Automatisierung der Operationen und Organisierung des Arbeitsablaufs durch geeignete Aufteilung in Arbeitsgänge. Seit 4 Jahrzehnten wird sie — durch prinzipiell nicht wesentliche Verbesserungen jeweils dem Stande der analytischen Technik angepasst — von den bedeutendsten Aluminiumproduzenten zur Kontrolle ihrer Reinaluminium-Produktion angewandt. Dass bis heute die Spektralanalyse zu der vorliegenden Aufgabe kaum herangezogen wurde, liegt zum grossen Teil an der Leistungsfähigkeit dieser hoch entwickelten chemischen Serienmethode.

Der folgende Abschnitt behandelt die Einzelheiten der spektralanalytischen Arbeitsweise, soweit sie für die Zuverlässigkeit und Genauigkeit der Analysenresultate von Bedeutung sind.

Methodik.

Durch geeignete Wahl der Anregungsbedingungen hat man die Möglichkeit, metallische Analysenproben direkt oder nach Überführung in den Lösungszustand zu spektrographieren. Die Lösungsanalyse²⁾ bietet den Vorteil, ähnlich wie die chemischen Verfahren Durchschnittsgehalte zu liefern. Ausserdem sind die zur Spektralanalyse nötigen Standards als Lösungen sehr einfach herzustellen. Andererseits verliert die Spektralanalyse in dieser Form viel an Schnelligkeit. Für unsern Zweck kam deshalb nur die direkte Analyse metallischer Proben in Frage. Die bewährte Anregung für diese Arbeitsweise bietet der kondensierte Funken. Zur Gewährleistung einer gleichmässigen und reproduzierbaren Funkenentladung wird zweckmässig mit einer sog. Steuerung — entweder nach *Feussner*³⁾

¹⁾ *Lunge-Berl*, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, 7. Aufl., II. Bd., S. 534.

²⁾ *W. Gerlach* und *E. Schweizer*, Die chemische Emissionsspektralanalyse, I. Teil, S. 34, Leipzig 1930; *H. Lundegårdh*, Die quantitative Spektralanalyse der Elemente, II. Teil S. 75, Jena 1934; *G. Scheibe* und *A. Rivas*, Z. angew. Ch. **49**, 443 (1936); *F. Rohner*, Helv. **20**, 1054 (1937); *R. Bauer*, Aluminium **22**, 9 (1940).

³⁾ *O. Feussner*, Z. techn. Physik **13**, 301 (1932).

oder nach *Scheibe*¹⁾ — gearbeitet. Wir entschieden uns für den Funkenerzeuger nach *Feussner*, den wir heute in Ausführungen von *E. Schiltknecht*, Zürich, bzw. *W. C. Heraeus*, Hanau, in unsern spektralanalytischen Laboratorien benützen. Wir arbeiten mit Spektrographen von *Hilger* und von *Zeiss* mit gleich gutem Erfolg. Um lange Beschreibungen zu umgehen, sei hier die Arbeitsweise mit allgemein bekannten Apparaten, einem Universal-Spektrographen von *Zeiss* mit Kamera 13×18 cm und einem Funkenerzeuger von *W. C. Heraeus*, beschrieben.

Die Auswahl der Aufnahmebedingungen und der zur Auswertung heranzuziehenden Analysenlinien wurde weitgehend beeinflusst durch die Notwendigkeit, den Untergrund der Spektrogramme in erträglichen Grenzen zu halten. Denn es muss bei der Spektralanalyse von Reinaluminium relativ stark exponiert werden, um trotz den niedrigen zu bestimmenden Gehalten zu auswertbaren Schwärzungen zu gelangen. Damit fällt aber notwendigerweise auch der Spektrenuntergrund relativ stark aus. Dessen Einfluss auf die resultierenden Schwärzungsdifferenzen muss deshalb durch geeignete Wahl der Aufnahmebedingungen und Analysenlinien hintan gehalten werden.

Die besten Erfolge erreichten wir bei folgender Einstellung des Funkenerzeugers: Transformatorstufe 4, volle Kapazität, volle Selbstinduktion. Stromstärke im Primärkreis durch in Serie geschalteten Regulierwiderstand auf 0,9 Amp.

Elektrodenform: Rundstäbchen von 4,5 mm \varnothing , flach abgedrehte Kuppe. Elektrodenabstand: 2 mm. Bestrahlung der Funkenstrecke mit der Quecksilberlampe. Spektrographen-Spaltbreite: 0,03 mm.

Vorfunklen der Elektroden: 60 Sekunden. Exponieren: 60 Sekunden. Plattensorte: Ilford Ordinary. Entwicklung mit Metol-Hydrochinon nach Zeit.

Als Analysenlinien benützen wir: Silicium 2881,6 Å, Eisen 2755,7Å, Kupfer 3247 Å; als Bezugslinie dient Aluminium 2669,2 Å, d. h. bei der Auswertung werden die Schwärzungsdifferenzen der oben gegebenen Analysenlinien gegen diese Aluminium-Bezugslinie gebildet. Sie ist die schwächste Aluminium-Linie in dem Bereich 2500—3500 Å und bei den in Reinaluminium vorliegenden Gehalten an Eisen und Silicium von gleicher Intensitätsgrößenordnung wie deren oben gegebene Analysenlinien.

Die Auswahl dieser Aufnahmebedingungen und Analysenlinien bildete das Resultat ausgedehnter Versuche über Reproduzierbarkeit und Empfindlichkeit verschiedener Schwärzungsdifferenzen bei variierten Aufnahmebedingungen. Nach einer klassischen Regel der Spektralanalyse müssen sich zur Gewährleistung einer befriedigenden Reproduzierbarkeit die Anregungszustände von Analysen- und

¹⁾ *G. Scheibe* und *A. Schöntag*, Arch. Eisenhüttenwes. **8**, 533 (1935).

Bezugslinie entsprechen. In Übereinstimmung mit andern Autoren fanden wir, dass man sich unter dem Zwang anderweitiger Beschränkungen in der Linienauswahl über diese klassische Auswahlregel hinwegsetzen kann. Die gewählten Silicium- und Kupfer-Linien gehören den Atomen, die Eisen- und Aluminium-Linien den Ionen an. Die relativ hohe Selbstinduktion im Funkenerzeuger und kleine Spaltbreite am Spektrographen bezwecken Hintanhaltung des Untergrundes.

Der Probenahme kommt bei der Spektralanalyse eine hohe Wichtigkeit zu. Um das zu verstehen, muss man sich vergegenwärtigen, dass nur Bruchteile von Milligrammen — die im Funken verdampfenden Anteile der Probeelektroden — tatsächlich analysiert werden. Diese verdampfenden Anteile sollen also für die chemische Zusammensetzung des gesamten Probematerials repräsentativ sein. Voraussetzung dazu ist weitgehende chemische und physikalische Homogenität der Probeelektroden. Es gilt also, Seigerungen, Grobkörnigkeit, Lunker, Risse usw. zu vermeiden. Wir giessen die Probeelektroden in der durch Figur 1 wiedergegebenen Eisenkokille. Giess-temperatur 700° C, Kokillentemperatur 300° C.

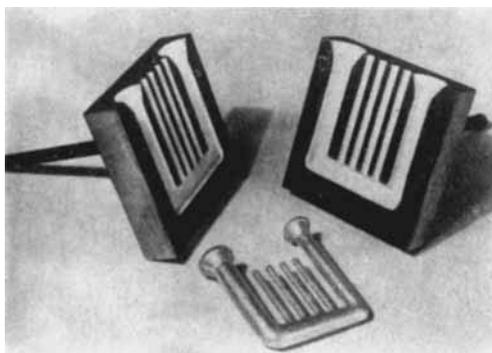


Fig. 1.

Zur Auswertung benützen wir das alte Spektrallinienphotometer sowie das neue Schnellphotometer (Figur 2) von *Zeiss*. Der grösste Vorteil des neuen Instruments besteht in seinem geringen Platzbedarf. Das Spiegelgalvanometer ist direkt an das Photometer angebaut.

Drei Standardproben werden auf jede Platte je zweimal aufgenommen und die Mittelwerte der entsprechenden Photometerablesungen dieser Standard-Spektrogramme gebildet. Zur Aufzeichnung der Eichkurven verwenden wir doppelt logarithmisch geteiltes Papier.

Zuverlässigkeit und Genauigkeit der spektralanalytischen Resultate.

Wir unterscheiden zwischen gewöhnlichem und hochprozentigem Rohmetall, wobei für das erstere die Reinheitsgrade 99,2—99,5%, für das letztere 99,5—99,9% gelten. Für hochprozentiges Metall wird eine Bestimmungsgenauigkeit von $\pm 0,01\%$ angestrebt, für gewöhnliches Rohmetall $\pm 0,02\%$. In Tabelle I sind für eine Serie gewöhnlicher Rohmetallproben spektrographische und chemische Bestimmungsergebnisse einander gegenübergestellt. Bei zwei Silicium- und zwei Eisen-Werten übersteigt die Differenz der spektrographischen und chemischen Analysenergebnisse eine Fehlertoleranz von $\pm 0,02\%$. Es muss aber beachtet werden, dass bei dieser Kontrolle die Fehler der beiden Bestimmungsmethoden sich im ungünstigen Fall addieren.

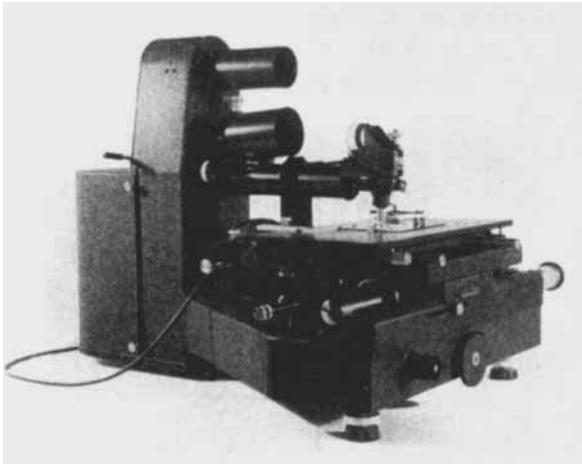


Fig. 2.

Eine zuverlässige Abschätzung der Genauigkeit ist natürlich an so kleinem Beobachtungsmaterial nicht möglich. Wir lassen deshalb eine Aufstellung folgen, die sich über mehrere hundert Spektralanalysen und chemische Kontrollbestimmungen erstreckt. An 1386 spektralanalytisch untersuchten Rohmetallmustern wurden stichprobenweise 335 Silicium-Bestimmungen und 599 Eisen-Bestimmungen chemisch nachgeprüft. Es entfielen davon 282 Silicium-Bestimmungen auf hochprozentiges und 53 Silicium-Bestimmungen auf gewöhnliches Metall; ebenso 494 Eisen-Bestimmungen auf hochprozentiges und 105 auf gewöhnliches Metall. Die sich ergebende

Fehlerverteilung findet sich in den Tabellen 2 und 3 zusammengestellt¹⁾. Tabelle 2 bezieht sich auf hochprozentiges Metall.

Tabelle 1.

Nr. der Probe	Silicium %		Eisen %		Kupfer %	
	spektrographisch	chemisch	spektrographisch	chemisch	spektrographisch	chemisch
1 A	0,27	0,28	0,65	0,57	0,01	< 0,02
1 B	0,26	0,25	0,44	0,42	0,01	< 0,02
1 C	0,27	0,27	0,45	0,45	0,01	< 0,02
2 A	0,26	0,25	0,43	0,44	0,01	< 0,02
2 B	0,24	0,25	0,41	0,41	0,005	< 0,02
2 C	0,22	0,25	0,39	0,43	0,005	< 0,02
3 A	0,24	0,25	0,43	0,44	0,005	< 0,02
3 B	0,23	0,22	0,39	0,39	0,005	< 0,02
3 C	0,26	0,27	0,40	0,42	0,005	< 0,02
4 A	0,24	0,28	0,41	0,41	0,005	< 0,02
4 B	0,27	0,27	0,39	0,40	0,005	< 0,02
4 C	0,24	0,25	0,38	0,38	0,005	< 0,02
5 A	0,23	0,25	0,40	0,42	0,005	< 0,02
5 B	0,21	0,23	0,34	0,35	0,005	< 0,02
5 C	0,23	0,24	0,39	0,41	0,005	< 0,02
6 A	0,24	0,23	0,39	0,38	0,005	< 0,02
6 B	0,25	0,24	0,38	0,38	0,005	< 0,02

Tabelle 2.

Differenzen	von 282	von 494
	Si-Bestimmungen	Fe-Bestimmungen
± 0,00 %	82	85
± 0,005%	140	170
± 0,010%	47	121
± 0,015%	8	56
± 0,02 %	4	34
> ± 0,02 %	1	28
≤ ± 0,01 %	269	376
> ± 0,01 %	12	118

Bei allen Differenzen $> \pm 0,01\%$ wurde die chemische Kontrollbestimmung durch Wiederholung mit spezieller Sorgfalt nachgeprüft, wobei sich die Grosszahl der die Toleranz überschreitenden Dif-

¹⁾ Diese Zusammenstellung verdanken wir Herrn Ing. *Winkler*, unter dessen Leitung die betreffenden Spektralanalysen und chemischen Kontrollanalysen ausgeführt wurden.

ferenzen beträchtlich reduzierte: Alle 13 Silicium-Differenzen $> 0,01\%$ reduzierten sich auf $\leq 0,01\%$. Von den 118 Eisen-Differenzen $> 0,01\%$ reduzierten sich 91 auf $\leq \pm 0,01\%$. Somit standen bei der spektralanalytischen Silicium-Bestimmung 0% , bei der Eisen-Bestimmung $5,5\%$ Toleranzüberschreitungen fest; in Anbetracht der Enge dieser nicht etwa absolut aufzufassenden Toleranz von $\pm 0,01\%$ ein sehr annehmbares Resultat.

Tabelle 3.

Differenzen	von 53 Si-Bestimmungen	von 105 Fe-Bestimmungen
0,00%	5	18
$\pm 0,005-0,01\%$	27	52
$\pm 0,015-0,02\%$	12	27
$> \pm 0,02\%$	9	8
$\leq \pm 0,02\%$	44	97
$> \pm 0,02\%$	9	8

Tabelle 3 bezieht sich auf Aluminium gewöhnlicher Reinheit. Durch Nachprüfung der chemischen Kontrollanalysen reduzierten sich alle 9 Silicium-Differenzen und 7 von den 8 Eisen-Differenzen auf $\leq 0,02\%$. Bei gewöhnlichem Metall waren somit 0% Silicium- und 1% Eisen-Toleranzüberschreitungen festgestellt.

Arbeits- und Zeitaufwand.

Nachdem die Methode so weit bereinigt und die Zuverlässigkeit der Analysenergebnisse gesichert war, bemühten wir uns um einige apparative Verbesserungen mit dem Ziel einer vorteilhafteren und rascheren Arbeitsweise bei der Aufnahme der Spektrogramme.

Das Format der benutzten Platten, 13×18 cm, erwies sich als überflüssig gross. Eine Platte von 12 cm Breite würde den Bereich $4000-2050 \text{ \AA}$ erfassen und wäre damit absolut ausreichend. Die Plattenhöhe von 13 cm lässt sich nicht zur Aufnahme einer entsprechend grossen Zahl von Spektrogrammen ausnützen, weil die gebräuchlichen Spektrallinien-Photometer Höhen-Verschiebungen des Plattenschlittens von höchstens 8 cm zulassen. Andererseits fasst bei entsprechender Begrenzung der Höhe der Spektrogramme auch eine Platte von 9 cm Höhe genügend viele Aufnahmen. Wir entschlossen uns deshalb, vom Format 13×18 cm auf 9×12 cm überzugehen und benützen nun die ursprüngliche 13×18 cm Kassette mit einer käuflichen Einlage. Der hier in Frage stehende *Zeiss*-Spektrograph wies aber nur Rasten für Vorschub des Plattenschlittens von 3 zu 3 mm auf. Eine entsprechende Änderung zur Ermöglichung eines millimeterweisen Vorschubs konnte leicht in unserer Werkstätte

vorgenommen werden. Es wurde ausserdem noch eine spezielle Keilblende zur Begrenzung der Spektrenhöhe auf 0,9 mm geschaffen, so dass wir jetzt für ein Spektrogramm samt zugehörigem Zwischenraum zur Abgrenzung gegen das nächstfolgende nur 1 mm der Plattenhöhe verbrauchen. Es gelingt so, unter Freilassung eines angemessenen Randes auf der 9×12 cm Platte maximal etwa 70 Spektrogramme unterzubringen. Die Spektrenhöhe von 0,9 mm reicht zur quantitativen Auswertung vollkommen, da die Spektrogramme beim Photometrieren auf optischem Wege 20—30fach vergrössert werden.

Die bisher gebräuchlichen Elektrodenhalter mit Schraubeklemmen machen das Auswechseln der Elektroden zu einer umständlichen und zeitraubenden Prozedur. Wir konstruierten uns deshalb neue Elektrodenhalter (Figur 3) mit Federklemmen, die sich durch einfachen Fingerdruck bedienen lassen. Es vereinfacht sich dadurch ausserdem die Einstellung des Elektrodenabstandes mit der üblichen Glaslehre. Bisher geschah diese durch Verstellung der Stativarme gegeneinander mit Hilfe eines Schraubentriebs. Wir legen die Lehre auf die untere Elektrode auf und lösen durch Fingerdruck die Federklemme des obern Halters. Dadurch fällt die obere Elektrode auf die Lehre und wird durch Loslassen der Federklemme in richtiger Lage fixiert.

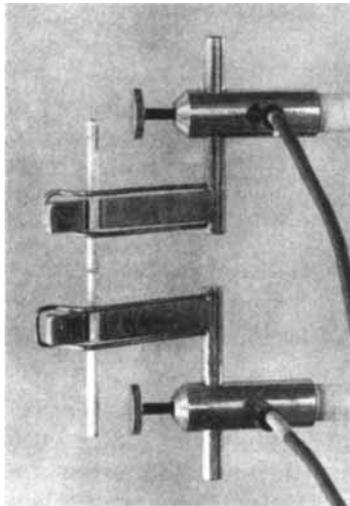


Fig. 3.

Unhaltbar im Sinne eines gut organisierten Arbeitsablaufes ist das übliche Vorgehen des zeitlich getrennten, diskontinuierlichen Vorfunkens und Abfunkens der Probeelektroden. Wir bauten uns deshalb einen speziellen Vorfunkgenerator und ein Wechselfunktativ, das ein neben dem Abfunken automatisch einhergehendes Vorfunkens der nächstfolgenden Probeelektroden erlaubt. Das zum

Patent angemeldete Wechselstativ samt zugehörigem Justiergerät (Figur 4) und Vorfunkgenerator wurden kürzlich ausführlich beschrieben¹⁾, so dass sich ein näheres Eingehen hier erübrigt. Mit diesem Wechselfunkenstativ benötigen wir für die Aufnahme einer Platte — 50 Analysenproben und 6 Standards — 65 Minuten. Bei diskontinuierlicher Arbeitsweise mit einfachem Funkenstativ ist dazu die doppelte Zeit nötig. Der Gesamtzeitaufwand für die Analyse einer 50 Proben umfassenden Serie stellt sich wie folgt:

Aufnahmeoperationen	65 Minuten
Entwickeln	5 ..
Fixieren	8 ..
Wässern	20 ..
Trocknen	12 ..
Auswertung	85 ..
Zeitaufwand für 50 Analysen	<u>195 Minuten</u>

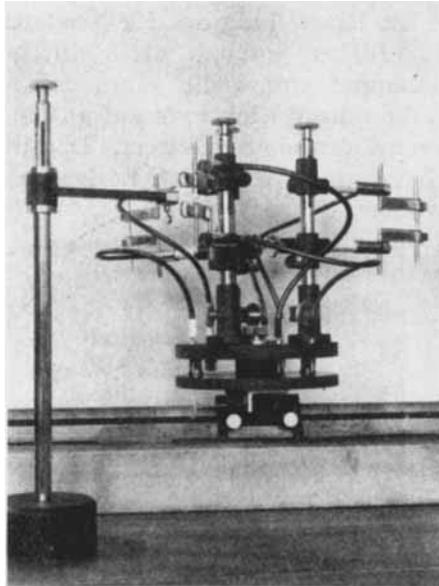


Fig. 4.

Dabei ist zu bemerken, dass von den 40 Minuten, die auf Fixieren, Wässern und Trocknen der Platte entfallen, nur 10 Minuten Arbeitszeit und die restlichen 30 Minuten anderweitig ausnützbare Wartezeit darstellen. Diese photographischen Operationen können auch, wo es auf äusserst schnelle Ermittlung der Resultate ankommt, erheblich beschleunigt werden, bis heute allerdings nicht ohne Beeinträchtigung der Genauigkeit. Nach *H. Kaiser* und *L. Müller*²⁾ sowie *H. B. Vincent* und *R. A. Sawyer*³⁾ soll es möglich sein, die photographischen Operationen in 3 bis 4 Minuten zu erledigen.

¹⁾ Spectrochim. acta, **1**, Heft 3 (1940) (im Druck).

²⁾ Zeiss-Nachr., 3. Folge, Heft 7 (1940).

³⁾ Metal Progress **36**, 35 (1939).

50 Reinaluminiumanalysen könnten auf diese Weise innert 2½ Stunden, 10 Analysen innert 40 Minuten durchgeführt werden. Es wäre dabei aber eine reduzierte Genauigkeit in Kauf zu nehmen, und die Platten müssten — zur nachherigen Aufbewahrung — nachgewässert werden. Wegen dieser Nachteile der photographischen Schnellverfahren sind wir bei der herkömmlichen Behandlung der Platten geblieben, um so mehr, als die damit erreichbare Schnelligkeit unsern Anforderungen genügt. Die Analysenergebnisse liegen 3¼ Stunden nach Anlieferung der abgedrehten Proben vor. Das Abdrehen der Probestäbchen, resp. Andrehen einer sauberen, ebenen Stirnfläche benötigt etwa gleich viel Zeit wie die entsprechende Vorbereitungsoperation bei der chemischen Methode: Zerspänen der Probemasse mit Hilfe eines Bohrers auf der Drehbank. Dieses Vorbereiten der Proben kann bei beiden Analysenmethoden durch einen besonderen Gehilfen vorzu besorgt werden, so dass es wohl bezüglich des Arbeitsnicht aber bezüglich des Zeitaufwandes in Rechnung gestellt werden muss. Mit der Neuhauser Betriebsmethode gelingt es wie mit der Spektralanalyse, die Resultate innert 3¼ Stunden zu ermitteln. In Hinsicht auf den Zeitaufwand sind sich also die beiden Methoden ebenbürtig.

Mit der Spektralanalyse ist es möglich, pro Apparatur und Arbeitstag (zu 8 Stunden) mit 5 Mann 300 Reinaluminium-Proben zu analysieren, einschliesslich Probenvorbereitung. Zur Bewältigung derselben Aufgabe mit der chemischen Betriebsmethode sind mindestens 9 Mann nötig. Hinsichtlich Arbeitsaufwand haben wir also ein Verhältnis von nahezu 2:1 zugunsten der Spektralanalyse. Noch deutlicher ist die Spektralanalyse im Vorteil hinsichtlich Materialbedarf. Der Aufwand für photographische Platten und Photochemikalien bei der Spektralanalyse verhält sich zum Aufwand für Chemikalien und Geschirr bei der chemischen Analyse etwa wie 1:20. Für die Gesamtkosten ist aber in erster Linie der Arbeitsaufwand massgebend. Ferner fällt ins Gewicht, dass die chemische Analyse rund doppelt so viel Laboratoriumsraum benötigt wie die Spektralanalyse.

Zusammenfassung.

Es wird eine an mehreren tausend Analysen erprobte Arbeitsweise zur spektralanalytischen Untersuchung von Reinaluminium auf Silicium, Eisen und Kupfer beschrieben. Die empfohlene Apparatur sichert einen besonders vorteilhaften Arbeitsablauf und ist dadurch speziell zur Untersuchung grosser Serien von Analysenproben geeignet. Die Vorteile der beschriebenen Methode gegenüber chemischen Methoden zur Reinaluminium-Analyse hinsichtlich Genauigkeit und Arbeitsaufwand werden belegt.

Neuhausen, Forschungslaboratorium der Aluminium-
Industrie A.G. 10. September 1940.