

Die mikrochemische Waage.

Die mikrochemische Waage, aus der Probierwaage von P. Bunge hervorgegangen¹⁾, ist von der gleichen Konstruktion wie die analytische Waage und unterscheidet sich von dieser nur durch die hohe Präzision der Arbeit und die wesentlich kleineren Ausmaße. Sie verträgt eine Maximalbelastung von 20 g und gestattet die Schätzung eines Tausendstelmilligrammes (= Mikrogramm = γ). In diesem Wägebereiche können alle Gegenstände (unabhängig von ihrer Form), die sich irgendwie legen, stellen oder hängen lassen, darauf gewogen werden. Durch die besondere Anordnung der Schneiden und durch die Starrheit der Waagebalkenkonstruktion zeigt sie sowohl im belasteten wie im unbelasteten Zustande die gleiche Empfindlichkeit.

Beschreibung der Waage. Die mikrochemische Waage besteht aus drei fixierten und drei beweglichen Teilen. Die drei fixierten Teile sind: die Tragsäule mit dem Querbalken, die Arretierungsvorrichtung und die Reiterverschiebung. Die drei beweglichen Teile sind: der Waagebalken, die Gehänge, welche den Waagebalken mit den Schalen verbinden, und die Waagschalen (Abb. 1). Der Waagebalken trägt drei geradlinige Schneiden, die in einer Ebene liegen und untereinander parallel sind. Die mittlere Schneide ist nach unten gerichtet und ruht auf dem in der Säulenkonstruktion befestigten Lager. Die beiden seitlichen Schneiden sind wesentlich kleiner und nach oben gerichtet; sie tragen die Gehänge und die Waagschalen.

Durch Gehänge und Waagschalen wird die Verbindung mit der Arretierungsvorrichtung hergestellt. Der geradlinige Balken *G* (Abb. 1) des Gehänges trägt auf der Unterseite das Lager *a*, mit welchem das Gehänge auf der seitlichen Schneide des Waagebalkens aufruht; gleichzeitig befindet sich rechts und links davon

¹⁾ Über die Geschichte der mikrochemischen Waage siehe: Fritz Pregl „Die quantitative organische Mikroanalyse“, 3. Aufl., S. 7 bis 9. Verlag J. Springer, Berlin 1930. Siehe ferner: E. Schwarz-Bergkampff, Z. anal. Ch. **69**, 322, 1926.

je ein kleines Zäpfchen *b* (Kontakte), welches auf das am Querbalken *B* befindliche runde Lager *b'* paßt. Ist die Waage in arretiertem Zustande, so ruhen die Gehänge und Schalen auf

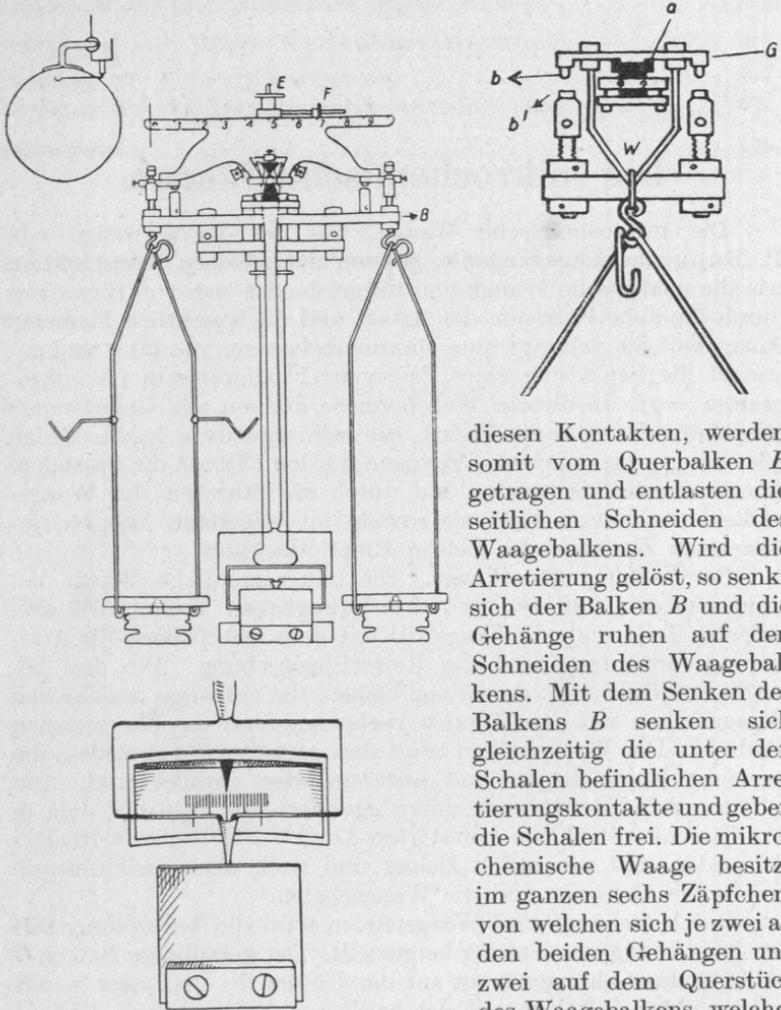


Abb. 1.

diesen Kontakten, werden somit vom Querbalken *B* getragen und entlasten die seitlichen Schneiden des Waagebalkens. Wird die Arretierung gelöst, so senkt sich der Balken *B* und die Gehänge ruhen auf den Schneiden des Waagebalkens. Mit dem Senken des Balkens *B* senken sich gleichzeitig die unter den Schalen befindlichen Arretierungskontakte und geben die Schalen frei. Die mikrochemische Waage besitzt im ganzen sechs Zäpfchen, von welchen sich je zwei an den beiden Gehängen und zwei auf dem Querstück des Waagebalkens, welches den Zeiger trägt, befinden. Die sechs dazugehörigen

runden Lager befinden sich alle auf dem Balken *B*.

Ermittlung des Gewichtes. Die Möglichkeit, mit Hilfe der mikrochemischen Waage das Gewicht eines Objektes auf ein

Tausendstel Milligramm genau zu bestimmen, ist durch folgende Einrichtung gegeben: der Waagebalken trägt auf seiner oberen Kante ein Reiterlineal, welches 100 mit größter Präzision ausgeführte Kerben besitzt. Die Kerben sind durch angesetzte Striche deutlich hervorgehoben und zum Teil mit Ziffern versehen. Die erste Kerbe links trägt die Ziffer 0, jede 10. Kerbe rechts davon ist fortlaufend numeriert; die letzte Kerbe rechts trägt die Ziffer 10. Zu diesem Reiterlineal gehört ein Reiter im Gewichte von 5 mg. Die Konstruktion der Waage ist so beschaffen, daß sich die Waage im Gleichgewicht befindet, wenn der Reiter ganz links auf der Kerbe 0 sitzt.

Ein Gebrauch der Waage ohne aufgesetzten Reiter ist daher unmöglich.

Wird der Reiter von der Kerbe 0 nach rechts verschoben, so ergibt sich daraus eine Belastung der rechten Waagschale (Gewichtsschale). Die Belastung beträgt für jede Kerbe 0,1 mg. Da hier 100 Kerben vorhanden sind, ist durch das Reiterlineal ein Wägebereich von 10 mg gegeben.

Die Ablesung der Milligramme und Zehntelmilligramme erfolgt daher direkt am Reiterlineal. Steht z. B. der Reiter auf der 7. Kerbe rechts von 0, so entspricht dies einem Gewicht von 0,7 mg; oder die Reiterstellung wäre 3 Kerben rechts von der Ziffer 8 (83. Kerbe), so wäre das Gewicht 8,3 mg.

Die Ablesung der Hundertstelmilligramme und Tausendstelmilligramme erfolgt auf der durch Hohlspiegel oder Lupe vergrößerten Skala (Abb. 1), welche die Schwingungen des Zeigers anzeigt. Die Skala weist rechts und links von der Mitte je 12 Striche auf, von welchen der 5. und der 10. etwas verlängert sind. Auf dieser Skala wird nicht, wie bei den Analysenwaagen, die nach der Schwingungsmethode errechnete Nullpunktsverlegung festgestellt, sondern es wird die Schwingungsweite des Zeigers rechts und links vom Mittelstrich gemessen und aus der Differenz der beiden Schwingungen der „Ausschlag“ bestimmt.

Die Größe dieses Ausschlages steht in einem exakten Verhältnis zum Reiterlineal. Wird der Reiter um eine Kerbe nach rechts verschoben, so ergibt sich ein Ausschlag des Zeigers von 10 Teilstrichen nach links; umgekehrt gibt eine Verschiebung des Reiters um eine Kerbe nach links einen Ausschlag um 10 Teilstriche nach rechts. Da die Verschiebung des Reiters um eine Kerbe einer Gewichtsänderung von 0,1 mg entspricht, so entspricht auch der Ausschlag des Zeigers um 10 Teilstriche nach rechts oder links einem Übergewicht der rechten oder linken Waagschale um 0,1 mg. Durch dieses Verhältnis zwischen Reiter-verschiebung und Zeigerausschlag ist die Wägungsmöglichkeit auf

Hundertstelmilligramme und Tausendstelmilligramme gegeben. Ein Ausschlag von 10 Teilstrichen entspricht 0,1 mg, ein Ausschlag von 1 Teilstrich 0,01 mg. Unterteilt man den Abstand zweier Skalenstriche in 10 Teile, so entspricht ein Zehntel dem Gewicht von 0,001 mg = 1 γ .

Die Hundertstelmilligramme werden sonach direkt durch den in ganzen Teilstrichen gemessenen Ausschlag ermittelt. Die Tausendstelmilligramme müssen zwischen zwei Teilstrichen der Skala geschätzt werden. Um dies zu vereinfachen, wird ein Tausendstelmilligramm, das ist ein Zehntel der Skalaeinheit, den Ablesungen zugrunde gelegt. Die einzelnen Striche der Skala rechts und links vom Mittelstrich bezeichnet man daher in der Reihenfolge mit 10, 20, 30 usw.; sie entsprechen direkt Tausendstelmilligrammen. Erreicht z. B. der Zeiger genau die Mitte zwischen 3. und 4. Teilstrich, so wird die Schwingung mit 35 abgelesen; erreicht er beinahe den 4. Teilstrich, so wäre die Schwingung 39 usw.

Da nun auf der linken Waagschale immer der zu wägende Gegenstand liegt, bezeichnet man den Ausschlag des Zeigers nach rechts als positiv, nach links als negativ. Ist der Ausschlag positiv, so wird er zur Ablesung am Reiterlineal addiert, ist der Ausschlag negativ, wird er davon subtrahiert. Ein Beispiel möge dies erläutern: Der Reiter sitzt auf der 3. Kerbe rechts von der Ziffer 6 des Reiterlineales (6,3 mg). Bei dieser Stellung würden die Schwingungen der Waage folgendermaßen abgelesen werden:

rechts	+ 55	+ 51	+ 47
links	— 31	— 27	— 23
Ausschlag =	+ 24	+ 24	+ 24

Das zu notierende Gewicht wäre somit 6,324 mg. Würden bei der gleichen Reiterstellung sich folgende Schwingungen ergeben:

rechts	+ 36	+ 33	+ 30
links	— 48	— 45	— 42
Ausschlag =	— 12	— 12	— 12

so wäre das Gewicht 6,288 mg.

Empfindlichkeit. Die im vorangehenden besprochene Übereinstimmung zwischen Reiterverschiebung und Zeigerausschlag wird als die Empfindlichkeit der Waage bezeichnet. Zeigt z. B. eine Waage bei einer bestimmten Reiterstellung einen Ausschlag von + 50 und ergibt nach Verschiebung des Reiters um eine

Kerbe nach rechts den Ausschlag $\rightarrow 50$, so ist ihre Empfindlichkeit genau 100 ($+ 50 - 100 = -50$). Bei Waagen, die längere Zeit in Gebrauch sind, beobachtet man, daß die Empfindlichkeit etwas nachläßt; die durch die Reiterverschiebung gemessenen, entgegengesetzten Ausschläge ergänzen sich zahlenmäßig auf 95 bis 99, z. B. $+ 47$ und $- 49$. Ein nennenswerter Fehler in der Wägung ist dadurch nicht gegeben. Nur wenn die Empfindlichkeit der Waage stärker sinken sollte, muß diese von einem Fachmann neu eingestellt werden.

Ermüdung. Außer der Empfindlichkeit ist die Ermüdung der Waage zu beachten. Unter Ermüdung der Waage versteht man die Abnahme der Schwingungsweite in den aufeinanderfolgenden Schwingungen des Zeigers. Bei gut funktionierenden Waagen ist die Ermüdung sehr gering und gleichmäßig; sie beträgt für zwei Schwingungen (von rechts nach links und zurück) durchschnittlich 3 bis 4 Zehntel des Skalenstrichabstandes. Zeigt eine Waage eine stärkere Abweichung, so liegt ein Fehler vor, welcher behoben werden muß, da sonst eine richtige Wägung nicht möglich ist (s. S. 15).

Bei Ermittlung des Zeigeraus-
schlages wird die normale Ermüdung
nicht berücksichtigt.

Tarawägung. Die auf der mikrochemischen Waage auszuführenden Wägungen sind ausschließlich Differenzwägungen, niemals absolute Gewichtsbestimmungen. Um Ungenauigkeiten auszuweichen, vermeidet man soweit als möglich die Gewichte und benützt vor allem bei Substanzeinwaagen nur den Reiter. Von den zur Verfügung stehenden Gewichten kommen nur das Zehnmilligrammgewicht, die beiden Zwanzigmilligrammgewichte und das Fünzfingmilligrammgewicht in Verwendung. Die zur Wägung gelangenden Apparate, von welchen die schwersten höchstens die halbe Maximalbelastung der Waage erreichen, werden zwecks Wägung austariert. Als Tara dient je nach der Größe des Apparates ein Stück Aluminiumdraht oder ein Fläschchen mit Bleischrot, wie aus Abb. 2 ersichtlich. Bei allen Wägungen steht auf der rechten Waagschale die dem Apparat entsprechende Tara.

Zur Herstellung der Tara geht man am besten folgendermaßen vor: Man legt den Apparat auf die linke Waagschale und das Tarafläschchen auf die rechte. Dann legt man neben das Tarafläschchen ein großes Bleischrot, löst ein wenig die Arretierung und überzeugt sich, daß der Apparat Übergewicht hat.

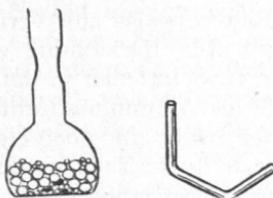


Abb. 2

Nun wird ein großes Bleischrot nach dem anderen in das Tarafläschchen geworfen, wobei man sich nach jeder Zugabe überzeugt, daß die Tara das Gewicht des Apparates noch nicht erreicht hat. Ergibt schließlich ein weiteres Schrot das Übergewicht der Tara, so nimmt man das neben dem Fläschchen liegende Schrot wieder weg. An seine Stelle gibt man jetzt ein ganz kleines Schrot (sog. Vogeldunst) neben das Tarafläschchen und setzt das Austarieren mit diesen kleinen Schroten fort. Erreicht man auch hier das Übergewicht der Tara, so nimmt man das Schrotkorn neben der Taraflasche wieder weg und versucht nun das Gleichgewicht zwischen Tara und Apparat mittels des Reiters herzustellen.

Ergibt sich im Gleichgewicht eine Reiterstellung ganz links, in unmittelbarer Nähe der Kerbe 0, so ist der Apparat richtig austariert. Steht der Reiter zuweit rechts, so gibt man nach und nach kleine Stückchen Stanniol in das Tarafläschchen, bis die gewünschte Einstellung erreicht ist. Bei dieser Einstellung der Tara hat man für die folgenden Wägungen immer den Großteil des Reiterlineales zur Verfügung.

Zur Herstellung einer Tara aus Draht für kleine Geräte, z. B. Schiffchen u. dgl., tariert man zuerst das Gerät mit einem Stück Aluminiumdraht auf einer Handwaage aus, bis schließlich der Draht nur noch ein kleines Übergewicht hat. Dann erst legt man beide Teile auf die mikrochemische Waage und feilt vom Draht so lange etwas ab, bis dieser höchstens um 1 bis 2 mg leichter ist als das Gerät.

Die Tarawägung bringt eine große Genauigkeit und Bequemlichkeit mit sich. Die Taren, welche immer im Waagengehäuse aufbewahrt werden, sind vor Staub geschützt und immer von gleicher Temperatur wie die Waage. Mit zwei Griffen wird Apparat und Tara auf die Waagschalen gestellt und man notiert nach erfolgter Wägung nur das Gewicht, um welches der Apparat schwerer ist als die Tara.

Arbeiten mehrere Personen an der mikrochemischen Waage, von welchen jede für Absorptionsapparate, Filterröhrchen, Wägegäser, Tiegel usw. ihre eigene Tara besitzt, so kommt es zu einer unerwünschten Ansammlung von Taragefäßen im Waagengehäuse. Es ist daher als ein erfreulicher Fortschritt zu bezeichnen, wenn Glasbläsereien, wie die Firma Paul Haack in Wien, versuchen, bei Erzeugung von Wäegeräten das Gewicht derselben zu berücksichtigen und diese so herstellen, daß für jedes Stück eines bestimmten Gerätes das Eingramm-, Zweigramm- oder Fünfgrammgewicht als Tara benützt werden kann.

Nullpunktslage. Die Wägungen auf der mikrochemischen

Waage können mit und ohne Berücksichtigung der Nullpunktslage durchgeführt werden. Unter der Nullpunktslage versteht man bei mikrochemischen Waagen die jeweilige *Gewichtsablesung*, bei welcher sich die *unbelastete Waage* im Gleichgewicht befindet. Zeigt z. B. die unbelastete Waage bei der Reiterstellung: erste Kerbe rechts von Null (0,1 mg) einen Ausschlag von -27 , so wäre die Nullpunktslage 0,073 mg, welcher Wert direkt als Gewichtsangabe gerechnet werden kann. Die eigentliche Nullpunktslage besteht sonach dann, wenn die Waage in unbelastetem Zustande bei einer Reiterstellung auf Kerbe 0 keine Differenzen in den Zeigerschwingungen aufweist, somit der Ausschlag gleich 0 ist. Da sich die Nullpunktslage durch Temperaturunterschiede bald verändert, hat es keinen Zweck eine mikrochemische Waage genau auf den Nullpunkt einzustellen; man begnügt sich, dem Nullpunkt bis auf einen Ausschlag von 2 bis 4 Skalenstrichen nahe zu kommen. Eine Abweichung größer als 0,1 mg soll man nicht zulassen (s. S. 15).

Bei allen Substanzeinwaagen, welche innerhalb von 10 Minuten beendet werden, braucht man die Nullpunktslage nicht zu berücksichtigen, da in dieser kurzen Zeit eine Verschiebung nicht in Frage kommt. Auch bei der Wägung von Absorptionsapparaten (Bestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff), welche innerhalb von 45 Minuten wieder gewogen werden, ist die Bestimmung des Nullpunktes in der Regel nicht erforderlich. Liegt jedoch zwischen der ersten und zweiten Wägung eines Apparates eine größere Zeitspanne, z. B. mehrere Stunden, so muß der Nullpunkt berücksichtigt werden. Man bestimmt die Nullpunktslage vor jeder Wägung und vergleicht die Gewichte. Ist die Nullpunktslage vor der zweiten Wägung des Apparates verschoben, so muß die Differenz gegenüber der früheren Nullpunktslage errechnet und in das Ergebnis der zweiten Wägung des Apparates einbezogen werden. Bei erhöhter Nullpunktslage wird die Differenz vom Gewicht des Apparates (zweite Wägung) subtrahiert, bei erniedrigter Nullpunktslage zum Gewicht des Apparates addiert.

Durchführung der Wägung.

Bei der Durchführung der Wägung ist in erster Linie zu berücksichtigen, daß eine geringfügige Erwärmung der Waage eine Verschiebung der Nullpunktslage herbeiführt, somit das gleichmäßige Schwingen der Waage und damit die richtige Bestimmung des Ausschlages beeinträchtigt. Aus diesem Umstande ergeben sich folgende Bedingungen für die Wägung:

1. Ist die Waage längere Zeit geschlossen gestanden, so muß

sie vor der Wägung gelüftet werden, damit sich die Temperatur der Waage mit der Temperatur des Wägeraumes ausgleichen kann. Um diesen, von F. Pregl als „Klimaausgleich“ bezeichneten Vorgang zu erfüllen, läßt man die Waage 5 bis 15 Minuten lang geöffnet stehen, ehe mit der Wägung begonnen wird.

2. Beim Arbeiten an der Waage vermeidet man soweit als möglich mit der Hand lange in der Waage zu verbleiben. Das Auflegen der Gewichte, Tarafläschchen und Schiffchen erfolgt mit Hilfe der Pinzette (Elfenbeinpinzette), das Auflegen von Wägeröhrchen u. dgl. mit Ausnahme der Absorptionsapparate und Filterröhrchen kann mit der Hand ausgeführt werden, eventuell unter Zuhilfenahme von Rehleder.

Gebrauch der Kornzange. Seit mehr als zwei Jahren benutzen wir zum Auflegen von Wäegeräten eine Kornzange, wie sie in Abb. 3 wiedergegeben ist und die zu einem unentbehrlichen Gerät am Wägetisch wurde. Die Zange ist vorne mit einem tadel-

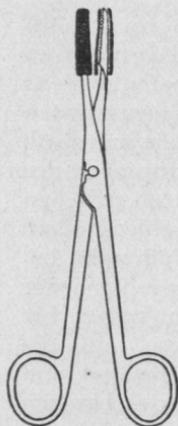


Abb. 3.

losen, glatten Gummischlauchstück überzogen und eignet sich so für die verschiedenartigsten Handhabungen. Zunächst kann damit jeder beliebige Gegenstand angefaßt und auf die Waage gelegt oder von der Waage genommen werden, ohne daß die Hand in das Waagengehäuse kommt. Daraus ergibt sich der Vorteil, daß man schon beim erstmaligen Lösen der Arretierung richtige Schwingungen bzw. den richtigen Ausschlag erhält (Zeitersparnis). Da alle Arbeiten auf der linken Seite der Waage mit der linken Hand ausgeführt werden müssen, (um ein Anstoßen an Zeiger, Schalen u. dgl. zu vermeiden), faßt man die Zange mit den Fingern der linken Hand in horizontaler Lage. Hat jemand eine unruhige Hand, so kann er die Zange auf den Zeigefinger der rechten Hand aufstützen und so das Gerät vollkommen ruhig und bequem auf

die Waagschale legen bzw. von ihr nehmen.

Die Zange dient ferner als eine Universal-Stativklemme für alle Arbeiten vor der Waage. Man legt die Zange flach auf das Schreibheft, klemmt das jeweilige Wäegerät in horizontaler, schräger oder vertikaler Lage ein, wie es für die Arbeit gerade am bequemsten ist und hat beide Hände vollkommen frei. Auf diese Weise wird das Arbeiten ungemein erleichtert und unliebsame Zwischenfälle, wie Umkippen von Wägeröhrchen usw., können nicht vorkommen. Schließlich ermöglicht die Zange durch Zuhilfenahme von Pinzette oder Spatel das Angreifen der

Wägegeräte vollkommen zu vermeiden; auch das Reinigen derselben durch Auswischen mit Wattebauschen kann ohne Angreifen durchgeführt werden.

Schutz gegen mechanische Beschädigung. Wie früher erwähnt, dürfen, um ein Anstoßen an die Waage zu vermeiden, sämtliche Arbeiten auf der *linken Seite der Waage nur mit der linken Hand*, sämtliche Arbeiten auf der *rechten Seite der Waage nur mit der rechten Hand durchgeführt werden*. Eine Ausnahme bildet das Auflegen von Absorptionsapparaten und Filterröhrchen, welches an späterer Stelle beschrieben wird.

Bei jeder wie immer gearteten Tätigkeit an der Waage muß die Arretierung geschlossen sein.

Das Öffnen der Arretierung geschieht langsam, damit die Waage ruhig zu schwingen beginnt. Merkt man, daß eine Waagschale starkes Übergewicht hat, drückt man den Hebel zurück, ohne die Arretierung vollkommen gelöst zu haben. Beim Schließen der Arretierung wartet man ab, bis der Zeiger gegen die Mitte der Skala schwingt.

Richtige Wägung. Für die richtige Bestimmung des Gewichtes sind folgende Punkte zu beachten:

Nach jeder Verschiebung des Reiters gibt man diesem einen leichten, seitlichen Stoß, damit er sich bis auf den tiefsten Punkt der Kerbe einreitet.

Bei der Ablesung der Schwingungen ist zu berücksichtigen, daß die Ermüdung der Waage (siehe vorher) nicht an allen Stellen der Skala gleich ist. *Der günstigste Ablesungsbereich liegt zwischen dem 2. und 6. Skalenstrich (20 bis 60 Einheiten); nur wenn der Ausschlag sehr groß ist, beginnt man mit der Ablesung schon beim 8. Skalenstrich.*

Der Ausschlag darf nicht größer als 50 Einheiten sein. Überschreitet er dieses Ausmaß, rückt man mit dem Reiter auf die benachbarte Kerbe und nimmt den entgegengesetzten kleineren Ausschlag als richtige Gewichtsangabe.

Sollte der Ausschlag genau 50 betragen oder etwas weniger, so empfiehlt es sich ebenfalls, den Reiter um eine Kerbe zu verschieben und den entgegengesetzten Ausschlag festzustellen. Da nicht jede Mikrowaage genau die Empfindlichkeit von 100 aufweist, ergeben sich hier meist Abweichungen; z. B. + 49 und — 47. In solchen Fällen nimmt man immer den zahlenmäßig kleineren Ausschlag als den richtigen an.

Schätzung der Tausendstel. Die Abschätzung der Tausendstelmilligramme bereitet dem Anfänger gelegentlich Schwierigkeiten, da er fürchtet in der kurzen Zeit des Schwingungsruehpunktes nicht rasch genug schätzen zu können und er daher schon während

des Schwingens mitzählt. Ein bewährter Ratschlag sei hier wiedergegeben: Zur Erleichterung der Abschätzung beachte man, daß eine Reihe von Einheiten keiner schwierigen Schätzung bedarf, sondern sich von selbst ergibt. So gelingt die Ablesung der Einheit 5 ganz von selbst, da man ohne jede Übung leicht entscheidet, ob der Zeiger genau die Mitte zwischen zwei Skalenstrichen erreicht hat oder nicht. Merkt man, daß es nicht genau die Mitte war, so hat man die Einheiten 4 bzw. 6. Die gedachte Mittellinie ergibt somit von selbst die richtige Ablesung der Einheiten 5, 4 und 6.

Ebenso leicht ist die Ablesung in unmittelbarer Nähe eines Skalenstriches. Erreicht der Zeiger beinahe einen Skalenstrich, ohne sich mit diesem vollkommen zu decken, so sind die Ablesungen 1 bzw. 9 gegeben. Ist die geringe Abweichung vom Skalenstrich etwas deutlicher, so hat man die Ablesungen 2 bzw. 8. Am schwierigsten ist die richtige Schätzung der Einheiten 3 und 7; diese erlernt man jedoch rasch, sobald man sich an die Ablesung der anderen Einheiten gewöhnt hat.

Ablesen und Rechnen. Beim Ablesen der Schwingungen ist es von Nachteil, mit dem Kopf ständig in unmittelbarer Nähe des Fensters zu verbleiben. Durch die Körperwärme und das Atmen können Nullpunktverschiebungen hervorgerufen werden. Man sitzt daher aufrecht vor der Waage, verfolgt die Schwingung des Zeigers, zählt eventuell die Skalenstriche mit und erst, wenn sich die Schwingung verlangsamt, neigt man sich für einige Augenblicke etwas vor, um bei der Ablesung scharf zu sehen.

Das Errechnen des Ausschlages im Kopfe (Subtraktion der Schwingungen rechts und links) während der Ablesung ist nicht ratsam. Prof. Pregl, welcher dies ursprünglich empfohlen hat, ist später selbst davon abgekommen (private Mitteilung). Durch das Mitrechnen leidet die objektive Bestimmung des Ausschlages. Es ist erstens eine überflüssige Ablenkung von der genauen Ablesung der Schwingungen, zweitens wird man durch das Rechnen beeinflußt. So liest man z. B. bei der ersten Schwingung rechts + 60, links — 40 ab und errechnet im Kopfe den Ausschlag + 20. Beginnt die nächste Schwingung nun rechts mit + 57, so liest man unwillkürlich links — 37 ab, indes der Zeiger vielleicht tatsächlich — 36 oder — 38 anzeigt.

Die Ablesung der Schwingungen beginnt man immer rechts (positiver Ausschlag) und notiert die Ablesung mit einem Pluszeichen; die folgende Ablesung links schreibt man darunter mit einem Minuszeichen. Nach 2 bis 3 ganzen Schwingungen errechnet man die Differenz (Ausschlag) auf dem Papier. Man ersieht dann sofort, ob der Ausschlag konstant ist oder ständig

zu- bzw. abnimmt. Im letzterem Falle muß die Ablesung wiederholt werden.

Verwendung der Gewichte. Wie früher erwähnt, werden alle Substanzeinwaagen soweit sie innerhalb von 10 mg liegen, nur mit dem Reiter durchgeführt. Bei der Wägung der Absorptionsapparate für Kohlendioxyd und Wasser, der Filterröhrchen und Mikrotiegel, welche fortlaufend an Gewicht zunehmen, verbleibt man bei der ursprünglich gewählten Tara und bedient sich dann der Gewichte. Von den Gewichten macht man nur bis zu einer maximalen Zunahme von 100 mg Gebrauch. Wird der Apparat über dieses Gewicht hinaus noch weiter verwendet, so stellt man sich eine neue Tara her und beginnt wieder von vorne. Es kommen sonach nur das Fünzigmilligrammgewicht, die beiden Zwanzigmilligrammgewichte und das Zehnmilligrammgewicht in Verwendung.

Die Gewichte müssen öfters auf ihre Übereinstimmung mit der Reiterstellung geprüft werden. Man legt das Zehnmilligrammgewicht auf die linke Waagschale, stellt den Reiter auf die Kerbe 10 und beobachtet den Ausschlag. Bei Prüfung der anderen Gewichte, legt man diese auf die linke Waagschale und gibt auf die rechte Waagschale das Zehnmilligrammgewicht bzw. die beiden Zwanzigmilligrammgewichte. In diesen Fällen handelt es sich *um absolute Wägungen, die Nullpunktslage der Waage muß daher eingerechnet werden.*

Läßt sich bei wiederholter Überprüfung der Gewichte gegenüber der Reiterstellung eine Differenz nachweisen, so kann das Gewicht, falls es zu schwer ist, durch Abspülen mit Alkohol und Wasser oder vorsichtiges Polieren auf Samt, wieder in Übereinstimmung mit dem Reiter gebracht werden. Ist das Gewicht zu leicht, so ersetzt man es am besten durch ein neues. Die Gewichte werden in einem flachen Schälchen auf Samtunterlage im Waagegehäuse aufbewahrt.

Im allgemeinen werden die Gewichte nur bei der Wägung von Absorptionsapparaten und Filterröhrchen verwendet. Weil diese Glasapparate infolge ihrer großen Oberfläche nur mit einer Genauigkeit von höchstens 0,005 mg gewogen werden können, spielen Abweichungen der Gewichte um einige Tausendstel-milligramme keine Rolle. Wägefehler in dieser Größenordnung kommen auch durch kleine Abweichungen in der Empfindlichkeit der Waage, durch Ablesefehler bei der Zeigerschwingung und durch geringste Nullpunktschwankungen während der Wägung zustande. Das Resultat einer analytischen Bestimmung wird durch diese Fehler nur um wenige Hundertstelprozente be-

einflußt, welche in die für jede Bestimmung jeweils festgesetzte Fehlergrenze (meist 0,2 bis 0,3%) mit inbegriffen sind.

Kommt es zufällig unter diesen kleinsten, vernachlässigten Fehlerquellen zu einer gegenseitigen Kompensation, so wird das Analysenergebnis theoretisch. Für die Beurteilung einer mikroanalytischen Bestimmung ist daher nur die regelmäßig innerhalb eines Bereiches (Fehlergrenze) reproduzierbare Genauigkeit und nicht ein zufälliges theoretisches Ergebnis maßgebend.

Aufstellung und Behandlung der Waage.

Für die Aufstellung der mikrochemischen Waage gilt im allgemeinen dasselbe, was für die Aufstellung einer analytischen Waage gilt. Sie muß auf einem erschütterungsfreien Tisch zu stehen kommen und vor Zugluft und Wärmestrahlungen geschützt sein.

Wägezimmer. Als Wägezimmer ist am vorteilhaftesten ein nach Norden gelegener Raum, womöglich mit Doppelfenster (Zugluft); es kann natürlich jeder andere Raum ebenso Verwendung finden, wenn die Waage vor direkter Sonnenbestrahlung durch Vorhänge geschützt wird. Vibrierende Maschinen, große Motore für Ventilationszwecke u. dgl. dürfen sich nicht in unmittelbarer Nachbarschaft des Wägezimmers befinden. Säuredämpfe müssen dem Raume ferngehalten werden.

Ist das Wägezimmer groß genug, um gleichzeitig die mikroanalytischen Apparaturen aufstellen zu können, so ist dies ein Vorteil. Apparaturen, wie z. B. die Mikro-Kjeldhalbestimmung (Kochen von konzentrierter Schwefelsäure, Wasserdampfdestillation), desgleichen Mikro-Carius (Schießofen), dürfen nicht im Wägezimmer aufgestellt werden.

Im Winter muß der Raum heizbar sein, damit sich nicht Feuchtigkeit ansammelt. Ist die Luft im Wägezimmer zu trocken, wie dies bei Zentralheizungen der Fall ist, stellt man eine flache Schale mit Wasser auf. Das Einlassen des Bodens mit Stauböl ist sehr zu empfehlen.

Wägetisch. Der Wägetisch kann aus Holz oder Stein sein, wesentlich ist, daß er in einer feststehenden Wand auf Eisenträgern erschütterungsfrei montiert ist. Zwischen Eisenträgern und Tischplatte kann, um einen weiteren Schutz gegen Erschütterungen zu erzielen, Bleiblech oder eine Filzplatte gelegt werden. Der Wägetisch soll 60 bis 70 cm breit sein, damit vor der Waage bequem Platz zum Arbeiten ist.

Die Heizanlage soll sich auf der dem Wägetisch gegenüber-

liegenden Wand des Zimmers befinden. Ist dies nicht der Fall, so schützt man die Waage durch einen größeren Metall- oder Holzschirm vor direkter Wärmestrahlung. Schließlich ist darauf zu achten, daß nicht in der Wand, vor welcher die Waage steht, ein Heizrohr läuft, welches die Waage direkter Wärmestrahlung aussetzt.

Aufstellen der Waage. Die mikrochemischen Waagen werden von den Fabriken in fachmännischer Verpackung geliefert. Die beigelegten Vorschriften über das Auspacken und Aufstellen der Waage sind genau zu beachten. In der Regel befindet sich im Waagengehäuse ein Holzgerüst, welches an der Tragsäule festgebunden ist. In diesem Holzeinsatz sind die beweglichen Teile der Waage, wie Waagebalken, Gehänge und Schalen, durch Korkstücke und kleine Riegel befestigt. Man merkt sich genau die Art der Verpackung, legt eventuell eine kleine Skizze davon an und bewahrt sowohl die Kiste als auch den Holzeinsatz auf, um im Falle einer notwendigen Reparatur die Waage wieder einwandfrei verpacken zu können.

Die Aufstellung der Waage auf dem Tische erfolgt so, daß die Waage nur 10 bis 15 cm von der Wand entfernt ist. Dadurch ergibt sich erstens ein Schutz gegen mechanische Beschädigungen, da ein Anstoßen an die Waage vermieden wird, zweitens ein Wärmeschutz, da Körperwärme und Atemluft ferngehalten werden und schließlich bleibt reichlich Raum für das Arbeiten vor der Waage.

Ist die Tischplatte sehr glatt, so legt man unter die Metallscheiben, auf welchen die Waage ruht, kleine Plättchen Karton oder Gummi, damit die Waage nicht gleiten kann. Das Waagengehäuse, die Grundplatte, die Tragsäule mit Querbalken, die Skala mit Spiegel oder Lupe werden der Reihe nach mit einem faserfreien Tuch oder Rehlederlappen geputzt. Alle Stellen, welche mit dem Lappen nicht erreicht werden können, werden abgepinselt. *Das Lager für die mittlere Schneide des Waagebalkens darf nur mit einem reinen, glatten Rehlederlappen vorsichtig abgewischt werden.* Man legt am besten das Rehleder über einen Mikrospatel oder eine Pinzette (etwas spannend) und wischt mit der flachen Seite.

Die auf dem Tragbalken B befindlichen 6 Lager (b') der Kontakte müssen besonders vorsichtig und peinlich sauber gereinigt werden. Zu diesem Zwecke bedient man sich eines dünneren, frisch gewaschenen und getrockneten Rehlederlappens. Dieser wird über einen *kleinen Stiel mit stumpfer Spitze* gelegt (z. B. ein zugespitztes Stück Holz oder die runde Metallspitze eines Füllbleistiftes u. dgl.) und nun bei etwas gespanntem Rehleder die

Spitze in das Lager eingesetzt und dieses durch drehende Bewegung ausgewischt. Diesen Vorgang wiederholt man bei jedem Lager zwei- bis dreimal, wobei man immer eine andere Stelle des Rehleders wählt.

Ehe mit dem Einsetzen des Waagebalkens begonnen wird, bringt man die Waage durch Verstellung der Schrauben in horizontale Lage. Dies kann mit Hilfe des angebrachten Lotes durchgeführt werden, wesentlich besser und genauer ist jedoch das Einstellen mit einer Libelle oder Wasserwaage. Die Horizontaleinstellung der Waage ist sorgfältig durchzuführen.

Das Zusammenstellen der Waage beginnt man mit dem Aufsetzen des Reiters auf den Haken der Reiterverschiebung (Pinzette). Der Reiter wird vorher abgepinselt. Das Angreifen von Waagebalken, Gehängen und Schalen geschieht nur mit Rehleder, nicht mit der ungeschützten Hand. Sehr praktisch ist die Verwendung je eines Fingerlinges aus Rehleder für Daumen und Zeigefinger.

Vor dem Einsetzen des Waagebalkens werden Reiterlineal, Zeiger und die seitliche Schraube abgepinselt. Die mittlere Schneide und die zu ihren beiden Seiten liegenden Kontakte, desgleichen die beiden seitlichen Schneiden werden säuberlichst mit Rehleder gereinigt (dünnes Rehleder über Mikrospatel oder Pinzette gelegt). Beim Auflegen des Waagebalkens auf den Tisch kommt dieser auf das Reiterlineal und die zur Regulierung der Empfindlichkeit dienende Schraube *E* zu liegen; der Zeiger liegt frei nach oben.

Das Einsetzen des Waagebalkens, der Gehänge und Schalen erfolgt bei geschlossener Arretierung der Waage. Man faßt den Waagebalken am besten an der oberen Hälfte des Zeigers und setzt ihn behutsam mit den beiden Kontakten auf die entsprechenden Lager am Balken *B*, wobei man peinlich darauf achtet, daß man mit der Zeigerspitze nirgends anstößt.

Die Gehänge rechts und links sind nicht ganz gleich, müssen daher genau nach der Vorschrift der Fabrik auf die richtige Seite gesetzt werden. Bei den Kuhlmann-Waagen ist das rechte Gehänge mit zwei, das linke mit einem Punkt gekennzeichnet. Auch die beiden, auf einem Gehänge befindlichen Kontakte sind nicht gleich. Die mit Punkten markierte Seite muß nach vorne gerichtet sein. Die auf den Gehängen befindlichen Kontakte, desgleichen das Lager für die seitlichen Schneiden des Waagebalkens (Balken *G*, *a*, Abb. 1) müssen mit Rehleder peinlichst genau gereinigt werden. Das Anfassen des Gehänges erfolgt niemals beim Balken *G*, sondern immer am Winkelstück *W* (Abb. 1), welches man zwischen Daumen und Zeigefinger klemmt. Nachdem die Ge-

hänge mit den Kontakten auf die entsprechenden Lager am Balken *B* gesetzt sind, hängt man die Schalen ein; die mit Haken versehene Schale kommt links.

Die zusammengesetzte Waage läßt man mindestens eine Stunde lang stehen, damit sich die durch das Arbeiten im Waagengehäuse und das Angreifen der Bestandteile ergebende Nullpunktschwankung wieder ausgleicht. Dann setzt man den Reiter auf die Kerbe 0 und löst die Arretierung. Ist der Ausschlag nur wenige Skalenstriche rechts oder links, beläßt man die Waage wie sie ist. Zeigt sich eine größere Schwingungsdifferenz, so reguliert man den Nullpunkt vorsichtig mit Hilfe der Flügelschraube *F* (Abb. 1). Eine kleine, mit Hilfe der Pinzette ausgeführte Drehung der Flügelschraube im Sinne des Uhrzeigers (von der rechten Seite der Waage aus gesehen) bewirkt eine Nullpunktverschiebung nach links und umgekehrt.

Instandhaltung der Waage. Von den bei mikrochemischen Waagen auftretenden Störungen ist die häufigste das Kleben. Beim Öffnen der Arretierung¹⁾ löst sich der Zeiger nicht ab, sondern wird nach einer Seite hin mitgezogen. Die Ursache hierfür liegt im Kleben der Kontakte in den Gehängen, die sich beim Lösen der Arretierung (Senken des Balkens *B*) nicht abheben. Zur Abhilfe wird die Waage auseinandergenommen und alle Teile, speziell die Kontakte säuberlichst gereinigt. Zweckmäßig zieht man das Fenster ganz heraus und legt es auf die Waage. Die einzelnen Teile werden nun der Reihe nach abgenommen und auf das Gehäuse gestellt. Die Reinigung erfolgt so, wie sie früher bei der Aufstellung der Waage beschrieben wurde. Bei guter Arbeit läßt sich das Kleben der Waage beheben; gelingt dies nicht oder nur teilweise, muß das Reinigen der Kontakte wiederholt werden.

Zu einem Kleben der Kontakte kann es auch kommen, wenn die Zimmerluft zu feucht ist (schlecht geheiztes Wägzimmer).

Eine andere Störung kommt durch die rasche Ermüdung der Waage zum Ausdruck (s. S. 5). Die Ursache kann liegen: 1. in Verunreinigungen der Schneiden, 2. in kleinen Fasern, welche sich an der Zeigerspitze ansetzen und auf der Skala streifen, 3. in einer verbogenen Zeigerspitze, 4. in falschem Einsetzen der Gehänge. Die beiden ersten Ursachen können wie das Kleben der Kontakte durch gründliche Reinigung behoben werden. Eine

¹⁾ Die Arretierung muß sich leicht und lautlos öffnen lassen; andernfalls ist die unter der Grundplatte liegende Welle bei den Lagern mit einer Feder schwach zu ölen.

verbogene Zeigerspitze läßt sich bei sorgsamer Arbeit mit Hilfe der Pinzette wieder in Ordnung bringen.

Trifft keine dieser vier Ursachen zu, so liegt der Fehler in der Schneide, z. B. durch Aufschlagen der Schneide auf das Lager infolge eines Stoßes. In diesem Falle muß die Waage durch einen Fachmann oder durch die Fabrik repariert werden.

Zeigt eine Waage eine stark verminderte Empfindlichkeit, so läßt man ihre Einregulierung ebenfalls nur durch einen Fachmann oder die Fabrik durchführen. Die Regulierung erfolgt durch Verstellen der zwei gegeneinander gezogenen Schrauben *E*.

Im allgemeinen halten die mikrochemischen Waagen ein größeres Maß an Beanspruchung aus als man ihnen infolge ihrer feinen Konstruktion zumuten würde. Bei älteren Modellen, welche noch kein Gegengewicht für das Fenster haben, sondern eine seitlich angebrachte Feder, ist das Anbringen eines einfachen Gegenzuges an der Außenseite der Waage sehr zu empfehlen. Beschädigungen der Waage infolge Herabfallen des Fensters sind sehr häufig.

Mikrochemische Waagen können durch die Firmen W. H. F. Kuhlmann in Hamburg, P. Bunge in Hamburg, Satoriuswerke A. G. in Göttingen, Starke und Kammerer A. G. in Wien bezogen werden. Im Handel werden auch mikrochemische Waagen ohne Fabrikmarke vertrieben. Ein Ankauf solcher Waagen ist im eigensten Interesse prinzipiell abzulehnen.

Die quantitative Bestimmung des Kohlenstoffes und Wasserstoffes.

Die quantitative mikroanalytische Bestimmung des Kohlenstoffes und Wasserstoffes wurde nach dem Vorbild der makroanalytischen Methoden von J. Liebig und M. Dennstedt geschaffen. Die gewogene Substanz wird im Sauerstoffstrome verbrannt, die Verbrennungsgase über glühendes Kupferoxyd geleitet, das gebildete Wasser und die gebildete Kohlensäure in gewogenen Absorptionsapparaten, welche mit Chlorcalcium bzw. Natronkalk beschickt sind, aufgefangen. Zur Zurückhaltung saurer Verbrennungsgase (Stickstoff-, Halogen- und Schwefelverbindungen) dient Bleidioxyd. Die erste Mikro-Kohlenstoff-Wasserstoffbestimmung wurde von F. Pregl geschaffen; ihre Besonderheiten und Abweichungen gegenüber den makroanalytischen Methoden seien nachstehend besprochen.