

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-

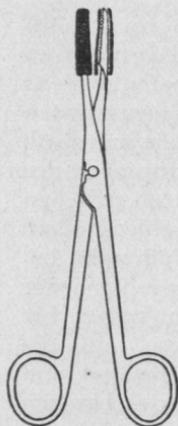


Abb. 3.

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 Zeigerschwungung 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-