

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 Wägemzimmer).

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.