

Ueber die Verwendung von Schnellwaagen im mikroanalytischen Laboratorium.

Eines der wichtigsten Geräte jedes mikroanalytischen Laboratoriums ist zweifelsohne die Waage. Es gehört mit zu den grossen Verdiensten Pregls, des Begründers der organischen Mikroanalyse, dass er vor rund 50 Jahren einer bekannten Waagenbaufirma die Anregung gab, durch Verfeinerung der Konstruktion Waagen zu bauen, die es gestatten, Gramm-Mengen mit einer Genauigkeit von Mikrogrammen zu wiegen. Erst war die Möglichkeit gegeben, analytische Methoden zu entwickeln, die nur einige Milligramme Substanz benötigen. Seither sind nicht nur bedeutende Fortschritte in der Entwicklung der analytischen Methoden gemacht worden, auch die Waagen wurden wesentlich verbessert.

Die ursprünglich von Pregl verwendete Mikrowaage ist eine zweiseitige gleicharmige Balkenwaage, mit der nach dem Schwingungsprinzip gewogen wird. In den 30er Jahren wurde als Neuerung die optische Ablesung und die Luftdämpfung eingeführt, sodass mit solchen Waagen wesentlich schneller und bequemer gewogen werden kann.

In den letzten Jahren brachte die Firma METTLER, Zürich, eine völlig neue Konstruktion auf den Markt. Es handelt sich um eine zweiseitige ungleicharmige Balkenwaage mit Luftdämpfung, bei der sich die Gewichte auf der gleichen Seite des Waagbalkens befinden, wie das Wägegut. Auf der anderen Seite des Waagebalkens befindet sich ein konstantes Gegengewicht. Nach Aufbringen der Last wird die Nullage durch automatisches Abnehmen von Gewichten erreicht, jede Wägung wird daher stets mit der gleichen Belastung des Waagebalkens durchgeführt. Der optische Bereich dieser Waage umfasst 20 mg, jeder Teilstrich zeigt 100 µg an, die 2. und 3. Dezimale der Milligramme wird mittels eines Optimeters abgelesen. Es ist ferner von Vorteil, dass der Nullpunkt leicht korrigiert werden kann und dass eine Wägung in kürzerer Zeit ausgeführt werden kann, als mit Waagen anderer Bauart. Untersuchungen von LASHOF und MACURDY ¹⁾ und MATSAMURA und OOTA ²⁾ beweisen, dass diese Mikrowaage ohne weiteres in der täglichen Laborpraxis verwendet werden kann.

Bei Verwendung einer Mettler-Mikrowaage ist folgende Punkte besonders zu achten:

Die Waage erfordert eine gute, erschütterungsfreie Aufstellung. Luftzug, grössere Temperatur- und Feuchtigkeitsschwankungen sollen vermieden werden.

Der Wägende soll so vor der Waage sitzen, dass er mindestens 50 cm Abstand hat. Die Sitzhöhe ist so einzustellen, dass das Optimeter bequem abgelesen werden kann.

Wägungen werden am besten wie folgt vorgenommen:
Zunächst wird in der üblichen Weise der Nullpunkt bestimmt und wenn nötig korrigiert. Nach Arretieren der Waage wird das Wägegut auf die Waagschale gegeben und das Schiebefenster wieder geschlossen. Man entarretiert teilweise (Arretierhebel nach rechts bis zum Anschlag) und stellt durch entsprechendes Drehen der Gewichtsabhebe-Knöpfe das grobe Gewicht fest. Nun wird völlig entarretiert (Hebel nach links) und gewartet, bis die Projektionsskala zum Stillstand kommt, bzw. bei Zeitwägungen, bis der genaue Zeitpunkt erreicht ist. Erst dann wird durch rasches Drehen des Optimeterknopfes die 2. und 3. Dezimale eingestellt und abgelesen. Man vermeide es, die Hand am Optimeterknopf zu lassen und durch Mitdrehen den Ruhepunkt erfassen zu wollen, da die geringe Wärmeausstrahlung der Hand genügt um die Waage zu beeinflussen.

Absorptionsröhrchen für die CH-Bestimmung werden in gleicher Weise gewogen. Nach Abnehmen der Röhrchen vom Verbrennungsapparat - geschieht dies mit Handschuhen, so brauchen nur die Ansatzröhrchen gereinigt werden und das Wischen der Absorptionsröhrchen entfällt - werden diese neben die Waage gelegt. Man kontrolliert und korrigiert, wenn nötig, den Nullpunkt und legt nach 3 Minuten, gerechnet von dem Zeitpunkt, an dem die Röhrchen neben die Waage gelegt wurden, das Wasserabsorptionsröhrchen in die Waage. Die grossen Gewichte werden bereits eingestellt und nach 2 Minuten, also nach 5 Minuten insgesamt, wird entarretiert und das genaue Gewicht bestimmt. Nun wird das Kohlenstoffdioxyd-Röhrchen in die Waage gebracht und dieses nach weiteren 2 Minuten gewogen (Minute 7 von Beginn). Es ist nicht so wichtig, die hier angegebenen Zeiten einzuhalten, denn diese hängen ja von der Geschicklichkeit der Analysierenden ab, als vielmehr stets **z u g e n a u g l e i c h e n** **Z e i t e n z u w i e g e n**, wie dies ja auch beim Arbeiten mit anderen Waagen der Fall ist.

Eine Beeinträchtigung der Wägegenauigkeit durch Nichtberücksichtigung des Luftauftriebes ist nicht zu befürchten, da es sich ja um Differenzwägungen in kurzem Zeitabstand handelt und der Luftauftrieb als konstant angesehen werden kann, wie dies ja auch schon PREGL ³⁾ bei Verwendung der von ihm empfohlenen Taragläschen festgestellt hat.

1) T.W.LASHOF und L.B.MACURDY, Analyt.Chemistry 26, 707 (1954)

2) G.MATSAMURA und R.OTA, J.Pharm.Soc.Japan 73, 777 (1953)

3) PREGL-ROTH, Die quantitative organische Mikroanalyse, 5.Aufl., SPRINGER-Wien, (1947), S. 14.