

# Ein Beitrag zur quantitativen Mikroanalyse

von

**F. Emich.**

Aus dem Laboratorium für allgemeine Chemie an der k. k. Technischen  
Hochschule Graz.

(Mit 9 Textfiguren.)

(Vorgelegt in der Sitzung am 11. Februar 1915.)

An einem wissenschaftlichen Instrument die Grenze der Leistungsfähigkeit zu ermitteln, ist bekanntlich in zweifacher Hinsicht wichtig: in theoretischer, weil es dadurch in vollkommener Weise gekennzeichnet wird, und in praktischer, weil man die Ansprüche danach einrichtet. Es schien mir deshalb wünschenswert, festzustellen, inwieweit die Nernst'sche Mikrowage, die bekanntlich schon mehrfach zu quantitativen Bestimmungen herangezogen worden ist, noch verfeinerungsfähig sei und welche maximale Leistungsfähigkeit man bei ihr erreichen könne, ohne Apparat und Arbeitsweise allzu verwickelt zu gestalten.

Ermöglicht wurde diese Untersuchung durch die Munizipalverwaltung der Kaiserlichen Akademie der Wissenschaften, welche mir zum gedachten Zweck eine namhafte Unterstützung aus den Erträgnissen des Scholz-Legates gewährte. Hierfür sei auch an dieser Stelle tiefempfunderer Dank ausgesprochen.

Über die Frage, ob der Chemiker noch eine Verfeinerung seiner Wagen, d. h. eine weitere Verminderung der Substanzmengen bei der Analyse anstreben soll, kann man vielleicht verschieden denken. Streng genommen können diese Mengen niemals klein genug sein, da sie ja bei der Untersuchung in

den meisten Fällen geopfert werden müssen. Mitunter geht auf solche Weise sogar das gesamte kostbare Material verloren! Und doch hätte der Forscher die Pflicht, von jeder neuen Substanz, deren Natur es zuläßt, einen Teil für etwa notwendige Nachprüfungen aufzubewahren.<sup>1</sup> Aber man kann dem entgegenhalten, daß seit Einführung der Nernstwaage und der von Kuhlmann (Hamburg) gebauten »mikrochemischen« Analysenwaage<sup>2</sup> bekanntlich sehr viele Bestimmungen mit einem Materialaufwand von wenigen Zentigrammen oder selbst Milligrammen ausgeführt werden können und daß der Fall eines völligen Substanzverbrauches namentlich bei organischem Arbeiten infolge zunehmender Einführung der Pregl'schen Methoden<sup>3</sup> nicht mehr vorkommen sollte.

Auch abgesehen von irgendeinem anderen Gesichtspunkt schien es mir interessant, zu untersuchen, ob die bisher in den meisten Fällen erreichte, eben angeführte Minimalmenge an Analysenmaterial nicht wesentlich vermindert werden könnte. Freilich kam für den gedachten Schritt zunächst nur eine Art von Bestimmungen in Betracht: da sich nämlich das Manipulieren mit Flüssigkeiten wegen des zunehmenden Einflusses von Tropfengröße und rascher Verdunstung verbietet und da Absorptionsapparate zufolge ihres großen Gewichtes ausscheiden, so war ich auf die **Rückstandsbestimmungen** angewiesen, deren leichte Durchführbarkeit unter Zuhilfenahme der Nernstwaage, wie bekannt, namentlich schon in den Untersuchungen von Nernst und Riesenfeld<sup>4</sup> und von O. Brill<sup>5</sup> gezeigt worden ist.

Der Grund, weshalb ich die Modelle bevorzugte, welche sich vom ursprünglichen Typ der Nernstwaage nicht allzu sehr unterscheiden, liegt in der Bequemlichkeit der Arbeitsweise: man hängt das Objekt ein, löst die Arretierung und liest den Stand des Zeigers ab. Ein Evakuieren wie bei der

---

<sup>1</sup> Das Ideal wäre natürlich eine internationale Zentralstelle, an die jeder Forscher eine bestimmte Menge, z. B. wenigstens 10 mg, von jeder neu entdeckten Substanz abzugeben hätte.

<sup>2</sup> Vgl. Berl. Ber., 43, p. 29 (1910).

<sup>3</sup> Abderhalden, Biochem. Arbeitsmethoden, V, 1307.

<sup>4</sup> Berl. Ber., 36, 2086 (1903).

<sup>5</sup> Berl. Ber., 38, 140 (1905).

berühmten Wage von Steele und Grant<sup>1</sup> ist ebensowenig erforderlich wie die Benutzung der Spiegelablesung bei dem Brill'schen Instrument.<sup>2</sup> Auch kann man die Wage in jedem Laboratorium aufstellen, da ihre wesentlichen Teile von säurehaltiger Luft nicht angegriffen werden.

Eine Revision der Leistungsfähigkeitsgrenze der Nernstwage schien mir auch deshalb wünschenswert, weil die Erfahrungen von Brill, auf welche wir eben Bezug genommen haben, eine Nernstwage von  $0\cdot0001\text{ mg}$  Empfindlichkeit betreffen, während nach der Untersuchung von Steele und Grant<sup>3</sup> die Grenze der Leistungsfähigkeit schon bei  $0\cdot001\text{ mg}$  liegen soll. Der Gegensatz ist aber vielleicht kleiner, als er im ersten Augenblick erscheint, da man berücksichtigen muß, daß die Wage der genannten englischen Forscher auch während größerer Zeitabschnitte keine Veränderung der Nullage aufweisen durfte, eine Forderung, welche bei Mikroanalysen kaum in Betracht kommt, da dieselben in der Regel nur Bruchteile einer Stunde beanspruchen. Übrigens wird im folgenden gezeigt werden, wie man den Einfluß der Nullpunktsschwankungen ausschalten kann.

Es schien mir notwendig, die Darstellung so zu gestalten, daß derjenige, welcher derartige Bestimmungen vornehmen will, in den Stand gesetzt ist, sich die notwendigen Behelfe unter seiner Aufsicht zusammenstellen zu lassen. Dieser Umstand mag die Ausführlichkeit der Mitteilung entschuldigen.

## I. Einige Bemerkungen über die gewöhnliche Nernstwage. Empfindlichkeit $0\cdot003\text{ mg}$ .

Die in meinem Institut in Gebrauch befindlichen Nernstwagen geringerer Empfindlichkeit haben im Laufe der Jahre einige Abänderungen erfahren, über die teilweise schon an anderen Stellen<sup>4</sup> berichtet worden ist. Um ein klares Bild von der jetzigen Gestalt des Instrumentes zu geben, scheint es mir angebracht, eine zusammenfassende Beschreibung folgen zu lassen. Dabei gilt manches auch für die später zu beschreibenden feineren Wagen, welche den Hauptgegenstand der vorliegenden Mitteilung ausmachen und welche wohl kaum zustande gekommen wären, wenn wir uns nicht vorher mit

---

<sup>1</sup> Proceedings of the Chem. Soc. (London), A. 82, 580; die Wage zeigt bekanntlich schon ein paar Millionstel Milligramm an.

<sup>2</sup> Naturforscherversammlung Salzburg.

<sup>3</sup> L. c.

<sup>4</sup> Emich, Lehrbuch der Mikrochemie (Wiesbaden 1911), p. 13; Donau, Monatshefte für Chemie, 32, 1115, oder diese Sitzungsberichte, CXX, Abt. IIb, Okt. 1911; Donau, Arbeitsmethoden der Mikrochemie, p. 38, Stuttgart.

den weniger empfindlichen Modellen entsprechend befaßt hätten. Noch nicht publizierte Neuerungen sind mit einem Sternchen bezeichnet.

### a) Das Gehäuse

ist der bekannte Glaskasten mit Metallrahmen und Schieferbodenplatte. Die Fugen (auch beim Türchen, das man nicht mehr benötigt) werden mittels Mennigkitt\* gedichtet. In der rechten Seitenwand ist eine kreisrunde Öffnung eingeschnitten, welche sich durch eine gefettete Glasplatte mit Korkgriff (»Glasschieber«) verschließen läßt. Hier werden die zu wägenden Objekte mittels eines langstielligen Metallöffels eingeführt. Das Gehäuse kann gleich einer Glocke von der Bodenplatte abgehoben werden. Um dies bei einem älteren Modell in einfacher Weise zu erreichen, werden die Köpfe der vier Schrauben entfernt, mit welchen das Gehäuse mit der Bodenplatte verbunden ist. Die Schrauben dienen jetzt nur mehr als Führungsstüße. Auch bestreicht man den unteren Rand des Gehäuses mit Vaseline, wenn der Innenraum etwa mittels Chlorcalcium getrocknet werden soll.

Das Gehäuse wird mittels einer federnden Schraubenvorrichtung\* (Abbildung unten beim Modell »A«) an einer Marmorplatte fixiert, die auf eisernen Konsolen ruht.<sup>1</sup> Um das Eindringen von Wärmestrahlen abzuhalten, haben wir über das Glasgehäuse häufig noch ein Kästchen aus Pappe gestülpt\*, welches vor und hinter der Skala, vor und hinter dem Wägeschälchen und rechts vom Glasschieber entsprechende Ausnehmungen besitzt.

Über den

### b) Balken

glaube ich mich kurz fassen zu sollen, da Dr. Donau mit einer Neukonstruktion beschäftigt ist, die sich hoffentlich bewähren und den bisherigen Balken möglicherweise verdrängen wird.<sup>2</sup> Bemerkte sei, daß ich mit gutem Erfolg den Glasbalken nach dem Vorgang von Steele und Grant durch einen Quarzbalken ersetzt habe. Man kann dann den Quarzfaden\*, welcher an Stelle des Wollastondrahtes zum Aufhängen der Last dient, unmittelbar mit dem Balken verschmelzen;<sup>3</sup> darüber folgt unten bei Modell A das Nähere.

<sup>1</sup> Stärkere Erschütterungen, wie sie in verkehrsreichen Städten an den Gebäuden vorkommen, stören natürlich das Arbeiten. Man hilft sich, indem man die Wage z. B. auf ein Brett stellt, welches, links und rechts mit je 10 kg belastet, auf vier Gummistopfen ruht. Da es bei derartigen Aufstellungen natürlich in erster Linie darauf ankommt, daß sich in dem betreffenden System keine synchronen Schwingungen (mit den Schwingungen der Mauern etc.) einstellen, ist man unter Umständen natürlich auf längeres Probieren angewiesen.

<sup>2</sup> Vgl. die folgende Mitteilung.

<sup>3</sup> Eine Annehmlichkeit für den Arbeitenden bietet die Eigenschaft dünner Quarzstäbchen, daß sie in der rauschenden Bunsenflamme eben weich werden. Siehe Joh. Walter, Chem. Zentralbl., 1913, II, p. 1.

Im übrigen hat sich käufliches Selen\* als Kitt bewährt. Es ist genügend fest und beständig, haftet an Glas, Quarz und an dünnen Metalldrähten und zieht keine Feuchtigkeit an. Dadurch unterscheidet es sich vorteilhaft von den bisher angewandten Materialien, wie Wasserglas, Zelluloidkitt und Schellack. Auch kann es nötigenfalls leicht durch Erhitzen vertrieben werden, ohne einen nennenswerten Rückstand zu hinterlassen.

Endlich sei noch bemerkt, daß es sich als vorteilhaft herausgestellt hat, den Quarzfaden, welcher den Balken trägt, nicht zu spannen\*, sondern vor dem Ankitten nur lose auf die betreffende Metallgabel aufzulegen. Man vermeidet auf diese Weise die anscheinend durch die Torsion hervorgerufenen Unregelmäßigkeiten, über welche Steele und Grant klagen.

Der Balken wurde gewöhnlich so justiert, daß 5 bis 7 mg Übergewicht einen Ausschlag über die ganze, 200teilige Skala hervorbrachten.

### c) Ablesungsvorrichtung und Skala.

Zur Ablesung benutze ich an Stelle des früher<sup>1</sup> angegebenen Fernrohres jetzt ausschließlich ein »Ablesemikroskop für Nernstwagen\*«, das von der Zeiß'schen Werkstätte gebaut wird.<sup>2</sup> »Da Skala und Zeiger der Wage in verschiedenen Ebenen liegen, so mußte eine besondere Anordnung getroffen werden, die es ermöglicht, beide gleichzeitig, d. h. ohne Änderung der Einstellung und in gleicher Vergrößerung auf die im Okular befindliche Mikrometerskala zu projizieren. Dem letztgenannten Zwecke dient eine Objektivblende, welche sich in dem hinteren Brennpunkt (d. h. im Innern des Tubus) befindet und welche das System nach der Objektseite hin telezentrisch macht.<sup>3</sup> Die Öffnung dieser Blende ist so bemessen, daß Skala und Zeiger bei einer mittleren Einstellung noch scharf auf der Skala des Okularmikrometers erscheinen. Die Brennweite des Objektivs und die Tubuslänge sind so gewählt, daß ein Teil der Skala der Mikrowage durch das Mikroskop gesehen zehn Teile des Okularmikrometers deckt. Die Stellung des Zeigers kann daher bis auf den zehnten Teil eines Intervalls der Mikrowagenskala abgelesen werden, Zwanzigstel lassen sich noch bequem schätzen.«

<sup>1</sup> Lehrbuch der Mikrochemie, p. 13.

<sup>2</sup> Der unter Anführungszeichen stehende Text wurde mir von den Zeißwerken freundlichst zur Verfügung gestellt. Dasselbe gilt weiter unten.

<sup>3</sup> Vgl. Abbe, Ges. Abhandlungen, I, 168, Jena 1904.

Das Stativ, das das Mikroskop trägt, besitzt etwa die in meinem Lehrbuch<sup>1</sup> angegebene Gestalt, jedoch mit der Abänderung, daß die vertikale Stativstange mit der Bodenplatte der Nernstwaage fix verbunden ist\*. Am zweckmäßigsten ist es, die Platte gegen den Beobachter zu entsprechend zu vergrößern, eventuell kann man auch einen —-geformten Messingbügel an die Bodenplatte anschrauben, der in seinem mittleren Teil die Stativsäule trägt. Die Anordnung ähnelt der des Modells *B*, von dem weiter unten eine Photographie zu sehen ist.

Endlich muß man dafür sorgen, daß die Lage, die das Mikroskop der Skala gegenüber einnimmt, immer wiederhergestellt werden kann, falls etwa eine zufällige Änderung eingetreten sein sollte. Man kann zu diesem Zweck z. B. einen Anschlag an der Stativsäule anbringen, der so gestellt wird, daß er die Bewegung des Mikroskops einseitig begrenzt. In dieser Grenzstellung muß immer ein und derselbe Teilstrich des Okularmikrometers mit einem bestimmten Teilstrich der Mikrowagenskala koinzidieren.

An Stelle der rückwärts spiegelnd versilberten Skala benutze ich jetzt eine durchsichtige Skala\*; ihre Beleuchtung wird durch einen Spiegel vermittelt, der sich hinter der Waage befindet. Das Nähere hierüber ist gleichfalls unten bei Modell »A« und »B« angegeben.

## II. Über hochempfindliche Nernstwagen.

### a) Modell A, Empfindlichkeit 0·0001 mg.

1. Vorbemerkung. Versucht man bei der gewöhnlichen Nernstwaage die Empfindlichkeit durch Verlegung des Balkenschwerpunktes zu steigern, so wird dadurch kein Vorteil erreicht, da die Inkonstanz der Nulllage eine Wägung auf weniger als ein Mikrogramm =  $0\cdot001\text{ mg} = 1\ \gamma^2$  kaum möglich macht.<sup>3</sup> Das störende Moment sind dabei<sup>4</sup> hauptsächlich die **Luftströmungen** im Innern des Gehäuses. Man kann sich hiervon leicht überzeugen, wenn man die Waage einseitig erwärmt: Annäherung des Beobachters, Anzünden einer Flamme oder elektrischen Lampe oder gar eine Berührung des Ge-

<sup>1</sup> L. c.

<sup>2</sup> Vgl. z. B. K. Scheel, Die Naturwissenschaften, I, 921 (1913).

<sup>3</sup> Dadurch, daß man jede Wägung zwischen zwei Nullpunktsbestimmungen einschaltet, kann man in mühsamer Weise wohl Wägungen bis auf etwa  $0\cdot3\ \gamma$  ausführen.

<sup>4</sup> Wie ich auf der Naturforscherversammlung Wien hervorgehoben habe, vgl. Verhandlungen, 2. Teil, 1. Hälfte, p. 277.

häuses mit der Hand bringen starke Verschiebungen der Ruhelage hervor. Auch der Betrieb der Zimmerheizung spiegelt sich unter Umständen in den Bewegungen des Zeigers ab.<sup>1</sup> Wie O. Brill<sup>2</sup> kürzlich mitteilte, haben ihn bereits vor längerer Zeit ähnliche Erwägungen veranlaßt, die oben erwähnte verfeinerte Nernstwage zu konstruieren, doch ist deren Beschreibung bisher, d. h. innerhalb fünf Jahren, nicht erschienen. Auch Steele und Grant<sup>3</sup> müssen eine derartige Erfahrung gemacht haben, denn sie bemerken ausdrücklich, daß man die Lichtquelle (Nernstlampe), welche die Ableitung vermittelte, nur ganz kurze Zeit wirken lassen durfte; für gewöhnlich wurde die Lampe mittels eines Schirms abgeblendet. Aus diesen Gründen haben die erwähnten englischen Forscher das Glasgehäuse durch ein Metallgehäuse ersetzt und dasselbe so klein als möglich gewählt. Es schien sehr naheliegend, diese Erfahrungen auch auf die Nernstwagen zu übertragen und danach ergab sich die folgende Konstruktion, bei der gegenüber der ursprünglichen Nernstwage vor allem die Abänderung ins Auge fällt, daß an Stelle des gebogenen ein annähernd gerader Balken zur Anwendung gelangt. Man erspart dadurch an Raum und bringt auch mehr Symmetrie in das System.

2. Die Wage. Auf einer Schieferplatte *A* (Fig. 1) von 20 *cm* Länge und Breite ist eine 5 *cm* hohe Säule *B* angebracht, welche in der üblichen Weise, d. h. auf einem horizontalen Quarzfaden *E*, den Balken *C* trägt und welche auch die Arretierungsvorrichtung *D* beherbergt. Der Balken ist aus einem Quarzstäbchen von 0.4 *mm* Dicke und zirka 10 *cm* Länge gefertigt, dessen linkes Ende zu einer feinen Spitze,

---

<sup>1</sup> Mit dem von Prof. Pregl (freundliche Privatmitteilung) für die Kuhlmannwage empfohlenen Lüften des Gehäuses habe ich bei den Nernstwagen gleichfalls gute Erfahrungen gemacht. Namentlich vor Beginn einer Versuchsreihe empfiehlt es sich, den Gehäuseschuber (siehe unten) einige Minuten lang offen zu lassen.

<sup>2</sup> Naturforscherversammlung Wien, I. c.

<sup>3</sup> L. c.

dem Zeiger, ausgezogen wird.<sup>1</sup> Etwas mehr gegen die Mitte zu befindet sich der mit Selen aufgekittete Platinreiter *F*, der das Gewicht der linken Balkenhälfte entsprechend vergrößert und den Schwerpunkt tiefer legt.<sup>2</sup> Das Gewicht des so adjustierten Balkens beträgt etwas mehr als 50 mg. Am rechten Ende des Balkens sehen wir ein Häkchen aus Quarzglas, welches an einem Quarzfaden hängt.

Dieses Gehänge, welches von Steele und Grant bei ihrer feinen Wage eingeführt wurde, ist nicht schwer herzustellen, wenn man (vgl. die

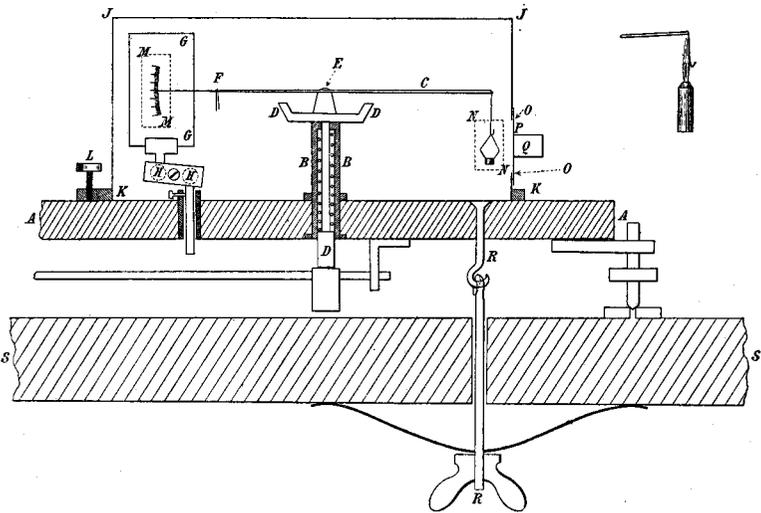


Fig. 1.

Nebenfigur) das Balkenende mit einer sehr kleinen Sauerstoffstichflamme erhitzt, dann das vorbereitete Quarzhäkchen ansetzt und den Faden in der Längsrichtung der Flamme an deren Rand auszieht. Nach einigem Probieren wird man den Faden in genügender Feinheit (unter 0·005 mm) erhalten. An der Art, wie das Häkchen bei leichtem seitlichen Stoß tanzt und sich dreht, erkennt man die richtige Fadenstärke auch mit unbewaffnetem Auge.

<sup>1</sup> Bequemer ist es, den Zeiger, einen Quarzfaden, etwa auf eine am Balken angebrachte Nase und auf das mittlere Selenklümpchen aufzulegen und daselbst so wie an der Nase anzukitten.

<sup>2</sup> Zu gleichem Zwecke kann man auch nötigenfalls den Balken ein wenig nach abwärts biegen.

Wichtig ist, daß der dünne Teil des Quarzfadens möglichst nahe an der Anschmelzstelle beginnt.

Die Skala ist auf Glas (*G*) graviert;<sup>1</sup> sie umfaßt etwa 60 Teilstriche zu etwa  $\frac{1}{4}$  mm. Der Wert der einzelnen Intervalle muß mittels des Mikroskops ausgemessen werden, wenigstens wiesen zwei von renommierten Firmen bezogene Skalen nicht die genügende Genauigkeit auf, um unmittelbar verwendet werden zu können. Die Glasskala wird von einer einfachen Vorrichtung getragen, welche eine Verschiebung nach allen in Betracht kommenden Richtungen gestattet; zwei Kugelgelenke *H* auf einem verschiebbaren Messingstift erfüllen diesen Zweck.

Das Gehäuse *J* ist aus dünnem Kupferblech gefertigt und am unteren Rand mit einem eben geschliffenen Metallrahmen *K* verlötet, so daß man es nach dem Einfetten dicht auf die Schieferplatte aufsetzen kann. Die Schraube *L* ermöglicht (nach Steele und Grant) das stoßfreie Abheben. Das Gehäuse besitzt mehrere Öffnungen in den Wänden: zwei einander gegenüberliegende Fenster ermöglichen das Anvisieren und die Beleuchtung der Skala; sie befinden sich in der Vorder-, beziehungsweise Rückwand (in der Zeichnung ist nur das rückwärtige bei *M* punktiert angedeutet). Zum Verschuß dient beim vorderen Fenster ein entsprechend großes ( $40 \times 20$  mm) »Deckgläschen«, beim rückwärtigen eventuell ein Objektträger, welche beide mittels Kanadabalsam am Metall festgeklebt werden. Ein drittes Fenster *N* (rechts rückwärts) dient zur Beleuchtung des einzuhängenden Schälchens, eine vierte Öffnung *O* zum Einführen und Herausnehmen desselben. Diese letztere Öffnung kann mittels eines aufgeschliffenen, nach oben verschiebbaren Deckels *P* verschlossen werden. (Damit er im gehobenen Zustand nicht von selbst herabgleitet, kann man ihn zwischen kleinen Schienen führen und mit einer passenden Nase versehen, die sich beim Hochstand auf die eine Schiene legt oder dgl.) Der Schieber *P* trägt einen Korkgriff *Q*. Die Dimensionen des Gehäuses sind: Länge 12 cm, Breite  $4\frac{1}{2}$  cm, Höhe 8 cm. Mittels zweier Schraubenklappen kann es auf der Platte *A* fixiert werden.

---

<sup>1</sup> Nicht geätzt, wie beim gewöhnlichen Modell.

Zur Beleuchtung von Skala und Arbeitsschälchen dienen auch noch zwei oder drei Spiegel: der eine befindet sich hinter dem Fenster *M*, der zweite (und dritte) in der Nähe der Öffnungen *N* und *O*; auf der Photographie Fig. 4 ist deutlichkeitshalber nur ein einziger Spiegel zu sehen. Als Lichtquelle dient Tageslicht oder eine matte elektrische (z. B. Osram-) Lampe mit emailliertem Schirm.

Mittels der Vorrichtung *R* ist das Instrument an der Konsolplatte *S* befestigt<sup>1</sup> (vgl. oben). Doch ist zu bemerken, daß sich *R* in Wirklichkeit etwa in der Mitte der Schieferplatte befindet und nicht, wie in der Figur gezeichnet, seitlich.

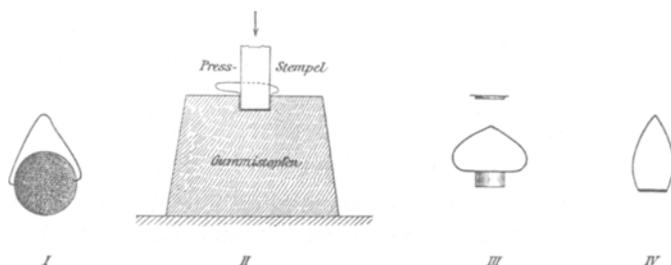


Fig. 2.

Zum Trocknen des Innenraumes dient Ätzkali, zur Vermeidung der Ansammlung elektrischer Ladungen etwas Pechblende.

3. Als Gefäße für die quantitativen Bestimmungen verwende ich kleine Platintiegel mit angeschweißtem Bügel, die in folgender Weise nach dem von Dr. Donau<sup>2</sup> angegebenen Verfahren leicht herzustellen sind. Man schlägt aus Platinfolie von 0·008 mm Dicke ein lochfreies, kreisrundes Scheibchen von 8 mm Durchmesser aus und schweißst einen Draht von 0·1 mm Dicke und 2 bis 2½ cm Länge an zwei diametral gegenüberliegenden Stellen an (Fig. 2, I). Hierauf preßt

<sup>1</sup> Diese Befestigungsvorrichtung bringe ich seit Jahren bei sämtlichen Analysenwagen an, da sie sicheren Schutz gegen die Verschiebung der Instrumente gewährt und mir namentlich bei den leichteren Gehäusen fast unentbehrlich scheint.

<sup>2</sup> Monatshefte für Chemie, 32, 31 (1911), oder diese Sitzungsber., CXIX, Abt. IIb, Okt. 1910.

man z. B. mittels eines Glasstabes als Stempel und mittels eines Kautschukpfropfens als Unterlage ein Schälchen von 4 mm Durchmesser und 2 mm Höhe (II) und biegt schließlich den Draht in der entsprechenden Weise (III). Als Deckel dient ein Scheibchen aus 0·0025 mm starker Folie, das durch eine ähnliche Preßoperation die Gestalt eines Platintiegeldeckels erhalten hat (III). Diese Gefäße sollen im folgenden als »**Arbeitsschälchen**« bezeichnet werden. In analoger Weise fertigt man sich ein Trierstück an, welches zur Kontrolle der Nullage dient. Die einzelnen Teile sind gleichfalls verschweißt, an Gestalt und Größe ähnelt es dem Arbeitsschälchen, damit es durch etwaige Luftströmungen in möglichst identischer Weise beeinflußt werde. Dieses Trierstück (IV) wird im folgenden als »**Kontrollschälchen**« aufgeführt. Zweckmäßig ist es, zwei Kontrollschälchen zu benutzen, eines zum ständigen Gebrauch und eines zu zeitweiser Überprüfung. Ihr Gewicht betrage, gleich dem des Arbeitsschälchens, etwa 15 mg.<sup>1</sup>

Die Justierung dieser Schälchen nimmt anfangs ziemlich viel Zeit in Anspruch, bald aber erhält das Auge die notwendige Übung. Beim ersten Schälchen ist man natürlich auf das Probieren an der Mikrowage angewiesen. Zweckmäßig ist es, an das Quarzhäkchen (am rechten Balkenende) zunächst ein Platindrahthäkchen anzuhängen, man hat dann ein Stück mehr, an dem sich Gewichtsänderungen vornehmen lassen (siehe übrigens den Abschnitt »Eichung«). Die weiteren Schälchen werden zuerst auf einer 0·01 mg angehenden Analysenwage austariert, indem man entweder Folie hinzufügt, die dann später angeschweißt wird, oder mittels der Schere abschneidet. Dann erst erfolgt, wenn nötig, die Justierung mittels der Mikrowage. Ist das Schälchen um einige Mikrogramm zu schwer, so glüht man es eine Zeitlang (siehe unten) im Rande der Bunsenflamme, ist es hingegen um wenig zu leicht, so

---

<sup>1</sup> Das Gewicht des Kontrollschälchens wird am besten so bemessen, daß die Wage beim Senken der Arretierung nur unbedeutende Schwingungen ausführt, wodurch man unter Umständen an Zeit spart. Das Gewicht des Arbeitsschälchens hingegen soll natürlich möglichst dem Anfangspunkt des brauchbaren Teiles der Skala entsprechen.

bringt man einen Tropfen verdünnte Platinchloridlösung darauf, dampft ab und glüht einen Augenblick kräftig. Da die Schälchen bei der Reinigung fast stets an Gewicht verlieren, kommt die letztere Notwendigkeit ziemlich oft vor (siehe unten). Jedenfalls gehören ein paar gut justierte Schälchen zum unentbehrlichen Inventar der Wage.

4. Das Ablesemikroskop ist im wesentlichen das oben erwähnte, nur wurde es zum Zwecke der genaueren Ablesung mit einem Okularschraubenmikrometer ausgestattet und von den Zeißwerken auf Grund weiterer Versuche folgendermaßen umgeändert:<sup>1</sup> »Da das abzubildende Objekt aus einer Teilung und einem dünnen zylindrischen Zeiger besteht, so genügt es, wenn die abbildenden Strahlenkegel nur in einem Azimut — senkrecht zu dem Zeiger — genügend stark telezentrisch abgeblendet werden. Man erzielt dies dadurch, daß man die kreisförmige Blende im hinteren Brennpunkt des Objektivs durch einen **Spalt** ersetzt, dessen Breite dem Durchmesser der runden Blende gleich ist. Man erzielt dadurch — passende Beleuchtung vorausgesetzt — eine beträchtliche Steigerung der Helligkeit. Dieser Vorteil wird allerdings dadurch erkauft, daß, wenn das Mikroskop z. B. auf eine zwischen Zeiger und Teilung in der Mitte liegende Ebene eingestellt wird, wohl die Ränder des Zeigers und der Striche ausreichend scharf auf die Teilung des Okularmikrometers projiziert werden, aber nicht mehr deren Enden. Für das Ablesen der Zeigerstellung ist das aber belanglos.

Zeiger und Striche heben sich nur dann möglichst dunkel von dem hellen Sehfeld ab, wenn die Beleuchtung so geregelt wird, daß von vornherein nur diejenigen Strahlen auf das Objekt fallen, welche durch die Spaltblende hindurchgehen können, diese Strahlen aber vollständig. Eine solche Beleuchtung erzielt man durch einen **Kondensor**, der mit einer passenden Blende versehen ist. Der Kondensor besteht aus einer Plankonvexlinse, die die gewölbte Fläche dem Objekt zukehrt. In ihrem vorderen Brennpunkt ist eine spaltförmige Blende angebracht. Die Achsen von Objektiv und Kondensor

---

<sup>1</sup> Bedeutung des Anführungszeichens wie oben.

müssen zusammenfallen, die Spaltblenden beider müssen parallel stehen und die Abmessungen beider Blenden in demselben Verhältnis stehen wie die Brennweiten von Kondensator und Objektiv: dann wird die Spaltblende des Kondensators genau in die Spaltblende des Objektivs abgebildet und die oben gestellte Forderung ist erfüllt. Zweckmäßig wählt man jedoch die Spaltblende des Kondensators etwas größer, als es die Theorie erfordert. Das schadet nicht viel und man erspart sich eine peinlich genaue Zentrierung der beiden Systeme gegeneinander. Auch wird dadurch der Einfluß, den die Abbildungsfehler der einfachen Plankonvexlinse haben könnten, aufgehoben.

Die Lichtquelle ist vor dem Spalt in geeigneter Entfernung anzubringen; es ist darauf zu achten, daß sie ausreichend groß ist. Das untersucht man in der bekannten Weise, indem man das Okular des Ablesemikroskops entfernt und in den Tubus hineinsieht. Die Objektivlinse muß dann, soweit sie durch die Spaltblende hindurch sichtbar ist, vollkommen gleichmäßig hell sein.

Wenn der Kondensator richtig zentriert ist, so sieht man auch von den Rändern der Kondensatorlinse bei diesem Versuche nichts. Auf diese Art prüft man also zugleich die Stellung der Blenden. Kondensator und Mikroskop können um die optische Achse gedreht werden. Dreht man beide so weit, daß die Spaltblenden senkrecht zu den Strichen der Teilung und zum Zeiger verlaufen, so werden das Bild der Teilung und das Bild des Zeigers nicht mehr gleichzeitig scharf. Man muß vielmehr für beide verschieden einstellen. Diese Stellung der Blenden wird man daher wählen, um vorerst einmal das Mikroskop schätzungsweise auf eine mittlere, zwischen Zeiger und Teilung liegende Ebene einzustellen.«

Mit Rücksicht auf das größere Gewicht des Ablesemikroskops mußte das Stativ<sup>1</sup> (vgl. die Fig. 3) etwas stärker gewählt

---

<sup>1</sup> Dasselbe wurde mir, gleich vielen anderen feinmechanischen Arbeiten, vom Mechaniker des hiesigen physiologischen Universitätsinstitutes Herrn C. Roczek geliefert. Es ist mir eine angenehme Pflicht, dem Vorstände dieses Institutes Herrn Prof. Dr. O. Zott für das in unzähligen derartigen Fällen bewiesene Entgegenkommen auch an dieser Stelle den herzlichsten Dank auszusprechen.

werden. Die Säule *A* ist ganz vorn auf der Schieferplatte fixiert. Auf ihr sitzt die Gabel *BC*, welche die Achse *D* trägt, die zwischen Spitzen gelagert ist. (Sie stehen in der Fortsetzung der Verbindungslinie der Enden des Quarzfadens. So fallen Drehungsachse des Mikroskops und Drehungsachse des Balkens zusammen und die Skala bleibt bei der Bewegung des Mikroskops immer im Gesichtsfeld.) Das Mikroskop *M* und der Beleuchtungskondensator *K* (nebst der nicht sichtbaren Spaltblende *N*) werden von den beiden Stangen *St* getragen.

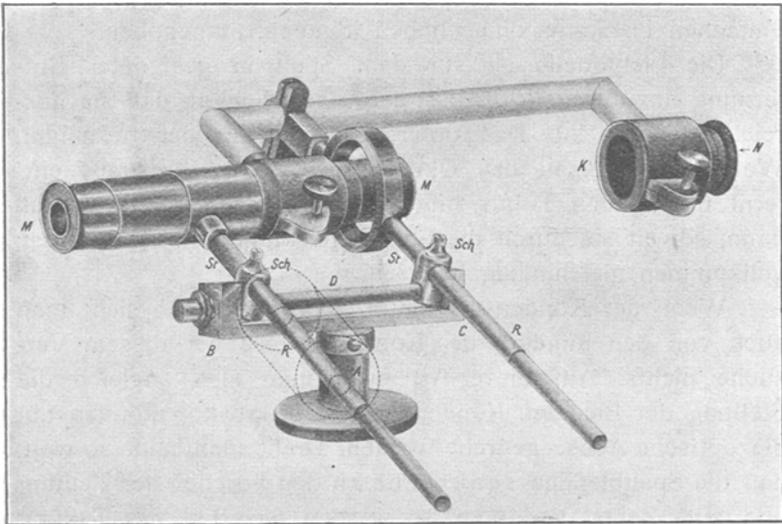


Fig. 3.

Damit man die Vorrichtung nötigenfalls für verschiedene Zeigerlängen benutzen kann, lassen sich die Stangen *St* in den Röhren *R* nach Lüftung der Schraubchen *Sch* entsprechend verschieben. Während der Ablesung muß das Mikroskop natürlich fixiert werden, da man sonst nicht am Okularschraubmikrometer (in der Fig. 3 durch ein gewöhnliches Okular ersetzt!) manipulieren kann. Hierzu dient ein Holzkeil, der einen recht kleinen Winkel besitzt. In der Photographie Fig. 4 sieht man ihn rechts stehen, beim Gebrauch wird er an passender Stelle von links nach rechts unter den Mikroskop-tubus geschoben. Dieses einfache Hilfsmittel hat sich völlig

ausreichend erwiesen. Um die vom Kopf des Beobachters ausgehenden Wärmestrahlen möglichst abzuhalten, schiebt man auf den Tubus hinter das Okular einen (im Bilde weggelassenen) leichten Papierschirm von 15 bis 20 *cm* Durchmesser. Das auf der Photographie sichtbare Gegengewicht (in Fig. 3 punktiert angedeutet) balanciert das Mikroskop nicht völlig aus, so daß letzteres stets mit leichtem Druck auf dem Keil ruht.

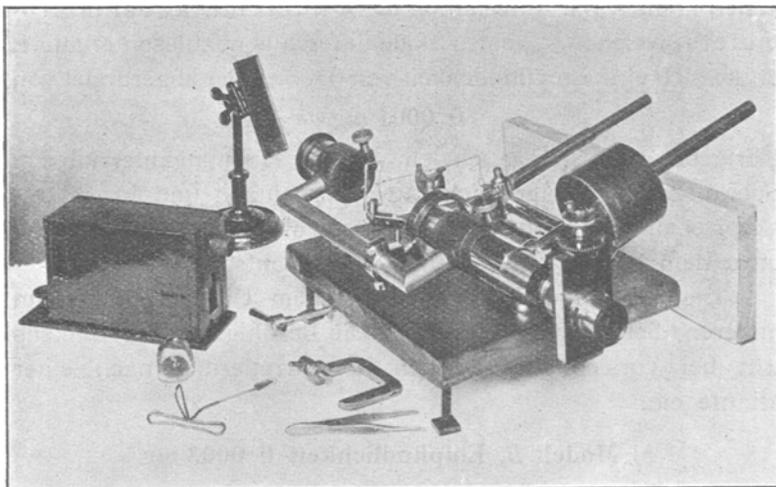


Fig. 4

Man erkennt auf dem Bilde Fig. 4 das abgehobene Gehäuse mit geöffnetem Schieber. Die Skalenplatte ist deutlich zu sehen, der Balken eben noch, Arbeitsschälchen und das zugehörige Aufhängehäkchen können kaum wahrgenommen werden.

Bei einer großen Zahl von älteren Versuchen habe ich noch ein Ablesefernrohr benutzt, das gleichfalls mit einem Okularschraubenmikrometer ausgestattet und mit einer engen Objektivblende versehen war. Die Beschreibung der (etwas komplizierten) Vorrichtung, welche schon zu den ersten quantitativen Versuchen<sup>1</sup> im Jahre 1909 gedient hatte, unterlasse ich, da die neuere

<sup>1</sup> Monatshefte für Chemie, 30, 745 (1909), oder diese Sitzungsber., CXVIII, Abt. II b, Okt. 1909.

Einrichtung einfacher ist. Der Umstand, daß der Beobachter beim Fernrohrapparat sich etwas weiter entfernt von der Wage befindet, scheint keinen nennenswerten Einfluß auf die Resultate zu haben.

5. Empfindlichkeit. Bei den Versuchen mit dem beschriebenen Modell zeigte sich, daß man bei einer Empfindlichkeit von

$$1 \text{ Teilstrich der Mikrowagenskala} = 4 \gamma$$

noch eine völlig entsprechende Konstanz der Nullage erzielen konnte. Bei Anwendung des Okularschraubenmikrometers, welches  $\frac{1}{50}$  eines Skalenintervalls abzulesen erlaubte, ergab sich eine Empfindlichkeit von  $0.08 \gamma$  oder abgerundet von

$$0.0001 \text{ mg.}$$

Übrigens ließ sich auch ein halbes Trommelintervall am Schraubenmikrometer noch gut wahrnehmen und im mikroskopischen Bild beurteilen, so daß die maximale Leistung etwa dem halben angegebenen Betrag entspricht.

Die Schwingungsdauer (von einem Umkehrpunkt zum anderen) beträgt  $1\frac{1}{2}$  Sekunden. Die Beruhigung des Balkens tritt bei vorsichtigem Senken der Arretierung nach einer Minute ein.

*b) Modell B, Empfindlichkeit  $0.0003 \text{ mg.}$*

Bei dem etwas weniger empfindlichen Modell wurden andere Abmessungen gewählt. Der Quarzbalken ist aus einem  $0.5 \text{ mm}$  dicken Stäbchen gefertigt und ungleicharmig, d. h. der linke (Zeiger-) Arm beträchtlich länger als der rechte Arm, der die Last trägt. Annähernd beträgt die Länge des

$$\begin{array}{l} \text{rechten Armes} \dots\dots\dots 7.5 \text{ cm} \\ \text{und die des linken Armes} \dots\dots\dots 17 \text{ cm.} \end{array}$$

Das Okularschraubenmikrometer ist entbehrlich, was die Manipulation etwas vereinfacht (und den Preis erheblich vermindert), da man mit dem gewöhnlichen Okularmikrometer gut auskommt; die Tubuslänge wird wie oben beim weniger empfindlichen Modell so bemessen, daß sich ein Teilstrich der Mikrowagenskala auf zehn Teilstriche des Okularmikrometers projiziert. Ein Beleuchtungskondensator erwies sich unnötig, nur die Anbringung einer einfachen Blende erschien

zweckmäßig. Sie besteht z. B. aus einem Stück schwarzen Kartons mit einem kreisrunden Loch von 8 mm Durchmesser. Damit sie den Bewegungen des Ablesemikroskops folgt, ist sie mittels eines gebogenen Drahtes mit ihm verbunden. Ferner erwies sich die Anbringung des oben erwähnten Papierschirmes zur Abhaltung der vom Beobachter ausgehenden Wärmestrahlen notwendig. Die nachstehende Abbildung Fig. 5 soll von der Anordnung eine Vorstellung geben. Zu bemerken wäre etwa noch, daß die beiden Fenster links und rechts nur sehr undeutlich zu sehen sind; der Beleuchtungsspiegel für das

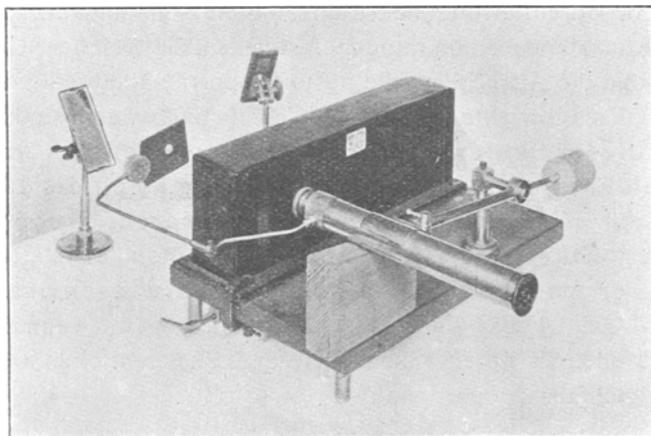


Fig 5.

Arbeitsschälchen wurde bei der Aufnahme gewendet, damit die Einrichtung auf der Rückseite erkennbar wird.

Das Waggehäuse ist  $28\frac{1}{2}$  cm lang,  $5\frac{1}{2}$  cm breit und 10 cm hoch. Die Anwendung eines Glasgehäuses, das ja bequemer wäre und gefälliger aussehen würde, verbietet sich, wie wiederholt festgestellt wurde, durch die oben erwähnten Temperatureinflüsse.

Die Empfindlichkeit wurde so reguliert, daß ein Teilstrich der Glasskala zirka  $6 \gamma$  entsprach; da man im Okularmikrometer  $\frac{1}{10}$  eines solchen Intervalls ablesen und  $\frac{1}{20}$  verlässlich schätzen konnte, betrug die Empfindlichkeit  $0.3 \gamma$  oder

$$0.0003 \text{ mg.}$$

Die Skala brauchte nicht rektifiziert zu werden wie bei dem empfindlichen Modell *A*. Die Gefäße können in der oben beschriebenen Weise gepreßt werden. Bequemer sind Tiegeln aus porenfreier (elektrolytischer) Folie, die mir von Heraeus (Hanau) geliefert wurden. Ihr Gewicht ist zirka 50 mg ohne Deckel. Die Schwingungsdauer beträgt etwa 2 Sekunden, die Beruhigung des Balkens tritt nach 3 Minuten ein.

### Eichung und Gebrauch der Wagen.

Vor Durchführung der Eichversuche soll man durch ein paar Rückstandsbestimmungen feststellen, in welchem Gebiet der Skala die Ausschläge die beste Proportionalität aufweisen, da die Eichgewichte in diesem Gebiete zu wägen sind. Oft wird dieser Skalenbereich den Ansprüchen des Arbeitenden überhaupt genügen und er kann sich die etwas mühsamen Eichversuche ganz ersparen, wenn die Brauchbarkeit des Instrumentes durch eine Reihe weiterer Rückstandsbestimmungen erwiesen ist. Bei dem Modell *A* war dies bei vier Aufstellungen zweimal der Fall. Modell *B* arbeitet zwischen den Skalenstrichen 0 und 100 gleichfalls proportional.

Die Eichung geschieht übrigens nach dem von Nernst angegebenen Verfahren, d. h. man wägt eine Anzahl kleiner Platinstückchen, die möglichst gleich schwer sind, zuerst einzeln, dann zu zweien, zu dreien usw. und berechnet daraus den relativen Wert der Intervalle in den verschiedenen Gebieten der Skala.

Da Drähte leichter verloren gehen, benutze ich Stückchen von Folie (Dicke 0·0025 mm), welche auch bequemer zu markieren sind, indem man ihnen die Form von Dreiecken, Rechtecken usw. gibt. Die etwas größere Mühe, die das Egalisieren auf ähnliches Gewicht mit sich bringt, wird durch die angegebenen Vorteile ausgeglichen. Vor dem definitiven Gebrauch werden die Gewichtchen mit verdünnter Salpetersäure ausgekocht und kräftig geglüht. Sie müssen natürlich möglichst vor Staub geschützt aufbewahrt werden, auch empfiehlt

es sich, sie vor jedesmaligem Gebrauch schwach auszuglühen. Am bequemsten ist es, jedes Gewichtchen in einen Halbkubikzentimeterporzellantiegel zu legen und diese Tiegelchen an markierte Stellen unter eine Glasglocke zu stellen. Wird ein Gewicht gebraucht, so bringt man den betreffenden Tiegel auf einen Platinlöffel, den man bis zum Rotwerden erhitzt. Nach dem Abkühlen des Tiegelchens wird das Gewicht an der aufgebogenen Ecke mit einer feinen Stahlpinzette (mit glatten Spitzen) zart gefaßt und an die gewünschte Stelle gebracht. Bei Modell *A* sind die Gewichte so klein, daß man die angegebenen Manipulationen teilweise unter dem Mikroskop ausführen muß. Dies verursacht gar keine besondere Mühe, wenn man sich eines binokularen Instrumentes bedient. Die Resultate der Eichung werden auf Millimeterpapier aufgetragen; meist ist der Verlauf der Kurve ein sehr einfacher, ja oft ist sie wie gesagt überhaupt entbehrlich.

Das Wägen. Vor jeder Wägung wird die Nullage kontrolliert, beziehungsweise wiederhergestellt. Am zweckmäßigsten ist es zu diesem Behufe, das Kontrollschälchen für gewöhnlich bei gesenkter Arretierung auf der Wage hängen zu lassen. Dann hat man vor jeder Wägung nur einen Blick ins Ablesemikroskop zu tun, um entweder die unveränderte Nullage zu konstatieren oder sie durch eine kleine Drehung der Fußschraube (rechts) wiederherzustellen. Unmittelbar darauf arretiert man, vertauscht das Kontrollschälchen mit dem Arbeitsschälchen und senkt die Arretierung. Hat sich die Wage beruhigt, so wird abgelesen, dann eventuell noch eine halbe Minute gewartet und nunmehr definitiv der Zeigerstand notiert. Schließlich werden Arbeits- und Kontrollschälchen neuerdings vertauscht und die Wage mit gesenkter Arretierung bis zur nächsten Wägung sich selbst überlassen. Das Verfahren empfiehlt sich übrigens auch bei den weniger empfindlichen Nernstwagen.

Zum bequemen Vertauschen der beiden Schälchen dient ein Metalllöffel von nachstehender Gestalt (Fig. 6), auf welchem beide Schälchen hintereinander Platz haben. Der eigentliche

Löffel und der anschließende Teil des Stieles sind aus Platin,<sup>1</sup> damit man sie auch durch Ausglühen reinigen kann. Das Löffelchen ruht für gewöhnlich, beim Transport usw., auf einer dunklen Glasplatte (Farbe gleichgültig) unter einer kleinen Glasglocke, die eventuell einen Ausschnitt am Rand besitzt.

Ich habe mich monatelang bemüht, außer dem oberwähnten Nernst'schen Eichverfahren, das man das »physikalische« nennen könnte, noch ein zweites, »chemisches« anzuwenden, beziehungsweise auszubilden, bei welchem nicht nur der relative, sondern auch der absolute Wert der Skalenablesungen ermittelt werden würde. Das Verfahren war das folgende: Eine Mischung, z. B. von Quecksilberjodid und Jodsilber, wurde durch Zusammenschmelzen, Abschrecken und Pulvern hergestellt; sie enthielt etwa 100 Teile der ersteren

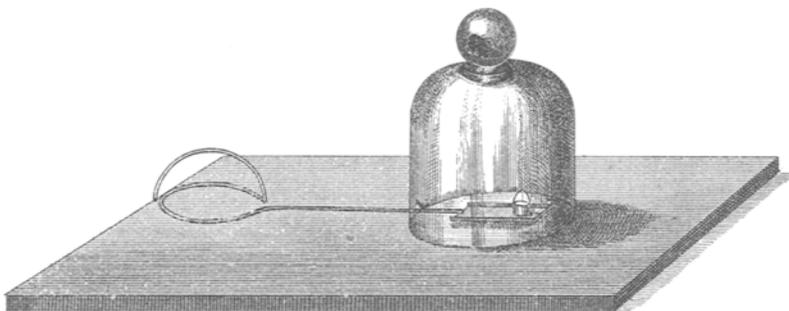


Fig. 6.

Verbindung auf einen Teil der letzteren. Das genaue Verhältnis wurde mittels einer feinen Analysenwaage unter Anwendung von mindestens 5 g Substanz festgestellt. Hierauf wurde das Arbeitsschälchen auf der Kuhlmannwaage und auf der Nernstwaage austariert, auf ersterer eine entsprechende Menge der Mischung abgewogen und auf letzterer der Ausschlag bestimmt, den der Jodsilberrückstand hervorbrachte. Leider ist es mir nicht gelungen, auf solche Weise gute Eichkurven zu erhalten und ich habe nur Vermutungen darüber, ob die Unregelmäßigkeiten auf Ungleichartigkeit in der Zusammensetzung<sup>2</sup> der Mischung oder auf andere Gründe zurückzuführen sind.

Das chemische Eichverfahren kann natürlich Verwendung finden, um den beiläufigen Wert eines Intervalls der empfindlichen Nernstwaage mittels der gewöhnlichen Analysenwaage zu ermitteln. Wenn man nicht wie bei der

<sup>1</sup> Aufwand etwa  $\frac{1}{2}$  g für Modell A.

<sup>2</sup> Über die Herstellung von Durchschnittsproben, welche jeweils für eine Mikrowaage bestimmter Empfindlichkeit geeignet sind, müßten ausführliche Versuchsreihen gemacht werden.

erwähnten Mischung das Verhältnis 1:100 benötigt, sondern nur etwa das von 1:7, so kann Merkurochromat als Eichsubstanz empfohlen werden.<sup>1</sup>

Ich habe mit diesem Material das Modell A mittels des Modells B geeicht und dabei gut stimmende Werte erhalten.

## II. Über Rückstandsbestimmungen mit hochempfindlichen Nernstwagen.

### 1. Allgemeines.

1. Platin als Gefäßmaterial. Aus den Untersuchungen von Holborn und seinen Mitarbeitern<sup>2</sup> sowie von W. Crookes<sup>3</sup> wissen wir, daß dem Platin in hohen Temperaturen nicht jene Widerstandsfähigkeit zukommt, die man ihm in früherer Zeit wohl allgemein zuschrieb. Crookes stellte fest, daß Platinfgefäße zwar stundenlang auf 900° C. erhitzt werden können, ohne sich zu verändern, daß sie aber bei 1300° schon nach relativ kurzer Zeit erheblich an Gewicht verlieren. Da die Arbeitsschälchen im Flammenrand sehr leicht den letzt-erwähnten Hitzegrad annehmen, ist entsprechende Vorsicht geboten.

Nachstehender Versuch beweist die Richtigkeit des Gesagten in bezug auf die hier in Betracht kommenden Umstände: Ein neues Arbeitsschälchen im Gewichte von 13·0 mg (ohne Deckel) verhielt sich beim Glühen folgendermaßen:

---

<sup>1</sup> Der Niederschlag wird nach dem vorgeschriebenen Waschen mit Merkuronitratlösung noch einige Male mit Wasser gewaschen, getrocknet und gut zerrieben. Bei zwei Proben verschiedener Darstellung fand ich 14·33% und 13·99% Rückstand; die kleine Mühe, ein paar Bestimmungen auszuführen, kann in diesem Fall nicht gut erspart werden. Eine Oxydation des Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (siehe Rothaug, Z. anorg. Chem., 84, 165) scheint unter den hier obwaltenden Umständen nicht einzutreten.

<sup>2</sup> Wissenschaftl. Abhandlungen der Physik.-Techn. Reichsanstalt, Bd. IV, Heft 1, p. 87; oder Sitzungsber. der Königl. preuß. Akad. der Wissensch., 1902, XL, 936, ph.-m. Kl., 1903, XII, 245; siehe auch v. Wartenberg, Z. anorg. Chem., 79, 85.

<sup>3</sup> Proceedings of the Royal Society (London), A. 86, No. A. 589, p. 461; Ch. Zentrabl., 1912, II, 232; vgl. auch daselbst 1913, II, 1098, und II, 1126.

5	Minuten	Rotglut im Platinlöffel . . . . .	konstantes Gewicht,
5	»	Gelbglut am Wedekindstäbchen . . . . .	12·9 $\gamma$ Verlust,
5	»	Rotglut im Platinlöffel . . . . .	konstantes Gewicht,
5	»	Gelbglut wie oben . . . . .	4·9 $\gamma$ Verlust,
5	»	» » » . . . . .	4·9 $\gamma$ »

Also betrug die Gewichtsabnahme beim Erhitzen auf Gelbglut:

In den ersten	5 Minuten . . . . .	0·1 %
» » zweiten	5 » . . . . .	0·04
» » dritten	5 » . . . . .	0·04

Die größere Gewichtsabnahme beim erstmaligen Erhitzen hängt offenbar mit dem Gehalt des Platins an anderen Metallen der Platingruppe zusammen. Die Schälchen sollen deshalb vor dem Gebrauch stets eine Zeitlang frei im Bunsenbrenner erhitzt werden. Der Deckel ist getrennt zu erhitzen, da er sonst anschweißt.

Sehr feine Drähte erleiden entsprechend größere Gewichtsverluste, da sie weit höhere Temperaturen annehmen.

Zahlreiche Versuche wurden unternommen, um die Frage zu entscheiden, ob andere Gefäßmaterialien entsprechende Vorteile ergeben könnten. Ein genügend feuerfestes Gefäßchen würde den Anwendungsbereich der Rückstandsbestimmungen sehr erweitern. Man könnte leichtflüchtige Metallverbindungen, wie Kalisalze, von schwerflüchtigen Oxyden, wie Ätzkalk, durch Erhitzen auf Gelbglut trennen u. dgl. Die betreffenden Versuche sind zwar noch nicht ganz abgeschlossen, doch ermutigen die bisherigen Ergebnisse kaum zu einer Fortsetzung. Weder »technische« noch reine Magnesia erwies sich genügend schwer flüchtig und Zirkontiegelchen zerfielen nach dem Abrauchen des Kaliumsulfats zu Pulver. (Die Versuche von Ruff und Lauschke<sup>1</sup> waren zu der Zeit, als ich mit Zirkontiegelchen experimentierte, noch nicht bekannt.) Für approximative Versuche kann man übrigens mit Platin auskommen, indem man die Gewichtsverminderung des Gefäßes berücksichtigt. An Stelle eines Tiegelchens benutzte ich auch Drahtspiralen, welche den Vorteil bieten, daß sie von der Flamme besser durchspült werden; man muß aber dafür die Unbequemlichkeit des jedesmaligen Justierens in den Kauf nehmen. Übrigens versuchte ich auch die Gewichtsabnahme des Platins durch entsprechende Maßnahmen zu verhindern. Erhitzte ich den Tiegel in einer elektrisch glühenden Platinröhre auf einer Magnesiaunterlage im Stickstoffstrom, so traten kleine Gewichtszunahmen ein, für welche es ja verschiedene Erklärungen gibt.<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Ruff und Lauschke, Z. anorg. Ch., 87, 198 (1914).

<sup>2</sup> Diese Versuche wurden mit einer Nernstwaage gewöhnlicher Empfindlichkeit angestellt. Sie werden an dieser Stelle angeführt, weil sie sich hier am besten einfügen.

2. Auf die Reinigung der Schälchen ist Sorgfalt zu verwenden, namentlich beim Übergang zu einer neuen Serie von Bestimmungen. Gewöhnlich habe ich das Arbeitsschälchen mit verdünnter Salpetersäure in einer Proberröhre gekocht und dann mit Wasser gewaschen. Gießt man das letztere bis auf ein Viertel vorsichtig aus, so kann man bei raschem Umschwenken das Schälchen nebst Deckel an den (mit dem Daumen verschlossenen) Rand der Eprouvette bringen, es nach neuerlichem vorsichtigen Wenden daselbst mit der Pinzette fassen, dann auf Filtrierpapier legen und den noch darin befindlichen Tropfen gleichfalls mit etwas Papier herausholen. Schließlich wird das Schälchen ausgeglüht. Oft genügt einfaches Ausglühen, z. B. um Kaliumsulfat zu vertreiben. Viele Glührückstände lassen sich auch mechanisch ziemlich vollständig entfernen, z. B. Chromoxyd durch Ausklopfen u. dgl.

Die zu analysierende Substanz wird mittels Mikrospatel (flach geschlagener Platindraht) in das Tiegelchen gebracht und daselbst vor dem Erhitzen unter dem Mikroskop durchmustert; ein Papierfaserchen kann ja natürlich das Resultat verderben. Über die Art des Erhitzens folgt Näheres bei den Beispielen.

Sehr empfehlen möchte ich bei dieser Gelegenheit nach dem Vorschlag von Pregl das »Blockieren« der Analysen,<sup>1</sup> d. h. es werden die Bestimmungen mit der Substanz unbekannter Zusammensetzung zwischen zwei Bestimmungen mit bekanntem und, wie ich hinzufügen möchte, möglichst ähnlichem Analysenmaterial eingeschlossen.

Auf die Reinheit der Reagenzien wird man natürlich sehr achten, denn es läßt sich schwer vermeiden, daß ein großer Überschuß zur Anwendung gelangt. Bisher habe ich den in den Tiegel zu bringenden Tropfen stets mit einer kleinen Quarzpipette eingeblasen; die naheliegende Befürchtung, daß man dabei durch Aufsteigen von Salzlösung einen Verlust herbeiführen könnte, hat sich nicht bewahrheitet. Es sollen aber noch Versuche mit Sprayapparaten gemacht werden,

---

<sup>1</sup> Abderhalden, Biochem. Arbeitsmethoden, V, p. 1332.

bei welchen der gedachte Einwand natürlich wegfällt und welche auch den Zusatz beliebig kleiner Dosen gestatten müßten. Häufig wird sich behufs Reinigung die Destillation ad hoc<sup>1</sup> empfehlen. Um rückstandsfreie Schwefelsäure zu erhalten, habe ich Wasser, das nur mit Quarz in Berührung gekommen war, in einem Quarzschälchen abwechselnd in eine Schwefeldioxydatmosphäre und in den Dampf von rauchender Salpetersäure gebracht. Überhaupt wird man, wenn zugänglich, gasförmige Reagenzien anwenden.

3. Die Auswahl der Beispiele betreffend sei bemerkt, daß ich mich auf solche Fälle beschränkte, von welchen eine häufigere Anwendung erwartet werden kann. Tatsächlich ist das Gebiet, auf welchem Rückstandsbestimmungen Aufklärung bringen können, ein ziemlich ausgedehntes: bei den organischen Basen kann man z. B. die meist gut krystallisierenden Chloroplatinate, Chloroaurate und Chromate, bei den Säuren etwa die Salze des Kaliums, Bariums, Silbers usw. benutzen. Die Bestimmungen nehmen wenig Zeit in Anspruch, da die kleinen Gefäße ungeheuer rasch abkühlen und gleich nach dem Glühen schon gewogen werden können.

Eine Kaliumbestimmung in 0·03 mg Weinstein mittels Modell A, bei der das Sulfat dreimal mit Ammoniak behandelt und viermal geglüht wurde, nahm samt Reinigung des Tiegels und Berechnung der Analyse 33 Minuten in Anspruch; eine Rückstandsbestimmung in 0·13 mg Gips mittels Modell B dauerte 18 Minuten, und zwar ging im letzteren Fall der größte Teil der Zeit beim Wägen verloren, während sich der Balken beruhigte.

4. In bezug auf die unten folgenden Zahlenangaben ist zu bemerken:

a) Bezüglich des Modells B, Empfindlichkeit 0·3  $\gamma$ . Die Zahlen bedeuten die abgelesenen Skalenausschläge nach Abzug der jeweiligen Tarielage des Arbeitsschälchens. Nur beim ersten Beispiel wird auch diese angeführt. Eine Korrektion war, wie schon bemerkt, nicht erforderlich. Ein Teilstrich der Mikrowägenskala entspricht 6·3  $\gamma$ .

b) Bezüglich des Modells A, Empfindlichkeit 0·1  $\gamma$ . Die Zahlen bedeuten korrigierte Skalenwerte, und zwar waren,

---

<sup>1</sup> Vgl. den Bericht über die Fortschritte der Mikrochemie in den Jahren 1911 und 1912, Cöthener Chem.-Ztg., 1913, p. 1461.

wie schon angedeutet, teilweise zweierlei Korrekturen erforderlich, nämlich eine wegen Ungenauigkeit der Skala und (eventuell) noch eine wegen Nichtproportionalität der Ausschläge, welche zweite Korrektur der Eichkurve entnommen wurde. Nur im ersten Beispiel sind diese Daten wieder voll aufgeführt. Bei den meisten Bestimmungen entsprach ein Skalenintervall  $4 \cdot 3 \gamma$ ; die größere Genauigkeit ergab sich bekanntlich aus der Ablesung mittels des Okularschraubenmikrometers.

Die bei beiden Modellen in Klammern hinzugefügten Gewichte in Milligrammen sind nur zur Orientierung angegeben und haben nicht Anspruch auf Genauigkeit.

5. Da die Aufzählung aller ausgeführten Bestimmungen viel zu viel Raum beanspruchen würde, mußte eine Auswahl getroffen werden. Ich habe dabei möglichst Analysen einer Serie bevorzugt und ferner solche, welche öfter wiederkehrende Werte ergeben haben. Die Wage *B* wurde nur in einer einzigen Aufstellung benutzt, bei Wage *A* kamen vier verschiedene Aufstellungen zur Anwendung, wobei zwei Skalen (von verschiedenen Firmen) benutzt wurden.

## 2. Beispiele von Rückstandsbestimmungen.

I. Bestimmung des Krystallwassers; Beispiel: natürlicher Gips ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ , Wassergehalt:  $20 \cdot 9\%$ ).

Die Bestimmung des Glühverlustes beim natürlichen Gips erfordert kaum besondere Vorsichtsmaßregeln. Man pulvert das Mineral<sup>1</sup> und ermittelt die Gewichtsabnahme, nachdem die Probe eine halbe Minute auf schwache Rotglut erhitzt worden ist. Um zu hohe Temperatur zu vermeiden, legt man das Arbeitsschälchen auf eine passende Unterlage, z. B. in einen Porzellan- oder Quarztiegel oder auf einen ganz reinen (d. h. z. B. die Flamme nicht färbenden) Platinlöffel.

1. Versuche mit Modell *B*.

a) Ausschlag des leeren Arbeitsschälchens ...	5·35
Arbeitsschälchen + Gips .....	58·85
Nach dem Glühen.....	47·75

<sup>1</sup> Vgl. G. Steiger, Z. f. Krystallogr., 52, 81

Also zeigten 53·5 Teile Gips ( $= 0\cdot33 \text{ mg}$ ) einen Gewichtsverlust von 11·10 Teilen oder  $20\cdot8\%$ .

Weitere Bestimmungen:

Gips . . . . .	b) 46·83 (0·3 mg)	c) 27·27 (0·17 mg)	d) 12·53 (0·08 mg)
Verlust . . . . .	9·75	5·67	2·63
In Proz. . . . .	20·8	20·8	21·0

2. Versuche mit Modell A.

		korr. Werte	
a) Schälchen . . . . .	39·78	40·86	40·86
Gips . . . . .	48·26	49·56	49·64
Nach dem Glühen . . . . .	46·49	47·75	47·81,

d. h. Gips: 8·78 Teile ( $= 0\cdot038 \text{ mg}$ ), Verlust: 1·83 oder  $20\cdot8\%$ .

Weitere Bestimmungen:

Gips . . . . .	b) 5·08 (0·02 mg) <sup>1</sup>	c) 13·36 (0·057 mg)	d) 15·51 (0·067 mg)
Verlust . . . . .	1·07	2·76	3·20
In Proz. . . . .	21·0	20·7	20·7

## II. Bestimmung von Platin in Chloroplatinaten organischer Basen; Beispiel: Chinolinchloroplatinat ( $2 \text{ C}_9\text{H}_7\text{N} \cdot \text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 2 \text{ H}_2\text{O}$ , Platingehalt $27\cdot7\%$ ).

Die Bestimmung des Glührückstandes bei den eben genannten Platinverbindungen erfordert gleichfalls nur die Vorsichtsmaßregeln, welche durch das bekannte Verhalten dieser Stoffe gegeben sind. Bei der Chinolinverbindung hat das Erhitzen langsam zu erfolgen, da man sonst durch Verspritzen Verluste erleidet. Am zweckmäßigsten ist es, das Arbeitsschälchen in einen Porzellantiegel zu stellen und, mit der Zündflamme beginnend, die Temperatur so zu steigern, daß die Bunsenflamme etwa nach 5 Minuten voll brennt.

Das Arbeitsschälchen kann bedeckt bleiben, da die minimale Menge Kohlenstoffes, welche sich beim Erhitzen bildet, trotzdem leicht verbrennt.

1. Modell B.

Chinolinchloroplatinat . . . . .	a) 49·75 (0·31 mg)	b) 31·2 (0·19 mg)
Platin . . . . .	13·80	8·65
Platin in Prozenten . . . . .	27·7	27·7

<sup>1</sup> Andere Einstellung wie bei den übrigen Versuchen.

## 2. Modell A.

Chinolinchloro-

platinat . . . . .	a) 9·28 (0·04 mg)	b) 5·22 (0·02 mg)	c) 8·22 (0·035 mg)
Platin . . . . .	2·59	1·44	2·27
Platin in Proz..	27·9	27·6	27·6

### III. Bestimmung von Chrom in Chromaten organischer Basen; Beispiel: gelbes Guanidinchromat ( $2 \text{ CH}_5\text{N}_3 \cdot \text{H}_2\text{CrO}_4$ , Chromgehalt 22·0%).

Die Bestimmungen werden wie die im vorigen Absatz besprochenen ausgeführt. Zur Anwendung gelangte das Wagmodell A. 12·52 Teile (0·05 mg) gaben 4·04 Teile Rückstand oder 22·1% Chrom.

### IV. Bestimmung von Kalium oder Natrium als Sulfat; Beispiele: Weinstein ( $\text{C}_4\text{H}_5\text{KO}_6$ , Kaliumgehalt: 20·8%), Kochsalz ( $\text{NaCl}$ , Natriumgehalt: 39·4%).

Das Abrauchen der Schwefelsäure aus dem das Analysenmaterial enthaltenden Gemisch geschah in einem bedeckten Porzellantiegelchen von  $15 \text{ cm}^3$  Inhalt, dessen Rand mit einer kleinen Ausnehmung versehen war, wie die nachstehende Fig. 7, I erkennen läßt. Anfangs wurde nur wenig erhitzt, nach und nach (5 Minuten) steigerte man die Temperatur, bis der Tiegelboden rotglühend geworden war. Das Arbeitsschälchen hängt hierbei auf einem Platindrahtaken, der selbst von einem korkgefaßten Quarzstäbchen getragen wird. Der Kork *K* wieder ruht auf einem zweiten Kork, der in eine (nicht gezeichnete) Retortenklemme eingespannt ist. Um dann das saure Sulfat zu zerstören, räuchere ich das Tiegelchen wiederholt in einer Ammoniakatmosphäre. Man bringt es zu diesem Zweck während einer Minute in das Fläschchen II, Fig. 7, glüht hierauf wieder, und zwar nur eine halbe Minute lang, durch Einhängen in den Porzellantiegel usw. Es hat sich durch viele Versuche gezeigt, daß nach dreimaligem Räuchern keine Gewichtsänderung mehr erfolgt.

## 1. Modell B.

Weinstein ..	a) 25.02 (0.16 mg)	b) 24.37 (0.15 mg)	c) 24.15 (0.15 mg)
K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> .....	11.57	11.17	11.13
‰ K .....	20.8	20.6	20.7

## 2. Modell A.

Weinstein ..	a) 9.35 (0.04 mg)	b) 7.62 (0.033 mg)	c) 13.45 <sup>1</sup> (0.11 mg)
K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> .....	4.30	3.51	6.23
‰ K .....	20.7	20.7	20.8
Kochsalz ...	a) 6.45 (0.028 mg)	b) 4.83 (0.021 mg)	c) 6.59 (0.028 mg)
Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> .....	7.87	5.89	8.05
‰ Na .....	39.5	39.5	39.6

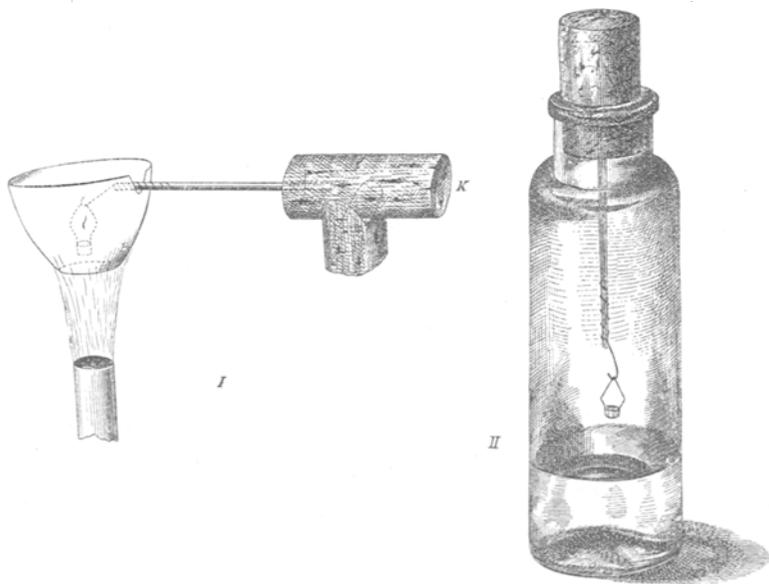


Fig. 7.

### Über anderweitige Anwendungen der hochempfindlichen Mikrowagen.

Es braucht kaum betont zu werden, daß die Anwendungsmöglichkeit der geschilderten Instrumente durch die vorangeführten Beispiele nicht entfernt erschöpft ist. Namentlich könnten die biologischen Wissenschaften aus der Benutzung

<sup>1</sup> Andere Skala wie bei a) und b).

solcher Wagen Gewinn ziehen, wie etwa die folgenden primitiven Fälle zeigen.

1. Der lufttrockene Kadaver einer Stubenfliege wiegt etwa 4 mg. Wollte man über das Gewichtsverhältnis der einzelnen Körperteile oder über deren Aschengehalt unter Benutzung einer gewöhnlichen Analysenwage Aufschlüsse gewinnen, so müßte in ziemlich zeitraubender Weise eine größere Anzahl von Individuen untersucht werden. Mittels unserer Mikrowagen konnte unter Verwendung einiger weniger Exemplare festgestellt werden, daß z. B. der Fuß der Fliege schwerer war als der Flügel, daß letzterer aber den kleineren Aschengehalt (4·2 0/0 gegen 5·8 bis 6·1 0/0) aufwies. Das Gewicht der beiden Flügel betrug bei 4 mg Körpergewicht rund 0·1 mg oder etwas über 2 0/0; beim lebenden Insekt ist der Flügel natürlich relativ leichter.

2. Ebenso können das Gewicht und der Aschengehalt kleiner Pflanzenteile leicht ermittelt werden. Ich habe zunächst an die Brennhaare der Nessel gedacht, doch war diese Pflanze zu der Zeit, da die Arbeit abgeschlossen werden sollte, hier nicht erhältlich. Der Direktor des hiesigen Botanischen Gartens, Herr Universitätsprofessor Dr. K. Fritsch, hatte die Güte, mir Blätter von *Gynura aurantiaca* und von *Laportea moroides* zu überlassen. Die erstgenannte Pflanze ist reichlich mit violetten, zarten Haaren bedeckt, deren Einzelgewicht lufttrocken etwa 0·5  $\gamma$  beträgt. Die (berüchtigten) Brennhaare der *Laportea* wiegen einzeln etwas über 2  $\gamma$ . Der Aschengehalt ergab sich im ersten Fall zu 13·2 0/0, im zweiten zu 33·2 0/0, beziehungsweise 36·4 0/0, auf lufttrockenes Material bezogen. Zu einer Aschenbestimmung genügten etwa zehn Brennhaare; die Differenz der zwei Bestimmungen erklärt sich leicht, da die Menge des flüssigen Inhaltes bei den verschiedenen Brennhaaren eine sehr verschiedene ist; übrigens stammt der größere Wert vom getrockneten, der kleinere vom frischen Blatt.

### III. Über andere Mikrowagen.

#### 1. Notiz über die »Torsionswage« von Hartmann & Braun A. G. Frankfurt a. M.

Seit einigen Jahren bringen bekanntlich Hartmann & Braun Zeigerwagen<sup>1</sup> in den Handel, welche in sehr verschiedenen Modellen hergestellt werden. Für unsere Zwecke kommt nur die empfindlichste Ausführung in Betracht, welche die unmittelbare Ablesung von 0·02 mg und die Schätzung von etwa 0·005 mg erlaubt. Das Instrument verträgt nur eine sehr kleine

<sup>1</sup> »Im Laboratorium« (Warmbrunn, Quilitz & Co.), April 1913, p. 211. Bekanntlich hat sich namentlich J. Bang der Wage zu physiologisch-chemischen Zwecken bedient; siehe Biochem. Zeitschr., 49, 19, u. Z. angew. Chem., 28, 54.

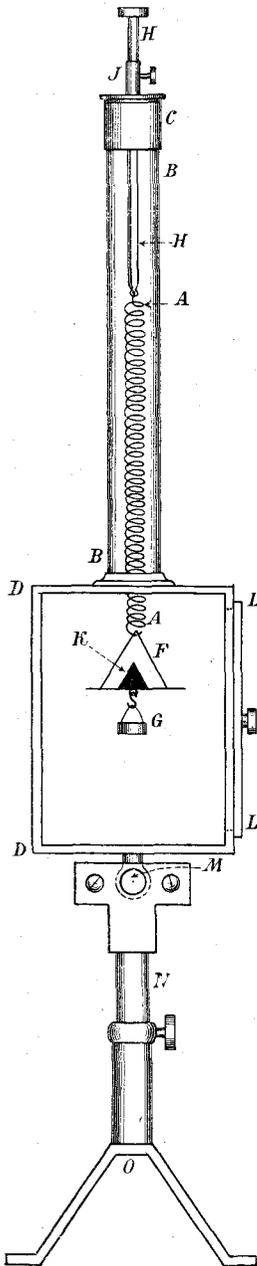


Fig. 8.

Tara, z. B. eine solche von 2 bis 3  $mg$ , die man sich in Gestalt eines Arbeitstiegels (eventuell mit Deckel) nach dem Donau'schen Preßverfahren herstellt. Rückstandsbestimmungen mit einem Aufwand von maximal 4  $mg$  (so weit reicht die Skala bei 2  $mg$  Tara) fallen auf 0.2  $\%$  genau aus und erfordern einen minimalen Zeitaufwand. Wenn es gelänge, der Wage eine etwas größere Empfindlichkeit zu geben und sie für Belastungen (Tara) von 100 bis 200  $mg$  einzurichten, würde das Instrument für Mikroanalysen ausgezeichnete Dienste leisten können.

## 2. Eine neue Projektionsfederwaage für Vorlesungsversuche.

Zu Demonstrationen (z. B. zur Veranschaulichung des Gesetzes der konstanten Proportionen) benutze ich seit ein paar Jahren ein Apparatchen, welches nach dem Prinzip der Joly'schen Federwaage konstruiert ist, sich aber durch eine weit größere Empfindlichkeit auszeichnet. Die Einrichtung ist, vgl. Fig. 8, die folgende:

Eine Spiralfeder  $A$  ist in einem Gehäuse aufgehängt, welches aus einer Glasröhre  $B$  mit Metallfassung  $C$  und aus einem parallelepipedischen Kästchen  $D$  besteht. Die Feder trägt am unteren Ende ein zartes Drahtgehänge  $F$ , auf welchem selbst wieder mittels eines Hakens das (Platin-) Arbeitsschälchen  $G$  hängt. Oben wird die Feder von einer Messingstange  $H$  getragen, die sich in der federnden Hülse  $J$  auf- und abschieben läßt.  $K$  ist eine aus Folie hergestellte Marke, welche auf eine Skala projiziert wird, die die Stelle des sonst benutzten Projektionsschirmes einnimmt.

Der untere, kastenartige Teil *D* des Gehäuses besitzt seitlich ein Türchen *L* zum Aus- und Einführen des Schälchens; die im Durchschnitt gezeichneten Wände sind aus Metall, die Vorder- und Rückwand jedoch aus Glas, und zwar muß die dem Projektionsschirm (der Skala) zugekehrte Scheibe etwa Deckglasdicke ( $0.2\text{ mm}$ ) besitzen, damit keine nennenswerte Verzerrung der Ausschläge eintritt. Das Kugelgelenk *M* ermöglicht die Vertikalstellung des Apparates bei nicht horizontaler Lage der optischen Bank, der untere Teil *N* dient zum Einklemmen in ein passendes Stativ, z. B. in den Reiter *O* des Zeiß'schen Projektionsapparates. Die gesamte Anordnung ist noch aus Fig. 9 ersichtlich: es bedeuten: I die Lichtquelle,

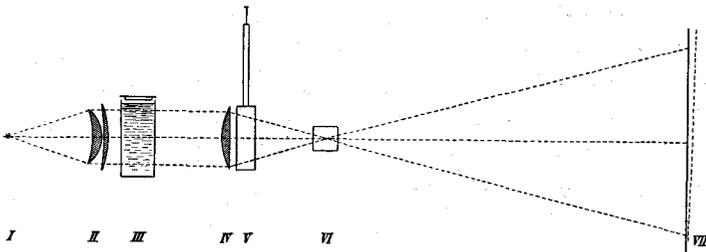


Fig. 9.

II den Kollektor, III eine mit halbprozentiger Kupfervitriol-lösung gefüllte Küvette zur Absorption der Wärmestrahlen,<sup>1</sup> IV den Kondensator, V die Federwaage, VI das Objektiv und VII die Skala. Letztere wird so weit gerückt, daß  $10\text{ mg}$  einen Ausschlag von 20 bis 40  $\text{cm}$  ergeben. Ist sie z. B. auf Millimeterpapier gezeichnet, so können (in der Nähe) die Gewichte auf rund  $\frac{1}{30}\text{ mg}$  abgelesen werden und bis zu dieser Grenze reicht auch bei raschem Arbeiten die Verlässlichkeit der Bestimmungen.

Viele Versuche wurden unternommen, um das passendste Federmaterial ausfindig zu machen; bisher sind die besten Resultate noch immer mit Stahl erhalten worden. Der Draht

<sup>1</sup> Vielleicht darf an dieser Stelle der noch immer verbreitete Irrtum korrigiert werden, daß der Alaunlösung ein besonderes Absorptionsvermögen für Wärmestrahlen zukommt. Vgl. R. Zsigmondy, Ann. d. Phys., 285, 531 (1893).

wird 0·05 bis 0·07 *mm* stark genommen, man wickelt etwa 100 Windungen zu je 7 *mm* Durchmesser und erhält dann mit 10 *mg* einen wahren Ausschlag von zirka 20 *mm*. Das Schälchen wiegt ohne Deckel, der entbehrlich ist, 15 *mg* und besitzt 10 *mm* Durchmesser und 3 *mm* Höhe.

Die Ausschläge sind den Belastungen nicht völlig proportional, doch kann man die Fehler für die in Betracht kommenden Zwecke mit genügender Genauigkeit durch geringes Schiefstellen der Skala ausgleichen. Vgl. die punktierte Lage der Skala in der Figur.

Beim Beginn eines Versuches stellt man das Bild der Marke *K* auf Null, was durch Heben oder Senken der Federwage oder der Stange *H* oder endlich durch Verschieben der Skala leicht zu erreichen ist. Danach zeigt man die Proportionalität der Ausschläge durch Auflegen von zwei oder drei (gut justierten) Zentigrammgewichten. Endlich kann die Bestimmung vorgenommen werden, sie dauert bei Anwendung von Gips etwa 3 Minuten und ergibt stets einen Wassergehalt von 20·7 bis 20·9% statt der berechneten 20·9%. Der Materialaufwand beträgt etwa 20 *mg*. Wenn man den Apparat nicht braucht, so spannt man die Feder durch Auflegen eines größeren Gewichtes so weit, als es die Dimensionen des Kästchens gestatten.

Daß sich der Apparat zu weiteren Vorlesungsversuchen eignet, braucht kaum hervorgehoben zu werden. Tariert man ein Quarzglasstäbchen, so kann die Flüchtigkeit des Materials nach kurzem Erhitzen in der Knallgasflamme festgestellt werden.<sup>1</sup> Unter anderem habe ich auch Gasdichtebestimmungen in der Weise ausgeführt, daß an Stelle des Glühschälchens ein leichtes Glaskügelchen von etwa 24 *mm* Durchmesser aufgehängt wurde. Das Gehäuse wurde durch Verschmieren mit Vaseline abgedichtet und mit zwei Zuleitungsröhren versehen, die zu Entwicklungsapparaten für Wasserstoff und Kohlensäure führten. Aus dem Stande der Marke in Luft, Wasserstoff und Kohlensäure ergab sich die Dichte der letzteren in drei Versuchen zu

1·53, 1·52 und 1·53

---

<sup>1</sup> Der Versuch empfiehlt sich bei einem Vortrag über Mikrowagen, da bekanntlich Steele und Grant die Flüchtigkeit des Siliciumdioxids bei der Justierung ihrer Wagen benutzen.

anstatt 1·53 für Luft = 1. Da die Feder durch das Glaskügelchen stark gedehnt wird, muß man aber die Röhre *B*, Fig. 8, entsprechend lang (z. B. gegen  $\frac{1}{2} m$ ) wählen und der Apparat verliert dadurch an Handlichkeit.<sup>1</sup>

Bei genaueren Versuchen, bei welchen die Verlängerung der Feder mittels eines Horizontalmikroskops gemessen wurde, hat sich der Apparat wegen der Inkonstanz der Nullage, die wohl vor allem mit der elastischen Nachwirkung der Feder zusammenhängt, nicht bewährt; es kamen neben sehr verschiedenen Federmaterialien z. B. auch Wolfram- und Tantalspiralen zur Anwendung, für deren Überlassung ich den Firmen Siemens & Halske sowie Joh. Kremenetzki in Wien zu Dank verpflichtet bin.

### Zusammenfassung.

1. Die gewöhnliche Nernstwaage wird in der von mir und Donau modifizierten Gestalt unter Anführung einiger Neuerungen beschrieben. Insbesondere dient zur Ablesung der Zeigerstellung nicht mehr das Fernrohr, sondern ein von Zeiß konstruiertes Mikroskop. Die Empfindlichkeit beträgt etwa 0·003 *mg*. Sie beträchtlich zu erhöhen, ist bei diesem Modell unmöglich, da die im Gehäuse stets auftretenden Luftströmungen die Nullage bei größerer Empfindlichkeit zu sehr beeinflussen.

2. Es werden zwei empfindlichere Modelle beschrieben; sie besitzen einen horizontalen Quarzbalken, dessen einer Arm als Zeiger dient. Dadurch wird die Anwendung des von Steele und Grant bei ihrer Vakuumwaage eingeführten kleinen Metallgehäuses ermöglicht. Die Wägungen sind auf 0·0003, beziehungsweise 0·0001 *mg* genau.

3. Dementsprechend können quantitative Analysen (Rückstandsbestimmungen) mit einem Materialaufwand von 0·1 bis 0·3 *mg*, beziehungsweise von 0·03 bis 0·05 *mg* ausgeführt werden. Sie fallen auf 0·2% genau aus. Als Beispiele werden angeführt: Krystallwasser in Gips, Platin in Chinolinchloroplatinat, Chrom in Guanidinchromat, Kalium und Natrium (als Sulfate) in Weinstein und Kochsalz.

4. Die hochempfindlichen Nernstwagen dürften sich namentlich zur Lösung physiologisch-chemischer Fragen, z. B. bei der

---

<sup>1</sup> Die bisher benötigten Projektionsfederwagen hat mir Herr Universitätsmechaniker C. Roczek (Graz) angefertigt, die fabriksmäßige Herstellung dürfte die Firma Spindler & Hoyer (Göttingen) übernehmen.

Untersuchung von Insekten oder kleinen Pflanzenteilen benutzen lassen.

5. Die »Torsionswage« von Hartmann und Braun ist für Rückstandsbestimmungen bei einem Materialaufwand von einigen Milligrammen recht geeignet.

6. Eine neue »Projektionsfederwage« für Vorlesungsversuche wird beschrieben.

---