



Gravimetrische Analysen

Skript Kapitel 5.3, Seite 70




Lernziele


Nach diesen vier Lektionen soll der Kursteilnehmer

- die wichtigsten Grundbegriffe rund ums Wägen kennen (Brutto, Tara, Netto, Gewicht, Masse),
- wissen, wie man Fehler bei gravimetrischen Analysen ausschaltet,
- die Bestimmung von Trockensubstanz, Trockenrückstand, Glührückstand, Absetzvolumen und gesamten ungelösten Stoffe anhand einer Arbeitsvorschrift durchführen können.

Definition von Masse und Gewicht



Die **Masse** (m) eines Körpers ist überall gleich.
Das Ur-Kilogramm wurde 1889 in Paris definiert.
Die Einheit der Masse ist das **Kilogramm (kg)**.



Das **Gewicht** (G) eines Körpers ist standortabhängig.
Es beschreibt, wie stark ein Körper durch die Gravitation (Schwerkraft, Erdanziehung) nach unten gezogen wird.
Am Äquator ist das Gewicht eines Körpers 0.5% geringer als am Nordpol.

Die Einheit der Gewichtskraft ist das **Newton (N)**.

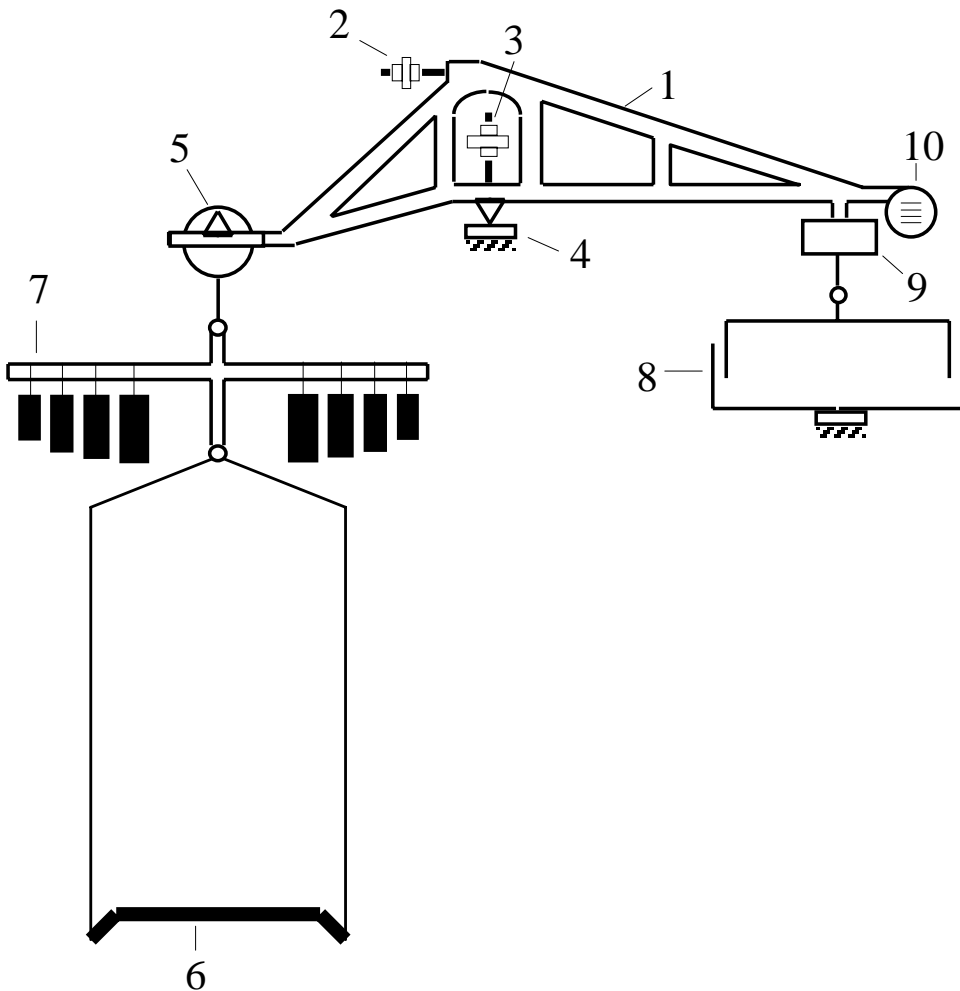
In der Umgangssprache spricht man oft von Gewicht und meint damit die Masse.

$$G = m \times g$$

Mechanische Waagen



Die Substitutionswaage

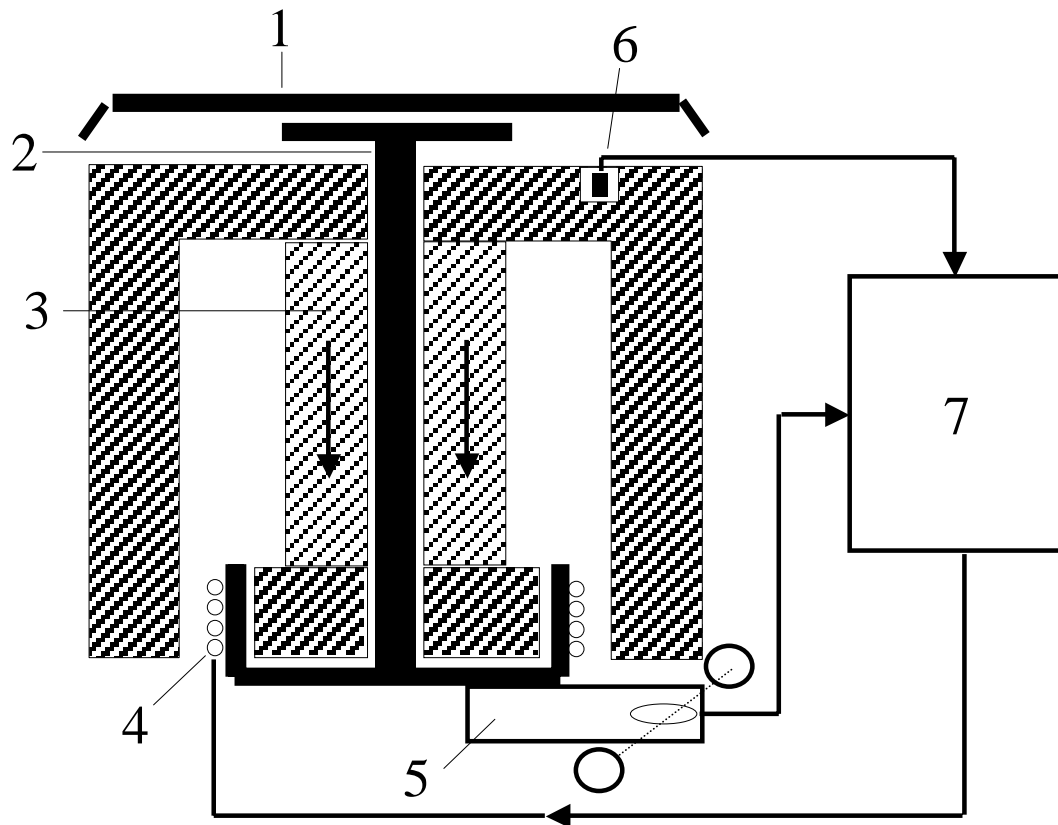


1. Waagebalken mit Hauptschneide und Waagschalenschneide
2. Reguliergewicht für die Nullstellung
3. Reguliergewicht für den Skalenwert
4. Pfanne für die Hauptschneide
5. Zwischengehänge
6. Waagschale
7. Wechselgewichte (mechanische Gewichtsabhebung)
8. Dämpfer
9. Gegengewicht
10. Mikroskala der optischen Projektion

Elektrodynamische Waagen



Die elektrodynamische Waage



1. Waagschale
2. Schalenträger
3. Magnetzylinder
4. Spule
5. Abtaster
6. Temperaturfühler
7. Elektronik

Denksportaufgabe: Wägen auf dem Mond

Ein Astronaut wägt einen 6 kg schweren Gegenstand auf dem Mond nacheinander mit einer Apothekerwaage, einer Personenwaage, einer Substitutionswaage und einer elektrodynamischen Waage. Was zeigen die Waagen an?



6 kg



1 kg



6 kg



1 kg

nach Kalibration

6 kg



Wichtige Aspekte beim Wägen

- Standort der Waage
- Wägetisch
- Temperatur
- Feuchtigkeitsaufnahme
- Elektrostatische Einflüsse
- Probeneinmass



Standort der Waage

zu vermeiden sind:

- korrosive Atmosphäre (Säuren)
- Staub
- Erschütterungen (Durchgangszonen)
- Luftturbulenzen (Nähe von Klimaanlage)
- Direkte Sonneneinstrahlung (Nähe von Fenstern)
- Feuchtigkeitsquellen



Wägetisch

- Heute sind für Makrowaagen spezielle Wägetische nicht mehr zwingend.
- Ein massiver, verbiegungsfreier Labortisch reicht aus.
- Die Waage ist mit Hilfe der am Gehäuse angebrachten Libelle (Wasserwaage) zu nivellieren.



Temperatur

- Keine Proben direkt aus dem Trockenschrank bzw. Kùhlschrank wàgen!
- Wàgegut an die Temperatur des Labor akklimatisieren!
- Probe mit einer Zange oder einer Pinzette halten!

Feuchtigkeitsaufnahme

- Probe zwischen Trocknung und Wägung in trockener Umgebung (Exsikkator mit Trocknungsmittel) aufbewahren!
- Probe im Exsikkator auf Raumtemperatur abkühlen lassen.
Trocknungsmittel auf Wirksamkeit prüfen!
- Nach der Entnahme aus dem Exsikkator sofort wägen (Exsikkator in der Nähe der Waage aufstellen)!
- Optimale Wäageergebnisse bei 45 bis 65% rF.





Elektrostatische Einflüsse

- Elektrostatische Einflüsse führen zu gravierenden Wägefehlern.
- Betroffen sind gut isolierende Materialien wie Plastik, Glas, trockene Pulver oder Membranfilter.
- Gegenstände immer zentrisch auf die Waageschale stellen!
- Alle betroffenen Teile der Waage müssen geerdet sein.



Probeneinmass und Genauigkeit

Analyse: Bestimmung der Trockensubstanz

Fehlerquelle: Feuchtigkeitsaufnahme des Filters

Einmass Schlamm	20 ml	100 ml
Auswaage = TS auf dem Filter	0.10 g	0.50 g
Feuchtigkeitsaufnahme des Filters	0.01 g	0.01 g
Fehler wegen Feuchtigkeitsaufnahme	10 %	2 %

Die Genauigkeit der gravimetrischen Bestimmungen kann erhöht werden durch Einmass einer möglichst grossen Probenmenge.



Brutto, Tara, Netto

- **Bruttogewicht:** Masse des Wägeguts zusammen mit den mitgewogenen Hilfsmitteln
- **Taragewicht:** Masse der mitgewogenen Hilfsmittel allein (ohne Probe)
- **Nettogewicht:** Masse der Probe allein

$$\text{Netto} = \text{Brutto} - \text{Tara}$$

Übersicht

Gravimetrische Analysen 1

- Trockensubstanz von Belebtschlamm (TS, g/l)
abfiltrierbare Feststoffe im Schlamm
- Glührückstand von Belebtschlamm (GR, % von TS)
anorganischer Anteil der Trockensubstanz
- Glühverlust von Belebtschlamm (GV, % von TS)
organischer Anteil der Trockensubstanz
- Trockenrückstand von Frischschlamm (TR, %)
gelöste und partikuläre Feststoffe im Schlamm
- Glührückstand von Frischschlamm (GR, % von TR)
anorganischer Anteil des Trockenrückstands
- Glühverlust von Frischschlamm (GV, % von TR)
organischer Anteil des Trockenrückstands



H₂O

GV

TR

GR

Übersicht

Gravimetrische Analysen 2

- Gesamte ungelöste Stoffe (GUS, mg/l)
Schwimm-, Schwebestoffe und absetzbare Stoffe
(Filtration über 0.45 µm-Filter)
Grenzwert für den NKB-Abfluss: 15 resp. 20 mg/l
- Absetzvolumen (SV, ml/l)
Volumenanteil des abgesetzten Schlammes nach
30 Minuten ungestörtem Absetzen
- Belebtschlammindex (SI, ml/g)
Absetzfähigkeit des Schlammes
wird aus Trockensubstanz und Absetzvolumen
berechnet



Grösse des Messfehlers bei der GUS-Bestimmung

Sie bestimmen von einer Wasserprobe die gesamten ungelösten Stoffe. Das Einmass beträgt 200 ml. Der Messfehler der Waage beträgt ± 0.1 mg, d.h. die letzte Ziffer auf der Anzeige kann um eine Einheit zu hoch oder zu tief sein. Berechnen Sie die maximalen Messfehler für das GUS-Resultat in mg/l (z.B. ± 0.4 mg/l).

Messfehler für Filter leer: ± 0.1 mg

Messfehler für Filter mit GUS: ± 0.1 mg

Messfehler für Rückstand auf Filter: ± 0.2 mg

(entspricht aber nur 200 ml Probe)

Messfehler für 1 Liter Probe: ± 1 mg/l



Repetition Gravimetrische Analysen: Aufgabe 1

Berechnen Sie anhand der folgenden Daten den Trockensubstanzgehalt, den Glührückstand (in % der TS) und den Glühverlust des Belebtschlamm:

Einmass:	150 ml
Filter leer:	0.8845 g
Filter + Trockensubstanz:	1.4181 g
Tiegel leer:	26.7588 g
Tiegel + Glührückstand:	26.9148 g



Repetition Gravimetrische Analysen: Aufgabe 2

Sie wollen den Trockenrückstand (in %) sowie den Glührückstand und -verlust von Faulschlamm bestimmen. Verwenden Sie zur Berechnung die folgenden Werte:

Schale leer:	66.5692 g
Schale + Einmass:	154.2346 g
Schale + Trockenrückstand:	71.5204 g
Schale + Glührückstand:	69.6389 g



Repetition Gravimetrische Analysen: Aufgabe 3

Von 100 ml Belebtschlamm bestimmen Sie die Trockensubstanz.

Taragewicht: 0.452 g

Bruttogewicht: 0.804 g

1. Berechnen Sie das Nettogewicht.
2. Wie gross ist die Trockensubstanz in mg/l ?



Repetition Gravimetrische Analysen: Aufgabe 4

Berechnen Sie aus den folgenden Werten den Trockenrückstand von Faulschlamm (in %).

Wie gross ist der organische Prozentanteil im
Trockenrückstand?

Schale leer:	100.789 g
Schale + Einmass:	199.765 g
Schale + Trockenrückstand:	106.048 g
Schale + Glührückstand:	102.947 g



Repetition Gravimetrische Analysen: Aufgabe 5

Berechnen Sie anhand der folgenden Daten den Trockensubstanzgehalt, den Glührückstand (in % der TS) und den Glühverlust des Belebtschlamm:

Einmass:	100 ml
Filter leer:	0.4955 g
Filter + Trockensubstanz:	0.9655 g
Tiegel leer:	22.6699 g
Tiegel + Glührückstand:	22.8411 g



Repetition Gravimetrische Analysen: Aufgabe 6

Von 200 ml NKB-Abfluss werden die gesamten ungelösten Stoffe bestimmt:

Filter leer: 84.1 mg

Filter + Trockenrückstand: 85.2 mg

NKB-Abfluss: 5'000 m³/h

Berechnen Sie die GUS in mg/l sowie die GUS-Tagesfracht (kg/d).