

Zeitschrift für angewandte Chemie.

1897. Heft 7.

Mittheilungen aus dem Laboratorium für allgemeine und analytische Chemie an der technischen Hochschule in Brünn.

Von

Professor Jos. Habermann.

1. Ein Beitrag zur Herstellung arsenfreier Reagentien.

Die analytische Chemie hat nicht selten Probleme zu lösen, die ein bedeutendes Maass von Verantwortlichkeit in sich schliessen, und welche deshalb selbst dann, wenn die darauf bezüglichen Methoden ausserordentlich durchgebildet sind, zu den schwierigen Aufgaben des Chemikers gezählt werden müssen.

Zu den Methoden solcher Art scheint mir die Ausmittlung des Arsens in gerichtlichen Fällen gezählt werden zu müssen. Das diesbezügliche Verfahren hat einen solchen Grad von Vollkommenheit erlangt, dass es kaum verbesserungsfähig erscheint. Es besitzt aber auch einen Grad von Empfindlichkeit, der kaum noch steigerungsfähig ist, dessen Steigerung aber sicherlich keinem Bedürfniss der gerichtlichen Chemie entspricht. Denn abgesehen davon, dass das Arsen nach den dermaligen analytischen Methoden in ziemlich vielen Gegenständen des täglichen Bedarfs nachgewiesen werden kann, wird dasselbe auch als Heilmittel, wenn auch nur in minimalen, so doch in solchen Dosen verwendet, dass es, dem menschlichen Organismus einverleibt, immer noch mit Sicherheit nachgewiesen werden kann, ganz abgesehen davon, dass Arsenverbindungen, namentlich das Arsentrionoxyd, in manchen Gegenden ziemlich häufig als Genussmittel verwendet wird. Wenn unter solchen Umständen die Nachweisung des Arsens relativ leicht, die Beantwortung der Frage hingegen, ob eine Arsenvergiftung vorliegt oder nicht, ziemlich schwierig erscheint, so weiss doch jeder Gerichtschemiker, dass selbst die sichere Nachweisung des Arsens keineswegs so leicht ist, wie sie es zu sein scheint. Die diesbezüglichen Schwierigkeiten liegen eben darin, dass einerseits, wie schon gesagt, die Empfindlichkeit der Methoden und Reactionen, welche zur Nachweisung des Arsens dienen, fast über-

mässig gross ist, und andererseits Spuren von Arsen häufig nicht allein in den Gegenständen des täglichen Bedarfs, sondern auch in den Reagentien enthalten sind, welche bei der Prüfung von Leichentheilen u. s. w. auf Arsen Verwendung finden. Von den diesbezüglichen Reagentien kann eine Anzahl im Handel in völlig arsenfreiem Zustande erhalten werden. Es gilt dies nach meinen vieljährigen Erfahrungen von der Schwefelsäure, welche die K. K. Schwefelsäurefabrik in Unter-Heiligenstadt in Wien als chemisch reine Schwefelsäure liefert, von dem als chemisch rein bezeichneten Kaliumchlorat, Natriumnitrat und Natriumcarbonat des Handels, und in der Regel gilt dies auch von dem Zink, welches unter der Bezeichnung „arsenfrei“ im Handel erscheint.

Hingegen enthalten die Salzsäure und das Ammoniak des Handels, auch dann, wenn sie als chemisch rein bezeichnet sind, u. z. die erstere fast immer Spuren von Arsen. Aber auch der Schwefelwasserstoff enthält, nach dem gewöhnlichen Verfahren aus dem stets arsenhaltigen Schwefeleisen entwickelt, immer Arsen, welches sodann in das mit solchem Schwefelwasserstoff dargestellte Schwefelammonium nicht allein übergeht, sondern sich in demselben anhäuft. Bis vor verhältnissmässig kurzer Zeit besaßen wir kein Hilfsmittel, um solchen arsenhaltigen Schwefelwasserstoff vor seiner Verwendung in der chemischen Analyse, oder zur Darstellung von Schwefelammonium von Arsen mit Sicherheit zu befreien, und bildete dieser Umstand die Ursache für den wiederholt gemachten Vorschlag, zur Erzeugung von Schwefelwasserstoff statt des Schwefeleisens das Schwefelcalcium zu verwenden, welches leicht arsenfrei erhalten werden kann. Vor einer Reihe von Jahren habe ich selbst ein Verfahren zur Erzeugung von völlig arsenfreiem Schwefelwasserstoff beschrieben (Verhandl. d. naturf. Vereins in Brünn 17, 11), welches auf der Anwendung von Schwefelcalcium, Chlormagnesium und Wasser basirt, in seiner Ausführung einfach ist und immer vollständig befriedigende Resultate liefert. Obwohl ich dieses Verfahren auch heute noch für alle jene Fälle empfehlen kann, in welchen es sich darum handelt, von vornherein ein arsenfreies Schwefelwasserstoffgas

zu erhalten, ist dasselbe insofern entbehrlich geworden, als seither eine Methode bekannt geworden ist, welche es erlaubt, den aus gewöhnlichem Schwefeleisen entwickelten, arsenhaltigen Schwefelwasserstoff mit Sicherheit vom Arsen in einfacher Weise zu befreien. Es ist dies das Verfahren von Oskar Jakobson (Ber. d. deutsch. chem. Gesellsch. 20, 1999), welches darauf basirt, das von der Hauptmenge von Feuchtigkeit befreite Schwefelwasserstoffgas über eine geringe Menge Jod zu leiten und sodann mit destillirtem Wasser zu waschen. Dieses Verfahren liefert, nach meinen zahlreichen Beobachtungen, stets befriedigende Resultate, der Schwefelwasserstoff kann durch dasselbe leicht völlig arsenfrei erhalten werden, und es bleiben somit nur noch die Salzsäure und das Ammoniak übrig, für welche mir keine bequemen Verfahren bekannt sind, nach denen es möglich wäre, auch diese Reagentien und somit auch das Schwefelammonium leicht arsenfrei zu gewinnen.

Nach vielfachen Erfahrungen, die ich im Laufe der letzten Jahre gemacht und ausprobiert habe, gelingt aber die vollständig arsenfreie Darstellung auch dieser Reagentien nach folgendem Verfahren.

Salzsäure. Man versetzt am besten die sog. chemisch reine Salzsäure des Handels mit einer sehr geringen Menge von Kaliumchlorat (für chemisch reine Salzsäure genügen weniger als 0,5 g im Liter Salzsäure) und destillirt die so präparirte Flüssigkeit aus einer Glasretorte, deren Hals durch einen Liebig'schen Kühler mit einer Vorlage verbunden ist, welche mit so viel destillirtem Wasser beschickt ist, dass die Flüssigkeit in der Vorlage etwa 20 bis 25 Proc. Chlorwasserstoff enthält, wenn $\frac{2}{3}$ bis $\frac{3}{4}$ des Retorteninhaltes überdestillirt sind. Selbstverständlich enthält das Destillat freies Chlor, was bei der Verwendung der Salzsäure zur Zerstörung der organischen Substanz der Untersuchungsgegenstände, bei Prüfung auf Arsen, ohne jeden Nachtheil ist. Will man gleichwohl Salzsäure haben, welche kein freies Chlor enthält, dann genügt es, die ersten Antheile des Destillates, welche alles freie Chlor enthalten, für sich aufzufangen. Die Vorlage wird in diesem Falle gewechselt, sobald die Flüssigkeit völlig farblos überdestillirt. Unter allen Umständen bleibt das Arsen vollständig im Destillationsrückstand gelöst.

Ammoniak. Die Spuren von Arsen, welche ich im käuflichen Ammoniak wiederholt beobachtet habe, lassen sich vollständig beseitigen, wenn man das Handelsproduct pro Liter mit einigen cc einer nicht zu verdünnten Lösung

von Kaliumpermanganat versetzt und das Ammoniak sodann aus einem Glaskolben durch Erwärmen in eine Vorlage übertreibt, welche mit so viel destillirtem Wasser beschickt ist, dass dessen Menge etwa $\frac{2}{3}$ vom Volumen der in Arbeit genommenen Ammoniaklösung beträgt. Zweckmässig ist es, zwischen den Destillirkolben und die Vorlage ein kleines Waschgefäß einzuschalten, welches mit einer kleinen Menge von destillirtem Wasser beschickt ist und eine solche Construction besitzt, dass die Möglichkeit des Zurücksteigens der Waschflüssigkeit in den Destillirkolben ausgeschlossen erscheint.

Schwefelammonium. Das nach der eben gegebenen Vorschrift gereinigte Ammoniak bildet die sichere Grundlage, um mit Hilfe des nach der Vorschrift von O. Jakobson gereinigten Schwefelwasserstoffgases völlig arsenfreies Schwefelammonium zu gewinnen.

2. Zwei neue Trockenapparate.

Die Zahl der für die Zwecke der chemischen Laboratorien empfohlenen Trockenapparate ist, wie die Preislisten der verschiedenen Handlungen für chemische Apparate und Geräthschaften darthun, heute schon eine sehr erhebliche. Viele derselben sind, bestimmten Bedürfnissen mit Geschick angepasst und entsprechen berechtigten Anforderungen sehr gut. Angesichts dieser Thatsache mag es überflüssig erscheinen, dass ich es unternehme, zwei neue Trockenapparate zu beschreiben. Ich glaube dies damit rechtfertigen zu können, dass der eine der zu beschreibenden Apparate von jedem Chemiker mit den einfachsten Hilfsmitteln hergestellt werden kann, dass die Kosten dieses Apparates, bez. die zur Anfertigung desselben dienenden Hilfsmittel, sich sehr niedrig stellen, und dass dieser Apparat es erlaubt, den Trockenprocess ohne Weiteres fortwährend mit dem Auge zu verfolgen, während der andere die Gewähr einer völlig constanten, gleichwohl aber für verschiedene Bedürfnisse regulirbaren Temperatur bietet. Eine kurze Beschreibung der Apparate an der Hand der Figur 64 und 65 wird darthun, inwieweit diese Angaben gerechtfertigt sind. Zu Fig. 64. Die Grundlage für den neuen Trockenapparat bildet ein solcher, den ich im Jahre 1884 im 23. Bd. der Verhandlungen des naturf. Vereines in Brünn beschrieben habe, der indessen, allem Anscheine nach, wenig bekannt geworden ist und sich überdies in wesentlichen Stücken von dem heute von mir zu beschreibenden Apparat unterscheidet. Dieser besteht:

1. Aus dem flachen, cylindrischen Metallgefäß *a* von der Form eines Casseroles.

Jedes emailirte oder nicht emailirte Casserole kann in der That zur Herstellung des Apparates verwendet werden. Ich verwende in neuerer Zeit statt der früher benutzten emailirten eisernen Gefässe solche aus Aluminium, welche sich durch ihre grosse Sauberkeit vor den Gefässen aus den meisten anderen Metallen, die in Betracht kommen können, vortheilhaft auszeichnen.

2. Aus der Glasglocke *b*, welche etwa zwei- bis dreimal so hoch ist als das Gefäss *a* und einen solchen Durchmesser hat, dass sie eben noch bequem mit dem unteren Theil in das Gefäss *a* hineingesenkt werden kann. Die Glocke kann zweckmässig aus einer ordinären Glasflasche, welche einen entsprechend weiten Hals besitzt, durch Absprengen des Bodens hergestellt werden.
3. Aus der beiderseits offenen Glasröhre *c*, welche durch den Kork *d* in den Hals der Glocke so befestigt ist, dass das untere Ende eben noch in das Innere der Glocke *b* ragt. Diese Röhre bildet einen wichtigen Theil des Trockenapparates und sollen deshalb über dieselbe etwas genauere Angaben gemacht werden. Die Röhre *c* hat nach meinen Erfahrungen zweckmässig eine Länge von etwa 50 cm und einen lichten Durchmesser von 1,5 bis 2 cm. Sie wird mit Vortheil am unteren Ende trichterförmig erweitert und der Rand dieser Erweiterung nach Innen so umgebogen, dass, und zwar auf der Innenseite der Glasröhre und rings um dieselbe, eine nach oben offene, flache Rinne gebildet wird.

Endlich sei angeführt, dass der Boden des Gefässes *a* zweckmässig mit einer dünnen Asbestscheibe *e* bedeckt und auf dieselbe der Drahtdreifuss *f* gestellt wird. Selbstverständlich kann die Asbestscheibe durch eine dünne Sandschicht ersetzt werden. Die Anwendung und die Handhabung des Apparates erscheinen, dem Fachmann gewiss, so selbstverständlich, dass diesbezüglich wenige Bemerkungen genügen werden. Zur Aufstellung des Trockenapparates kann jeder Dreifuss und jedes Metallstativ benutzt werden, wie anderseits zum Erwärmen jeder beliebige Kochbrenner herangezogen werden kann. Durch die den Boden des Gefässes *a* bespülende Flamme wird die Luft in der Glocke *b* allmählich erwärmt. Die erwärmte Luft entweicht durch das Schornsteinrohr *c*, während unter dem Rande der Glocke, welche den Boden des Metallgefässes, bez. die Asbestscheibe nur lose berührt, vorgewärmte

Luft in dem Maasse nachströmt, als erwärmte, ev. mit Feuchtigkeit beladene Luft durch das Schornsteinrohr *c* entweicht. Es wird also die ev. mit Feuchtigkeit gesättigte Luft der Glocke durch trockene, vorgewärmte Luft stets ersetzt. Kann sich die erwärmte Luft der Glocke mit Feuchtigkeit beladen, bevor das Schornsteinrohr selbst warm geworden ist, dann verdichtet sich ein Theil der Feuchtigkeit der entweichenden Luft an der Innenwand des Schornsteinrohres. Es bilden sich Tröpfchen, welche herabfliessen und in die auf dem Dreifuss sich befindende, zu trocknende Substanz abtropfen könnten, wenn sie daran nicht durch die am unteren Ende des Schornsteinrohres befindliche Rinne gehindert würden. Beim Trocknen von sehr wasserreichen Substanzen kann es vorkommen, dass, so lange das Schornsteinrohr nicht genügend erwärmt ist, die Rinne desselben für die Menge des im Schornsteinrohr condensirten Wassers nicht ausreicht und ein Abtropfen in die zu trocknende Substanz trotz der Rinne stattfindet. Es ist daher, namentlich beim Trocknen von sehr wasserreichen Substanzen durchaus nothwendig, den Apparat vorzuwärmen und auf die Temperatur zu bringen, bei welcher das Trocknen vorgenommen werden soll, bevor man die zu trocknende Substanz in einem flachen Gefässe unter die Glocke auf den Dreifuss *f* bringt. Übt man diese Vorsicht, dann functionirt der Apparat nach meinen Erfahrungen tadellos. Die Temperatur im Innern der Glocke wird mittels eines Thermometers gemessen, welches man mit einem Draht durch das Schornsteinrohr so weit in das Innere der Glocke einsenkt, dass das Quecksilbergefass des Thermometers in der Mündung der Schale situirt ist, welche die zu trocknende Substanz enthält.

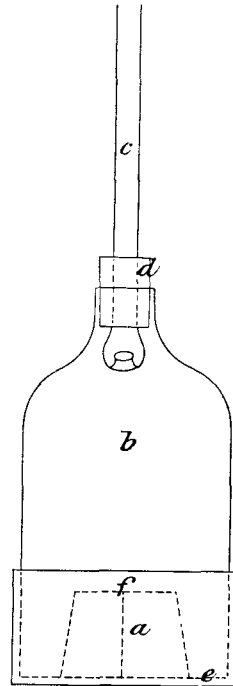


Fig. 64.

Ob diese Bemerkungen genügen, um die Eingangs dem Apparate nachgerühmten Vorzüge zu rechtfertigen, muss ich dem Urtheile der Fachgenossen überlassen.

Zu Fig. 65. Im Jahre 1878 habe ich in den „Verhandlungen des naturforschenden

Vereines in Brünn“ einen Vacuum-Trockenapparat für in Schiffchen eingewogene Substanzen beschrieben, der in verschiedener Weise modificirt, seither in meinem Laboratorium mit stets befriedigendem Erfolge in Verwendung steht und der auch in zwei von mir herrührenden Modifikationen, die zu beschreiben ich für überflüssig erachte, in den „illustrierten Katalog chemischer Apparate und Geräthschaften der Firma W. J. Rohrbach's Nachfolger in Wien, vom Jahre 1878 und 1887 (Seite 52 u. 53) abbildlich aufgenommen ist. Aus meiner ersten Beschreibung des Apparates vom Jahre 1878 geht hervor, dass ich schon damals neben Wasser Flüssigkeiten von entsprechendem Siede-

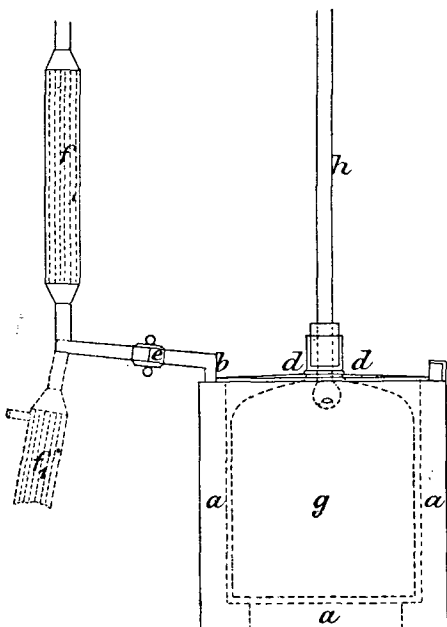


Fig. 65.

punkte und entsprechenden sonstigen Eigenschaften, wie Isobutylalkohol, Isoamylalkohol, Essigsäure, verschiedene Ätherarten, Toluol, Anilin u. dgl. zur Erzielung constanter Temperaturen mit höchst befriedigendem Erfolge verwendet habe, wozu ich nur bemerken will, dass der von mir 1878 beschriebene und sodann mehrfach modificirte Apparat, insbesondere in einer Modification, welche in dem citirten Kataloge der Wiener Firma W. J. Rohrbach's Nachfolger Aufnahme fand, in allen wesentlichen Theilen mit dem Vacuum-Trockenapparate übereinstimmt, welcher von J. Storch als „Modification des Vacuum-Trockenapparates nach Habermann-Zulkowsky“ im Jahre 1893 beschrieben worden ist. (Bericht der österr. Gesell. z. Förd. d. chem. Ind. 1893; Ber. der deutsch. chem. Ges. 27, 90; d. Z. 1893, 337.)

Diese Bemerkungen, aus welchen hervorgeht, dass ich früher als andere Forscher verschiedene Flüssigkeiten zur Erzielung constanter Temperaturen in Trockenapparaten benutzt habe, sollen keineswegs der Wahrung der Priorität, sondern nur dazu dienen, um es gerechtfertigt erscheinen zu lassen, dass ich heute einen Trockenapparat beschreibe, den ich schon vor etwa 10 Jahren fertiggestellt und seither mit meinen Schülern mit Vortheil vielfach benutzt habe und bei welchem die Wärme dem Trockenraum durch Flüssigkeiten von entsprechender Beschaffenheit und die Dämpfe derselben zugeführt wird, so dass das Vorbild auch für diesen Apparat in unserem Wasserbade gesucht werden muss.

Meine ursprüngliche Absicht war es, die Beschreibung des Apparates im Zusammenhang mit den Ergebnissen einer Untersuchung über die Lösungen fester Körper im Wasser und anderen Flüssigkeiten, mit der ich mich seit geraumer Zeit beschäftige, zu veröffentlichen. Um nicht gänzlich post festum zu kommen, muss ich diese Absicht fallen lassen, da ich durch meine Inanspruchnahme im öffentlichen Leben nicht daran denken kann, jene Untersuchung in der nächsten Zeit zu vollenden.

Was nun den Apparat selbst anbelangt, so ist derselbe zum Trocknen bei gewöhnlichem Luftdruck eingerichtet und hat im Übrigen dieselbe Grundlage, wie der Trockenapparat von C. Lonnes (Chemzg. 1893, 502) und eine ähnliche, wie der Schiesskasten von J. Volhard (Ann. d. Chem 284, 235).

Derselbe besteht aus dem cylindrischen, doppelwandigen Metallgefäß a, dessen Zwischenraum durch das stumpfwinkelige Knierohr b und die Schraube e mit dem Kühler f verbunden werden kann. c ist ein Tubulus zum Einfüllen der Heizflüssigkeit in den Zwischenraum des Metallgefäßes und bez. zur Aufnahme eines Thermometers bestimmt. g ist eine Glasglocke mit dem Schornsteinrohr h, welche mit einander so verbunden sind und eine solche Einrichtung haben, wie ich das bei Fig. 64 beschrieben habe. Wie dort, so wird auch bei Fig. 65 das Thermometer, welches zum Messen der Temperatur im Innern der Glocke bestimmt ist, mittels eines Drahtes durch das Schornsteinrohr in die Glocke in passender Weise eingehängt. Die Dimensionen der Glocke sind so gewählt, dass dieselbe bis zum Halse in den Hohlraum des Metallgefäßes versenkt und der Hohlraum sodann durch den zweitheiligen Deckel d geschlossen werden kann. f ist derselbe Kühler aus Kupfer, den ich im Jahre 1882 in den „Verhandlungen des natur-

forschenden Vereins in Brünn“ beschrieben habe und der in Glasausführung in neuerer Zeit unter der Benennung „Energie-Kühler“ von verschiedenen Berliner Firmen (Max Kaehler & Martini, Dr. Peters & Rost, Paul Altmann u. A.) als Neuheit in den Handel gebracht wird.

Der Kühler, welcher in der That ausserordentlich energisch wirkt und sich auch beim Destilliren von Äther und anderen Flüssigkeiten mit niederem Siedepunkt in den 14 Jahren, in welchen er in meinem Laboratorium in Gebrauch steht, vorzüglich bewährt hat und in Fig. 65 als Rückflusskühler gezeichnet ist, kann nach dem Lüften der Schraube *c* leicht in die Lage, welche durch die punktirte Zeichnung *f*₁ gekennzeichnet ist, gebracht werden, worauf er als gewöhnlicher Kühler wirkt. Es ist übrigens selbstverständlich, dass auch ein gewöhnlicher Liebig'scher Kühler, allerdings nur für Flüssigkeiten von nicht sehr niederem Siedepunkt, bei dem neuen Trockenapparat Verwendung finden kann und von mir auch verwendet wird.

Als Heizflüssigkeiten habe ich bisher die Verwendung von Äther, Aceton, Essigäther, Äthylalkohol für sich und gemischt mit Wasser, Isobutyl- und Isoamylalkohol für sich und gemischt mit Äthylalkohol, Toluol, Anilin u. s. w. und auch Petroleum versucht und hierbei die folgenden Wahrnehmungengemacht.

Bei der Verwendung von Äther und anderen Heizflüssigkeiten mit niederem Siedepunkt stimmt die Temperatur im Innern der Glocke schon sehr bald nach dem Anheizen des Apparates mit der Siedetemperatur der Heizflüssigkeit vollständig überein. Schon bei Alkohol liegt die Temperatur im Innern der Glocke bis 2° unter der Siedetemperatur der Heizflüssigkeit und die Differenz wird in demselben Sinne immer grösser, je höher der Siedepunkt der Heizflüssigkeit ist, so dass sie bei Anilin 5° und selbst etwas darüber betragen kann. Sie ist indessen für denselben Apparat und für dieselbe Heizflüssigkeit stets dieselbe.

Die Temperatur im Innern der Glocke ist auch bei hochsiedenden Flüssigkeiten schon kurze Zeit nach dem Anheizen völlig constant.

Die Verwendung von Gemischen von Flüssigkeiten mit verschiedenen Siedepunkten ist vielfach empfehlenswerth. In jedem solchen Fall muss der Apparat innerhalb der Grenzen, welche durch das Flüssigkeitsgemisch gegeben sind, auf die gewünschte Temperatur dadurch gebracht werden, dass man den Kühler in die Lage *f*₁ bringt, den Apparat im Übrigen vollständig in Stand setzt und so lange destillirt, bis das Ther-

momenter im Innern der Glocke die entsprechende Temperatur anzeigt. Das Destillat wird in einem verschliessbaren Gefäss gesammelt und bez., wenn eine Trockenoperation zu Ende geführt ist, in den Apparat wieder zurückgebracht. Aber auch die Verwendung von Flüssigkeiten, welche sich nicht mischen, wie z. B. von Äther und Wasser, ist in manchen Fällen durchaus zulässig. In diesem Falle lässt sich die Temperatur aber selbstverständlich nur nach den Siedepunkten der betreffenden Flüssigkeiten einstellen. Bei der Verwendung von gewöhnlichem Petroleum für Temperaturen von über 120° bis etwa 300° habe ich abweichend von den Angaben J. Volhard's die Erfahrung gemacht, dass das stossweise Aufkochen nicht selten schon erheblich unter 300° eintritt und dieser Umstand die Verwendung des Petroleums unter Umständen wenn nicht gefährlich, so doch unangenehm macht.

Bei der Verwendung von Äther, Aceton und selbst bei der Verwendung von Alkohol als Heizflüssigkeit empfiehlt es sich, den Apparat nicht direct durch eine Flamme, sondern durch zugeleiteten Wasserdampf anzuheizen.

Bezüglich der Function des Apparates in anderer Richtung kann ich mich auf das beziehen, was ich bei Fig. 64 gesagt habe. Auch bei dem eben beschriebenen Apparat wird durch die Wirkung des Schornsteinrohres *h* die Luft der Glocke durch vorgewärmte Luft, welche unter den Rand der Glocke in deren Innenraum tritt, stetig erneuert, wodurch das Trocknen ausserordentlich beschleunigt wird. In dieser Wirkung besteht ein Hauptvorteil des eben beschriebenen Apparates gegenüber dem Trockenapparat von C. Lönnes, wenn derselbe nicht als Vacuumapparat benutzt, sondern mit demselben bei gewöhnlichem Luftdruck getrocknet wird.

Der durch die Fig. 65 versinnlichte Apparat wurde von dem Mechaniker Paul Böhme in Brünn hergestellt.

[Schluss folgt.]

Über den Nachweis und die quantitative Bestimmung des Rohrzuckers im Wein.

Von

Dr. Paul Kulisch, Geisenheim.

Nach Versuchen von Dr. G. Helbach.

[Schluss von S. 45.]

Zunächst war es erwünscht, durch weitere Versuche zu prüfen, ob wirklich unter den bei meinen ersten Versuchen eingehaltenen Bedingungen die Menge von 0,05 g