Ueber Sauerstoff-Bestimmung.

Von

Fr. X. Zeitler.

Schützenberger[1]) hat eine äusserst sinnreiche Methode zur volumetrischen Bestimmung des Sauerstoffes angegeben. Sie beruht im Wesentlichen auf der Reduktion einer Indigolösung, deren Titre durch Vergleich mit einer ammoniakalischen Kupferlösung von bekanntem Gehalte an Kupferoxyd festgestellt ist, mittelst hydroschwefligsauren Natrons im sauerstofffreien Raume Ist aus dem Gefässe, in welchem die Titrirung vorgenommen werden soll, alle Luft durch einen Wasserstoffstrom verdrängt, weiteres dann die titrirte Lösung von Indigoblau zu Indigoweiss reducirt, so wird die auf den Sauerstoffgehalt zu prüfende Flüssigkeit unter Luftabschluss in den Apparat gebracht. Sofort oxydirt sich das Indigoweiss wieder zu Indigoblau.

Jetzt wird dann die titrirte Lösung von hydroschwefligsaurem Natron so lange tropfenweise zugesetzt, bis die blaue Farbe verschwunden ist, und einem gelblichen Tone Platz gemacht hat. Aus der verbrauchten Menge des Reductionsmittels lässt sich dann der Sauerstoffgehalt leicht berechnen.

Diese Methode benützte ich auf Veranlassung des Herrn Privatdocenten Dr. Weyl, um zu ermitteln,

I. wie viel Sauerstoff von einer Lösung des Pyrogallols in Kalilauge absorbirt wird,

II. ob ein Zusammenhang zwischen dem Sauerstoffgehalt des Wassers und der Menge der organischen Substanzen, welche in demselben enthalten sind, besteht.

---

1) Bulletin de la société chimique de Paris. **20**, 145. 1873. Vergl. auch Tiemann und Preusse, Berichte der deutschen chemischen Gesellschaft 1879, 1774.

I. Ueber die Menge des von einer Lösung des Pyrogallols in Kalilauge absorbirten Sauerstoffes.

Döbereiner[1]), der Entdecker der Pyrogallussäure, stellte vor ungefähr 60 Jahren fest, dass ein Gramm dieses Körpers in ammoniakalischer Lösung im Stande sei, 0,38 gr O^2, d. i. 260 ccm zu absorbiren.

Diese Versuche wurden erst 1851 von Liebig[2]) wieder aufgenommen. Er brachte in eine in ccm graduirte Röhre, welche mit Quecksilber gefüllt war, atmosphärische Luft und fügte zu dieser $^1/_{40}$ $^1/_{50}$ ihres Volumens Kalilauge von 1,4 spez. Gewichte hinzu. War alle Kohlensäure absorbirt, so brachte er 1 gr Pyrogallussäure, gelöst in 5—6 ccm Wasser, zu dem Gasgemenge. Er überzeugte sich, dass diese Lösung von Pyrogallol im Stande sei, binnen kurzer Zeit den Sauerstoff von 20 ccm Luft zu absorbiren.

In meinen Versuchen handelte es sich darum, festzustellen, wieviel O^2 von einer Lösung des Pyrogallols in Kalilauge, deren Concentration bekannt ist, absorbirt wird, wenn derselbe im langsamen Strome durch die Lösung geleitet wird.

Es soll ferners der Einfluss der Concentration der Kalilauge auf die Absorptionsgrösse festgestellt und ermittelt werden, ob eine bestimmte Menge alkalischer Lösung von Pyrogallol den Sauerstoff der atmosphärischen Luft so vollkommen zurückhalte, dass dieselbe geeignet sei, den O^2 von Reagentien abzuhalten.

Meine Versuchsanordnung war nun folgende:

Zur Aufnahme der Pyrogallollösung diente eine U-röhre, welche zur Erhöhung des Widerstandes für die durchtretende Luft und zum Zwecke der Oberflächenvermehrung mit Glassplittern gefüllt war. Der eine Schenkel der U-röhre stand mittelst Kautschukröhren mit zwei Druckflaschen in Verbindung, aus denen durch Aufgiessen einer gemessenen Menge Wassers eine entsprechende Menge atmosphärischer Luft durch die Röhre getrieben wurde.

Zur genauen Regulirung der Geschwindigkeit und gleichmässigen Bewegung des Luftstromes war zwischen der Röhre und den Druckflaschen ein Regulator eingeschaltet. Der andere

---

1) Gibert's Annalen Bd. 74 S. 410.

2) Annalen der Chemie Bd. 77 S. 107.

Schenkel der U-röhre communicirt durch einen Schenkel eines Gabelrohres mit den Gefässen, in welchen der Sauerstoff bestimmt wird. In den zweiten Schenkel des Gabelrohres mündet ein Wasserstoffgasentwicklungsapparat, welcher zur Austreibung der atmosphärischen Luft vor der Titrirung aus den Gefässen diente.

Zur Bestimmung des nicht absorbirten Sauerstoffes benützte ich zwei dreihalsige Wulff'sche Flaschen, welche in folgender Weise armirt waren:

Die mittelsten Tubulaturen nahmen die Spitzen der mit hydroschwefligsaurem Natron gefüllten Büretten auf. Von den beiden übrigen Tubulaturen führten Schläuche von der einen der ersten Flaschen zu dem Gabelrohre, von der andern zur ersten Tubulatur der zweiten Flasche. Die letzte Tubulatur dieser stand mit einem Wasserverschlusse in Verbindung. Die zweite Wulff'sche Flasche musste die letzten Spuren des Sauerstoffes absorbiren, welche etwa der Absorption durch die erste Flasche entgangen waren.

Zum Abschlusse des hydroschwefligsauren Natrons gegen den Sauerstoff der umgebenden Luft setzte ich die beiden Büretten mit der Gasleitung durch Gummischläuche in Verbindung.

Wasserstoffgasentwicklungsapparat und U-röhre konnten je nach Bedürfniss durch Quetschhähne von den zum Nachweis des Sauerstoffes dienenden Flaschen ausgeschaltet werden.

Die Versuche selbst wurden in folgender Weise angestellt:

In jede der beiden Wulff'schen Flaschen kamen 10 ccm Indigolösung, von der festgestellt war, dass 10 ccm davon 1,102 ccm O^2 entsprechen. Nachdem nun die U-röhre durch den Quetschhahn vom Apparate ausgeschaltet war, wurde Wasserstoffgas durch die Flaschen geleitet, bis diese keine atmosphärische Luft mehr enthielten. Hiezu waren, wie ich aus mehreren Versuchen ersehen hatte, ungefähr 30 Minuten nöthig. Der Sicherheit halber begann ich aber die Titrirung immer erst, nachdem der Wasserstoffgasstrom durch den Apparat 45 Minuten lang gestrichen war. Jetzt reducirte ich die Indigolösung durch vorsichtigen Zusatz von hydroschwefligsaurem Natron, bis die Flüssigkeit gelblich gefärbt war; gleichzeitig strich der Wassersoffgasstrom im langsamen Tempo durch die Lösung. War nun die Entfärbung eingetreten, wartete ich einige Zeit, um mich zu überzeugen, dass der Apparat keinen O^2 mehr enthielt und luftdicht schloss. Unterdessen wog ich auf einer Handwage trockene

Pyrogallussäure [bezogen von Merck in Darmstadt] ab, löste sie möglichst rasch in einer gemessenen Menge Kalilauge von bekannter Concentration und goss dann die Lösung in die U-röhre. Jetzt wurde dann der Wasserstoffgasentwicklungsapparat ausgeschaltet, der vorher die U-röhre verschliessende Quetschhahn geöffnet und durch die in eine Druckflasche gegossenen 250 ccm Wasser ebensoviel Luft aus der anderen verdrängt und durch die U-röhre getrieben.

Bei allen Versuchen war der Regulator so eingestellt, dass in der Minute 28 Luftblasen durch die Flüssigkeiten treten konnten. Der Durchtritt von 250 ccm Luft durch den Apparat nahm etwa 10 Minuten in Anspruch.

Ausserdem wurden bei allen Versuchen dieselben Glasröhren und Schläuche benützt, so dass also auch die Grösse der Luftblasen nahezu constant blieb.

Zeigte sich nun in der zweiten Flasche während des Durchtrittes der Luft Bläuung, so wurde die Indigolösung in der I. Flasche sofort durch Zusatz von hydroschwefligsaurem Natron reducirt.

Waren die 250 ccm Luft durchgetreten, so schaltete ich die U-röhre wieder aus und leitete aufs Neue Wasserstoffgas durch die Flaschen, um so etwaigen in der ersten Flasche nicht gebundenen Sauerstoff in der zweiten abzufangen. War diess 5 Minuten lang geschehen, so wurde wieder zurücktitrirt und dann die Menge des verbrauchten hydroschwefligsauren Natrons an jeder Bürette abgelesen und notirt.

Auf diese Weise ermittelte ich diejenige Sauerstoffmenge, welche von der in 250 ccm Luft enthaltenen nicht absorbirt worden war, während sie durch die Lösung von Pyrogallol in Kalilauge ging.

Dieses Verfahren wurde mit derselben Lösung von Pyrogallol dreimal hintereinander wiederholt, so dass im Ganzen 750 ccm Luft durch jede Lösung strichen.

Die Summen der ccm hydroschwefligsauren Natron, welche zur Reduction des im Versuche gebildeten Indigoblau verbraucht wurden, ergaben dann unter Berücksichtigung von T. und B. die Gesammtsumme des Sauerstoffes, welcher in den Einzelversuchen durch die alkalische Lösung von Pyrogallol nicht absorbirt worden war. Jeder Versuch nahm circa 2 Stunden in Anspruch.

Leider hatte ich bei einem Theile der Versuche [1]) versäumt, die Temperatur der durchgetriebenen Luft zu berücksichtigen, doch dürfte der Fehler nicht allzugross sein, da die Versuche im geheizten Zimmer angestellt sind, in welchem die Temperatur durchschnittlich 15° C. betrug. Als B. ist der mittlere Barometerstand des Monates, in dem die Versuche angestellt wurden, angenommen. Bei der Aufführung der einzelnen Versuche sind sie mit einem * bezeichnet. Bei den übrigen Versuchen ist T. und B. beim Versuche selbst angegeben.

Zur leichteren Uebersicht bezeichne ich bei Anführung der Versuche diejenige Flasche, in welche die Luft eintritt, mit A, und diejenige, in welche sie aus der ersten tritt, mit B. Aus einer Reihe von Versuchen führe ich nur diejenigen an, welche mir am meisten beweisend scheinen.

Versuchsreihe A.

0,25 gr Pyrogallussäure gelöst in 10 ccm Kalilauge von 1025 spez. Gewichte.

* Versuch I.

Flasche A.

10 ccm Indigo = 5,8 ccm hydroschwefligsaures Natron.

I. 250 ccm Luft = 3,4 [2])
II. 250 „ „ = 2,8 } ccm hydroschwefligsaures Natron
III. 250 „ „ = 2,8

750 „ „ = 9,0 „ „ „

Flasche B.

10 ccm Indigo = 4,8 ccm hydroschwefligsaures Natron.

I. 250 ccm Luft = 1,0
II. 250 „ „ = 1,2 } ccm hydroschwefligsaures Natron
III. 250 „ „ = 1,2

750 „ „ = 3,4 „ „ „

9,0 ccm hydroschwefligsaures Na = 1,71 } ccm O^2
3,4 „ „ „ = 0,72

2,43 ccm O^2.

1) In der Tabelle mit * bezeichnet.

2) Diese Zahlen bezeichnen die Menge des hydroschwefligsauren Natrons, welche nöthig waren, um das bei der Durchleitung von 250 ccm Luft gebildete Indigoblau zu reduciren.

2,43 ccm O^2 werden nicht absorbirt von 144,34 ccm durchgeleiteten O^2 bei 15° C. und 741,8 B. reducirter Werth = 2,2484 ccm O_2 = 1,56 %.

* Versuch II.

Flasche A.

10 ccm Indigo	= 5,8	ccm hydroschwefligsaures Natron.	
I. 250 ccm Luft	= 2,8	ccm hydroschwefligsaures Natron	
II. 250 „ „	= 2,8		
III. 250 „ „	= 2,2		
750 „ „	= 7,8	„	„

Flasche B.

10 ccm Indigo	= 4.8	ccm hydroschwefligsaures Natron.	
I. 250 ccm Luft	= 1,2	ccm hydroschwefligsaures Natron	
II. 250 „ „	= 1,4		
III. 250 „ „	= 0,8		
750 „ „	= 3,4	„	„

7,8 ccm hydroschwefligsaures Natron = 1,482 } ccm O^2
3,4 „ „ „ = 0,72 }

2.202 ccm O_2.

2,202 ccm O_2 werden von 144,34 ccm hindurchgeleiteten O_2 nicht absorbirt bei T. und B. wie in I. reducirter Werth = 2,0374 ccm O_2 = 1,41 %.

Versuch III [1]).

T. 19° C. B. 735,6.

Flasche A.

10 ccm Indigo	= 5,4	ccm hydroschwefligsaures Natron.	
I. 250 ccm Luft	= 3,2	ccm hydroschwefligsaures Natron	
II. 250 „ „	= 2,6		
III. 250 „ „	= 3,0		
750 „ „	= 8,8	„	„

1) Bei Versuch III und IV entsprechen 10 ccm Indigo 1,041 ccm O^2.

Flasche B.

10 ccm Indigo = 6,0 ccm hydroschwefligsaures Natron

I. 250 ccm Luft = 0,8
II. 250 „ „ = 0,8 } ccm hydroschwefligsaures Natron
III. 250 „ „ = 1,0

750 „ „ = 2,6 „ „ „

8,8 ccm hydroschwefligsaures Natron = 1,6984
2,6 „ „ „ = 0,4501 } ccm O^2

2,1485 ccm O^2.

2,1485 ccm O^2 wurden von 141,17 ccm O_2 bei T. und B. nicht absorbirt; reducirter Werth 1,9443 ccm O_2 = 1,38 %.

Versuch IV.

Flasche A.

10 ccm Indigo = 5,4 ccm hydroschwefligsaures Natron.

I. 250 ccm Luft = 3,2
II. 250 „ „ = 2,8 } ccm hydroschwefligsaures Natron
III. 250 „ „ = 3,0

750 „ „ = 9,0 „ „ „

Flasche B.

10 ccm Indigo = 6,0 ccm hydroschwefligsaures Natron.

I. 250 ccm Luft = 0,8
II. 250 „ „ = 0,8 } ccm hydroschwefligsaures Natron
III. 250 „ „ = 1,0

750 „ „ = 2,6 „ „ „

9,0 ccm hydroschwefligsaures Natron = 1,737
2,6 „ „ „ = 0,45 } ccm O^2

2,187 ccm O^2.

2,187 ccm O_2 wurden nicht absorbirt von 141,17 ccm O_2 bei 735,6 B. und 19° C. reducirter Werth = 1,9791 ccm O^2 = 1,4 %.

Versuchsreihe B.

0,25 gr Pyrogallussäure gelöst in 10 ccm Kalilauge von 1050 spez. Gewichte.

Versuch I.

Flasche A.

10 ccm Indigo [1]) = 5,4 ccm hydroschwefligsaures Natron.

I.	250 ccm	Luft	= 1,8	ccm hydroschwefligsaures Natron
II.	250 „	„	= 1,6	
III.	250 „	„	= 1,6	
	750 „	„	= 5,0	„ „ „

Flasche B.

10 ccm Indigolösung = 5,4 hydroschwefligsaures Natron.

I.	250 ccm	Luft	= 0,6	ccm hydroschwefligsaures Natron
II.	250 „	„	= 0,4	
III.	250 „	„	= 0,4	
	750 „	„	= 1,4	„ „ „

6,4 ccm hydroschwefligsaures Natron = 1,2352 ccm O_2. Von 140,8 ccm O_2 bei 733,7 B. und 19° C. wurden demnach 1,2352 ccm O_2 nicht absorbirt; reducirter Werth = 1,0895 = 0,77 %.

Versuch II.

Flasche A.

10 ccm Indigo = 5,4 ccm hydroschwefligsaures Natron.

I.	250 ccm	Luft	= 1,6	ccm hydroschwefligsaures Natron
II.	250 „	„	= 1,4	
III.	250 „	„	= 1,6	
	750 „	„	= 4,6	„ „ „

Flasche B.

10 ccm Indigo = 5,4 ccm hydroschwefligsaures Natron.

I.	250 ccm	Luft	= 0,6	ccm hydroschwefligsaures Natron
II.	250 „	„	= 0,6	
III.	250 „	„	= 0,4	
	750 „	„	= 1,6	„ „ „

1) Bei Versuch I und II entsprechen 10 ccm Indigolösung 1,041 ccm O_2; ebenso bei allen Versuchen der Versuchsreihe C.

6,2 ccm hydroschwefligsaures Natron = 1,1966 ccm O_2 wurden von 140,8 ccm O_2 bei 19° C. und 733,7 B. nicht absorbirt; reducirter Werth = 1,0792 ccm O_2 = 0,76 %.

* Versuch III.

Flasche A.

10 ccm Indigo	= 4,4	ccm hydroschwefligsaures Natron.		
I. 250 ccm Luft	= 1,6	ccm hydroschwefligsaures Natron		
II. 250 „ „	= 1,0			
III. 250 „ „	= 1,0			
750 „ „	= 3,6	„	„	„

Flasche B.

10 ccm Indigo	= 4,0	ccm hydroschwefligsaures Natron.		
I. 250 ccm Luft	= 0,4	ccm hydroschwefligsaures Natron.		
II. 250 „ „	= 0,4			
III. 250 „ „	= 0,5			
750 „ „	= 1,3	„	„	„

3,6 ccm hydroschwefligsaures Natron = 0,901 } ccm O_2
1,3 „ „ „ = 0,358 }
1,259 ccm O_2.

Von 144 34 ccm O_2 bei 15° C. und 741,8 B. werden nicht absorbirt 1,259 ccm O_2 reducirter Werth = 1,1649 ccm O_2 = 0,8 %.

* Versuch IV.

Flasche A.

10 ccm Indigo	= 5,4	ccm hydroschwefligsaures Natron.		
I. 250 ccm Luft	= 2,0	ccm hydroschwefligsaures Natron		
II. 250 „ „	= 0.8			
III. 250 „ „	= 1,4			
750 „ „	= 4,2	„	„	„

Flasche B.

10 ccm Indigo	= 4,2	ccm hydroschwefligsaures Natron.		
I. 250 ccm Luft	= 0,4	ccm hydroschwefligsaures Natron		
II. 250 „ „	= 0,6			
III. 250 „ „	= 0,4			
750 „ „	= 1,4	„	„	„

4,2 ccm hydroschwefelsaures Natron = 0,8568
1,4 „ „ „ = 0,3682 } ccm O_2
1,2250 ccm O_2.

1,225 ccm O_2 werden von 144,34 ccm O_2 bei 15° C. und 741,8 B. nicht absorbirt; reducirter Werth = 1,1335 ccm O_2 = 0,78 %.

Versuchsreihe C.

0,25 gr Pyrogallussäure gelöst in Kalilauge (10 ccm) von 1500 spez. Gewicht.

Versuch I.

Flasche A.

10 ccm Indigo = 5,4 ccm hydroschwefligsaures Natron.
I. 250 ccm Luft = 4,0
II. 250 „ „ = 2,4 } ccm hydroschwefligsaures Natron
III. 250 „ „ = 4,2
750 „ „ = 10,6 „ „ „

Flasche B.

10 ccm Indigo = 5,6 ccm hydroschwefligsaures Natron.
I. 250 ccm Luft = 4,0
II. 250 „ „ = 2,4 } ccm hydroschwefligsaures Natron
III. 250 „ „ = 4,4
750 „ „ = 10,8 „ „ „
10,6 ccm hydroschwefligsaures Natron = 2,0458
10,8 „ „ „ = 2,0308 } ccm O_2
4,0766 ccm O_2.

Von 141,47 ccm O_2 bei 18° C. und 734,6 B. wurden 4,0766 ccm O_2 nicht absorbirt; reducirter Werth = 3,6968 ccm O_2 = 2,61 %.

Versuch II.

Flasche A.

10 ccm Indigo = 5,4 ccm hydroschwefligsaures Natron.
I. 250 ccm Luft = 3,6
II. 250 „ „ = 2,4 } ccm hydroschwefligsaures Natron
III. 250 „ „ = 4,4
750 „ „ = 10,4 „ „ „

Flasche B.

10 ccm Indigo = 5,6 ccm hydroschwefligsaures Natron.

I. 250 ccm Luft	=	4,6	ccm hydroschwefligsaures Natron	
II. 250 „ „	=	2,4		
III. 250 „ „	=	4,2		
750 „ „	=	11,2	„ „	„

10,4 ccm hydroschwefligsaures Natron = 2,0072
11,2 „ „ „ = 2,0832 } ccm O_2

4,0904 ccm O_2.

4,0904 ccm O_2 wurden also von 141,47 ccm O_2 bei 18° C. und 734,6 B. nicht absorbirt; reducirter Werth 3,7093 ccm O_2 = 2,62 %.

Versuch III.

Flasche A.

10 ccm Indigo = 5,2 ccm hydroschwefligsaures Natron.

I. 250 ccm Luft	=	5,8	ccm hydroschwefligsaures Natron	
II. 250 „ „	=	5,0		
III. 250 „ „	=	4,8		
750 „ „	=	15,6	„ „	„

Flasche B.

10 ccm Indigo = 5,2 ccm hydroschwefligsaures Natron.

I. 250 ccm Luft	=	2,8	ccm hydroschwefligsaures Natron	
II. 250 „ „	=	3,4		
III. 250 „ „	=	3,6		
750 „ „	=	9,8	„ „	„

25,4 ccm hydroschwefligsaures Natron = 4,67 ccm O_2. Von 141,99 ccm O_2 bei 17° C. und 735,3 B. wurden nicht absorbirt 4,67 ccm O_2; reducirter Werth = 4 2536 ccm O_2 = 2,99 %.

Uebersichtstabelle.

Versuchsreihe A.

0,25 gr Pyrgallol + 10 ccm. Kalilauge sp. G. 1025.

Nr. d. Versuches.	Luftmenge ccm.	T. C.	B.	Sauerstoffgehalt der Luft bei T. u. B cbcm.	Nicht absorb. O_2 bei T. u. B. cbcm.	Menge des O_2 in cbc. bei 0° u. 760 mm.	Procentsatz d. nicht absorbirten Sauerst.
* I.	750	15°	741,8	144,34	2,34	2,2484	1,56
* II.	„	„	„	„ „	2,202	2,0374	1,41
III.	„	19°	735,6	141,17	2,1485	1,9443	1,38
IV.	„	19°	735,6	141,17	2,187	1,9791	1,4

Versuchsreihe B.

0,25 gr Pyrogallol + 10 ccm. Kalilauge sp. G. 1050.

I.	750	19°	733,7	140,8	1,2352	1,0895	0,77
II.	„	„	„	„	1,1966	1,0792	0,76
* III.	„	15°	741,8	141,34	1,259	1,1649	0,8
* IV.	„	„	„	„	1,225	1,1335	0,78

Versuchsreihe C.

0,25 gr Pyrogallol + 10 ccm. Kalilauge sp. G. 1500.

I.	750	18°	734,6	141,47	4,0766	3,6968	2,61
II.	„	„	„	„	4,0904	3,7093	2,62
III.	„	17°	735,3	141,99	4,67	4,2536	2,99

Pyrogallussäure in alkalischer Lösung absorbirt, wie aus vorstehender Tabelle erhellt, eine sehr bedeutende Menge von Sauerstoff. Aus diesen Versuchen ergeben sich also folgende Schlüsse:

1) Bewegte, d. h. in langsamen Strome durch eine Lösung von Pyrogallol in Kalilauge streichende, Luft verliert ihren Sauerstoff fast vollständig, während sie durch die Lösung tritt.

3) Die Grösse der Absorptionsfähigkeit zeigt sich abhängig von dem Concentrationsgrade der angewandten Kalilauge. Das Absorptionsvermögen des Pyrogallols steigt mit bei stärkeren Concentrationsgraden der Kalilauge, nimmt aber bei einer ge-

wissen Concentration wieder ab. So sehen, wir dass von der Lösung von Pyrogallol in Kalilauge von 1500 spez. Gewichte weniger Sauerstoff absorbirt wird, als unter gleichen Verhältnissen von einer Lösung geringeren spez. Gewichtes. Es wird wahrscheinlich bei zu starker Concentration der Kalilauge das Pyrogallol rasch zersetzt.

Nach den gefundenen Resultaten dürfte also das Pyrogallol gelöst in Kalilauge von 1025 bis 1050 spez. Gewicht überall da als Vorlage sich empfehlen, wo es sich um den Abschluss des Sauerstoffes der umgebenden Luft von Reagentien handelt.

II. Ueber den Sauerstoffgehalt des Wassers im Verhältniss zur Menge der in demselben enthaltenen Substanzen organischer Natur.

Zur Bestimmung der Sauerstoffmenge benützte ich den von Schützenberger[1]) angegebenen Apparat. Eine grosse, dreihalsige Flasche von ungefähr 3 L. Inhalt, wird mit einer bestimmten Menge ausgekochten Wassers gefüllt; hiezu werden dann 20—30 ccm. titriter Indigolösung gegossen. Der eine Tubulus führt einen doppelt durchbohrten Gummipfrofen. Durch die eine der Bohrungen geht ein Glasrohr etwas unter das Niveau der Flüssigkeit; durch dasselbe wird Wasserstoffgas durch den Apparat geleitet, bis alle atmosphärische Luft aus demselben entfernt ist. Die andere Bohrung dient zur Aufnahme eines Thermometers. Die andere Tubulatur ist ebenfalls mit einem doppelt durchbohrten Gummipfropfen versehen und steht mittelst eines durch die eine Bohrung gehenden Glasrohres mit einem Wasserverschlusse in Verbindung, während durch die zweite Bohrung ein mittelst eines Glashahnes verschliessbarer Trichter eingefügt ist, durch welchen die Sauerstoff haltenden Flüssigkeiten unter Luftabschluss in die Flasche gebracht werden können. In den mittleren Tubulus münden zwei Büretten ein, von denen die eine mit der titrirten Indigolösung gefüllt ist, während die andere das zur Reduction des Indigoblau nöthige hydroschwefligsaure Natron enthält. Letztere steht mit der Gasleitung in Verbindung, um den Sauerstoff der Luft abzuhalten. Beim Versuche wird die Flasche in eine Schale mit Wasser gestellt, das durch eine

---

a. a. O.

Gasflamme auf circa 33° C. erhalten wird. Diese Temperatur dient zur sicheren und rascheren Austreibung der atmosphärischen Luft aus der Flasche. Der Wasserstoffgasstrom strich vor Beginn des Versuches eine Stunde durch den Apparat.

Hierauf wurde in der früher beschriebenen Weise (Seite 8) das Indigoblau zu Indigoweiss reducirt und nun zugesehen, ob etwa vorhandene Spuren von Sauerstoff noch Bläuung hervorrufen würden. Zeigte sich keine Bläuung mehr, war also der Apparat vollständig frei von atmosphärischer Luft, so wurde durch den Trichter die gemessene Menge des zu untersuchenden Wassers in die Flasche gebracht, mit ausgekochten Wasser nachgespült, tüchtig umgeschüttelt und hierauf das gebildete Indigoblau wieder reducirt. Aus der Menge des verbrauchten hydroschwefligsauren Natrons wird dann der im Wasser enthaltene Sauerstoff berechnet.

Diese Versuche wurden mit derselben Menge Wasser unter denselben Bedingungen wiederholt und aus der zu beiden Versuchen verbrauchten Menge hydroschwefligsauren Natrons die Mittelzahl zur Berechnung des Sauerstoffes genommen.

Bei allen Versuchen wurden 250 ccm. Wasser benutzt mit Berücksichtigung von Temperatur und Barometerstand. Die gefundene Menge auf 0° u. 760 B. umgerechnet.

Als Versuchswässer dienten Brunnenwässer, die zum Theile öffentlich als ungeniessbar bezeichnet waren, ausserdem Flusswasser der Schwabach vor und nach dem Durchflusse durch die Stadt und Jauche aus einem Graben.

Zum Nachweis der organischen Substanzen benützte ich eine 0,025% Lösung von hypermangansaurem Kali. Dabei verfuhr ich in der Art, dass ich zu 5 ccm der Chamaeleonlösung so lange das zu untersuchende Wasser setzte, bis Entfärbung eintrat. Die hierbei gefundene Zahl wurde dann auf 1 Liter Wasser berechnet.

Der Härtegrad wurde durch eine Normalseifenlösung bestimmt.

Von der titrirten Indigolösung entsprechen 10 ccm. 1,28 ccm. O^2. Davon benützte ich zu jedem Versuche 20 ccm.

Versuch I.

Wasser von heller Farbe ziemlich gutem Geschmack geruchlos. (Wasserleitung.) T. = 12° C. B. 735,3. Bei Zusatz

von 9 ccm hypermangansaurem Kali zu einen L. des Wassers tritt eine kaum merkliche Färbung ein. Chlor ist im nicht concentrirten Wasser nicht nachzuweisen. Härtegrad 5,5.

20 ccm Indigolösung = [1]) 32,2 hydroschwefligsaurem Natron.

Versuch {a 250 ccm Wasser = 14,8 / b 250 „ „ = 15,2} ccm hydroschs. Natron.

15 ccm. hydroschwefligsaurem Natron = 1,1925 ccm O_2.

Ein L. dieses Wassers enthält demnach bei T. u. B. 4,77 ccm. O_2 in Lösung, reducirter O_2 Gehalt = 4,4207 ccm. O_2.

Versuch II.

Wasser von gelblich, schmutziger Farbe, trübe, widerlicher Geschmack, ohne besonderen Geruch. (Brunnen des physiologischen Instituts). Der Brunnen befindet sich in dem Garten des Instituts in der Nähe der durch Cementmaurung und Lettenschichten sorgfältig isolirten Abtrittsgrube. Der Boden ist jedoch durch Dungstoffe der angrenzenden Gärten, vielleicht auch durch die Abwässer einer benachbarten Brauerei etwas inficirt. Der Brunnen ist seit längerer Zeit ausser Gebrauch, indem sein Wasser nur noch zum Begiessen der Pflanzen gelegentlich benutzt wird. 1 L. entfärbt 13 ccm hypermangansaures Kali. Beim Prüfen auf Chlor erhält man reichlichen Niederschlag, mit Nestlers Reagens deutliche Braunfärbung. Härtegrad 16.

20 ccm Indigolösung brauchen 33,6 ccm hydroschwefligsaures Natron.

Versuch {a 250 ccm Wasser = 10,0 / b 250 „ „ = 10,2} ccm hydroschs. Natron.

10,1 ccm hydroschwefligsaures Natron = 0,76 ccm O_2 = 250 ccm Wasser.

1 L. enthält demnach bei 10° und 730,5 B. = 3,04 ccm O_2 reducirter Sauerstoffgehalt = 2,95 ccm O_2.

Versuch III.

Wasser von hellgelber Farbe, fadem bitteren Geschmacke. (Wasser der oberen Karlstrasse). Der Brunnen trägt die Aufschrift „ungeniessbares Wasser“. 1 L. davon entfärbt 10 ccm hypermangansaure Kalilösung.

Sehr starke Chlorfällung. Härtegrad 17,5.

---

[1]) Vergleiche 1) Seite 9.

20 ccm Indigolösung brauchen 15,8 ccm hydroschwefligsaures Natron.

Versuch $\begin{cases} \text{a } 250 \text{ ccm Wasser} = 6{,}0 \\ \text{b } 250 \text{ „ „} = 6{,}4 \end{cases}$ ccm. hydroschs. Natron.

6,2 ccm hydroschwefligsaures Natron = 1,0044 ccm O_3 = 250 ccm Wasser. Ein L. dieses Wassers hält also 4,0176 ccm O_2 in Lösung bei 10° C. u. 732,5 B. reducirte Menge = 3,9116 ccm O_5.

Versuch IV.

Wasser von geblicher Farbe, unangenehmen Geschmacke, geruchlos. (Brunnen in der Bräuhausgasse). Starke Chlorfällung. 1 L. davon entfärbt 16 ccm hypermangansaures Kali. Auch dieser Brunnen trägt die Aufschrift „ungeniessbares Wasser". Härtegrad 14.

20 ccm Indigo brauchen 17,0 ccm hydroschwefligsaures Natron.

Versuch $\begin{cases} \text{a } 250 \text{ ccm Wasser} = 3{,}6 \\ \text{b } 250 \text{ „ „} = 3{,}6 \end{cases}$ ccm hydroschws. Natron.

3,6 ccm hydroschwefligsaures Natron = 0,5472 ccm O_2 = 250 Wasser. Demnach ein L. dieses Wassers 2,1888 ccm. O_2 in Lösung; reducirter Sauerstoffgehalt 2,0396 ccm O_2. T. 11° C. B. 736,7 beim Versuche.

Versuch V.

Helles, klares Wasser, ohne besonderen Geschmack, geruchlos (Spitalstrasse. Brunnen vor dem Hause Nr. 41). 1 L. davon entfärbt 10 ccm hypermangansaure Kalilösung. Härtegrad 6.

20 ccm Indigo brauchen 25,6 ccm hydroschwefligsaures Natron.

Versuch $\begin{cases} \text{a } 250 \text{ ccm Wasser} = 10{,}6 \\ \text{b } 250 \text{ „ „} = 10{,}4 \end{cases}$ ccm hydroschws. Natron.

10,5 ccm hydroschwefligsaures Natron = 1,05 ccm O_2 = 250 ccm Wasser. In einem L. finden sich also 4,2 ccm O_2 gelöst bei 13° C. u. 730,4 B. reducirter Werth 3,8536 ccm O_2.

Versuch VI.

Wasser der Schwabach vor dem Durchflusse durch die Stadt. 1 L. davon entfärbt 11 ccm Chamäleonlösung. Härtegrad 10.

20 ccm Indigo brauchen 15,8 ccm hydroschwefligsaures Natron.

Versuch $\begin{cases} \text{a } 250 \text{ ccm Wasser} = 6{,}4 \\ \text{b } 250 \text{ „ „} = 6{,}8 \end{cases}$ ccm hydroschws. Natron.

6,6 ccm hydroschwefligsaures Natron = 0,8558 ccm O_2 = 250 ccm Wasser. 1 L. enthält in Lösung 3,4232 ccm O_2 bei 14° C. u. 735,3 B. reducirter Gehalt 3,1505 ccm O_2.

Versuch VII.

Wasser der Schwabach nach dem Durchflusse durch die Stadt; schmutzig, trüb etwas übelriechend. 1 L. entfärbt 12 ccm Chamäleonlösung. Härtegrad 10.

20 ccm Indigo brauchen 15,8 ccm hydroschwefligsaures Natron.

Versuch $\begin{cases} \text{a } 250 \text{ ccm Wasser} = 4{,}8 \\ \text{b } 250 \text{ „ „} = 4{,}8 \end{cases}$ ccm hydroschw. Natron.

4,8 ccm hydroschwefligsaures Natron = 0,7824 ccm O_2 = 250 ccm Wasser. Demnach sind in einem L. gelöst 3,1296 ccm O_2 bei 14° C. u. 735,3 B., reducirter Gehalt = 2,8813 ccm O_3.

Versuch VIII.

Jauche aus einem Graben (in der Nähe des Kanals), trübe, undurchsichtig, intensiver Jauchegeruch, Spuren von Chlor und Ammoniak. Härtegrad 17. 1 L. entfärbt erst 33 ccm Chamäleonlösung.

20 ccm Indigolösung brauchen 16,8 ccm hydroschwefligsaures Natron.

Versuch $\begin{cases} \text{a } 250 \text{ ccm Wasser} = 1{,}6 \\ \text{b } 250 \text{ „ „} = 1{,}6 \end{cases}$ ccm hydroschw. Natron.

1,6 ccm hydroschwefligsaures Natron = 0,2432 ccm O_2 = 250 ccm Jauche. 1 L. der Jauche enthält in Lösung 0,9728 ccm O_2 bei 21° C. u. 732,4 B. reducirter Gehalt 0,8706 ccm O_2.

Versuch IX.

Gelblich gefärbtes Wasser, schlechter Geschmack, und von flockigem Inhalt. (Spitalstrasse. Brunnen im Hofe des Hauses Nr. 51). Härtegrad 15. 16 ccm Chamäleonlösung werden durch einen L. des Wassers entfärbt. Mässige Chlorfällung.

20 ccm Indigolösung brauchen 16,2 ccm hydroschwefligsaures Natron.

Versuch $\begin{cases} \text{a } 250 \text{ ccm Wasser} = 3{,}4 \\ \text{b } 250 \text{ „ „} = 3{,}4 \end{cases}$ ccm hydroschw. Natron.

3,4 ccm hydroschwefligsaures Natron = 0,5388 ccm O_2 — 250 ccm Wasser. In einem L. dieses Wasser sind demnach 2,1352 ccm O_2 bei 13° C. u. 734,6 B. gelöst. Der reducirte Gehalt ist = 1,9701 ccm O_2.

Versuch X.

Dieselbe Jauche wie bei Versuch VIII wurde noch mit Schlamm aus dem Graben vermischt und dann im Brütofen 48 Stunden lang einer Temperatur von 35—40° C. ausgesetzt. Gut verschlossen wird sie auf die Temperatur der Umgebung abgekühlt und dann untersucht. Hiebei ergibt sich eine Sauerstoffabnahme. 1 L. dieser Jauche entfärbt 42 ccm Chamäleonlösung. 20 ccm Indigolösung entsprechen 17,8 ccm hydroschwefligsaures Natron.

Versuch $\left\{\begin{array}{l} a \quad 250 \text{ ccm Jauche} = 1{,}6 \\ b \quad \text{„} \quad \text{„} \quad \text{„} \quad = 1{,}6 \end{array}\right\}$ ccm hydroschw. Natron.

1,6 ccm hydroschwefligsaures Natron = 0,208 ccm O_2 = 250 ccm Jauche. Demnach enthält 1 L. in Lösung 0,832 O_2 bei 19° u. 735,2 B. reducirter Gehalt = 0,7525 ccm O_2.

In der nachstehenden Tabelle habe ich die erhaltenen Werthe zusammengestellt. Die Versuche sind nach der Menge des im Wasser enthaltenen O_2 geordnet.

Uebersichtstabelle.

Nr. d. Versuches.	Wassermenge.	T. C.	B.	Sauerstoffgehalt des Wassers.		Menge der Chamäleonlösung entfärbt v. 1 L. H_2O ccm	Härtegrad.	Bemerkungen.
				gefundener. ccm	reducirter. ccm			
I.	1000 ccm	12°	735,3	4,77	4,4207	9	5,5	Wasserleitung.
V.	„	13°	730,5	4,2	3,8536	10	6	Brunnen in der Spitalstrasse vor d. Hause 41.
III.	„	10°	732,5	4,0176	3,9116	10	18	Brunnen der obern Karlsstrasse.
VI.	„	14°	735,3	3,4232	3,1505	11	10	Schwabachwasser vor d. Durchflusse.
VII.	„	14°	735 3	3,1296	2,8803	12	10	Schwabachwasser nach d. Durchflusse
II.	„	10°	730,5	3,04	2,95	13	16	Institutsbrunnen.
IV.	„	11°	736,7	2,1888	2,0396	16	14	Brunnen der Bräuhausgasse.
IX.	„	13°	734,6	2,1352	1,9701	16	15	Spitalstrasse. Brunnen d. Hauses Nr. 51.
VIII.	„	21°	732,4	0,9728	0,8706	33	17	Jauche.
X.	„	19°	735,2	0,832	0,7525	42	17	Digerirte Jauche.

Die mitgetheilten Versuche berechtigen zu folgenden Schlüssen:

1) Schützenberger's Methode zur Bestimmung des im Wasser gelösten Sauerstoffes liefert bei einiger Uebung Resultate, welche untereinander fast identisch sind; vergl. Versuch II Seite 19, IV S. 20, V S. 20, VII—X.

2) Ein geniessbares Wasser enthält circa 3,5—4,5 ccm O_2 pro L. in Lösung; doch bietet der Sauerstoffgehalt keinen sicheren Massstab für die Geniessbarkeit; vergleiche Versuch III.

3) Die O_2 Menge scheint abhängig zu sein von der Menge der im Wasser enthaltenen organischen Substanzen, indem mit zunehmendem Gehalt der letzteren der Sauerstoffgehalt im allgemeinen abzunehmen scheint.

ZOBODAT - www.zobodat.at

Zoologisch-Botanische Datenbank/Zoological-Botanical Database

Digitale Literatur/Digital Literature

Zeitschrift/Journal: Sitzungsberichte der Physikalisch-Medizinischen Sozietät zu Erlangen

Jahr/Year: 1878-1880

Band/Volume: 12

Autor(en)/Author(s): Zeitler Fr. X.

Artikel/Article: Ueber Sauerstoff-Bestimmung. 135-154