

Kromitlerin Kimyevî tahlillerine ait etütler

Aşağıda kısaca krom cevheri ismi verilen kromit ihracının son seneler zarfındaki anî artışı M. T. A. Enstitüsü Kimya Laboratuvarına da bu cevherden külliyetli miktarda numunelerin gelmesine sebebiyet vermiştir.

Bu numunelerin kimyevî tahlilleri umumiyetle $\text{Cr}_2\text{O}_3\text{Fe}$ ve Si O_2 muhtevalarının kemmî tayinine inhisar etmektedir. Çünkü bu tayin neticesindedir ki, ekser ahvalde krom cevherinin safiyeti hakkında bir hüküm verilebilmektedir.

Krom cevheri Cr_2O_3 ve Fe muhtevalarının tayini için bugüne kadar istimal edilen metod çok uzun bir vaktin ziyama sebebiyet vermekte ve aynı zamanda beher analiz için istihlâk edilen material de nisbeten çok yüksek bir yekûn tutmaktadır. Bu sebeple bugüne kadar istimal edilen metodta vakitten esaslı bir tasarrufu ve fiatlerde ehemmiyetli bir tenezzülü istihdaf edebilecek şekilde bir değişikliği tecrübe etmek keyfiyeti akla yâkın gelmektedir.

Aşağıdaki satırlarda bugüne kadar istimal edilen bu metoda ait tarafımdan meydana getirilen bir değişiklik hakkında etraflı malûmata tesadüf edilecektir. Bu yeni çalışma tarzı sayesinde gerek çok vakit tasarruf edilmiş olacak gerekse fiatlerde ehemmiyetli bir tenezzül vukua gelecektir.

Bilhassa bir cevherin kalitesi hakkında kabil olduğu kadar seri olarak muvakkat bir fikir edinilmek isteniliyorsa, ekser ahvalde krom cevherinin Cr_2O_3 muhtevaları mevzuubahs olur. Bu keyfiyeti I inci hal olarak göstermek istiyoruz.

1 inci hal

Krom Cevherinde Cr_2O_3 muhtevalarının tayini

Bir hakik havan içerisinde fevkalâde ince olarak doğulmuş cevherden 0,1 ilâ 0,2 gram kadar alınarak tahminen 50 gram ağırlığında ve 8-9 santimetre kutrunda platin bir kap içine konur. Buna 5 gram kadar inci şeklinde natriumhidrooksid ilâve edilir. Bu kap gayet küçük alevli Bunsen beki üzerine tutularak eritilir ve beş dakika kadar bu mayi içerisinde bırakılır.

Bu zaman zarfında platin kabın dibi kızıl hararet haline girmemeli veya azamî olarak bu keyfiyet gayet hafif bir şekilde vaki olmalıdır. Bunu müteakip alev uzaklaştırılarak muzap bir haldeki mayi donmağa terkedilir. Bu mayi tahminen 7-8 gramlık natriumsuperoksidi ile üstte bir tabaka teşkil eder ve yine tedricen küçük alevlerle muzap bir hale getirilir. Bu esnada platin kabın dibinin hafif bir şekilde kızıl hararet haline gelinceye kadar ısıtılmasına dikkat edilmelidir. Kap sık sık sallanarak mahlutun iyi bir şekilde karıştırılması temin edilebilir. 5 gramlık natriumhidrooksidin eritilmesi de dahil olduğu halde, yarım saat zarfında krom cevherinin tamamen kabili inhilâl bir hale getirilmesi mümkün olur. Halbuki eski usulde; yani cevherin saf nikelden bir pota içinde kabili inhilâl bir hale getirilmesi metodunda, yanık filtire bakayasının natriumsuperoksit ile ikinci bir izabesine ve buna ait bütün zahmetlere muhakkak ki katlanmak icap ediyordu, izabenin tasallûbundan sonra yapılacak su ile muamele esnasında köpürüp taşma keyfiyetinin önüne geçilmek üzere, platin kap so-

ğuk su banyosuna konur. Muzap maddenin mahlûlü hâsıl olan rûsupla birlikte bir litrelik bir cam bardak içine doldurulur. Kısa bir müddet hafif bir galeyan derecesinde ısıtılır. Bunu müteakip, İd-rooksit rûsubu süzülmeden, krom mahlûlü bir soğuk su banyosuna vazolunur ve bir oda harareti derecesi kadar soğuduktan sonra 1.1 nisbetindeki hamızı kibrit ile cüz'î bir şekilde asitleştirilir. Artık mahlûl berrak bir halde olduğundan, kabili inhilâl bir hale gelme keyfiyetinin tamam olduğuna kolayca kanaat nâsıl olabilir. Halbuki birinci metoda nazaran, ilk kabili inhilâl bir hale gelme keyfiyetinin kâfi derecede müessir olup olmadığı veya rûsubun bir miktarının ziyaa uğrayıp uğramadığı hakkında kat'î bir miyar yoktu. Biraz evvel de mevzu bahis olduğu gibi, emin olabilmek için ancak ikinci ilh. . ilh. . . defalar cevheri kabili inhilâl bir hale getirmek muamelesini icra etmek lâzım geliyordu ki, bu da ilk idrooksit rûsubunun filtrasyonundan maada, beş altı saatlik bir zamanın sarfını icap ettiriyordu. Şu halde bu müddet yeni tarz çalışmada tamamiyle tasarruf edilmiş oluyor.

1 : 1 hamızı kibriti ile asitleştirilmiş olan mahlûl bir çeyrek saat kadar bırakılır ve bu esnada cam bir çubukla karıştırılır, ve sonra mutat şekilde nisbet tayini yapılır.

Yeni iş tarzına göre Cr_2O_3 hakkında yapılan münferit tayin için sarfedilen müddetin mecmuu azamî iki saat kadardır. Eğer aynı zamanda muhtelif tayinler yapılırsa, beher tayin için bu müddet ten tasarruf edilmiş olur.

Eğer Cr_2O_3 muhtevâsından maada Fe in de tayini icap ederse, yeni tarz çalışma metoduyla II nci halde zaman ve material bakımından temin edilen kazanç daha müsait olur.

II inci hal

Krom Cevherinde $C_2 O_3$ ve Fe muhtevâsının tayini

Aynı I inci halde olduğu gibi, ince olarak dövülmüş krom cevheri tartılarak platin bir kap içine konur, kabili inhilâl bir hale getirilir, ve cam bardağa doldurulur. Galeyan haline kadar kaynatılarak soğumağa bırakılır. Bunu müteakip ferrid-rooksit ihtiva eden rûsup bir «Schwarzbandfikre»

vasıtasile bir litrelik cam bardağa veya «Erlenmeyer» e süzülür ve birçok defa sıcak su ile yıkanır. Süzülme ve yıkanma ameliyesi en fazla yarım saat kadar sürer, halbuki eski metoda göre, büyük hacimde iki rûsup elde etmek için, aynı ameliyelere 6-7 saatlik bir zaman sarfı icap ederdi.

Filtre üstünde bulunan ferriidrooksit yıkanıldıktan sonra o kadar saf bir hale gelir ki, hiçbir muameleye lüzum görülmeden sulandırılmış hamızı klormada eritilebilir ve redaksiyonu müteakip mutat veçhile nisbet tayini yapılır. Burada da temin edilen kazancın ehemmiyetinden bahsedebiliriz, çünkü on beş dakika kadar bir zaman demirin tayinine kifayet ettiği halde, eski metoda nazaran, potada vücade gelen nikeli izale etmek için, nisbet tayininden evvel, asgarî olarak iki defa ameliyede bulunmak icap ederdi. Bu ameliyenin ifası için sarfedilen zamanı en az iki saat olarak tahmin etmek lâzımdır; şu halde yeni çalışma tarzına göre, bu zamandan da tasarruf edilmiş oluyor.

Crom Cevherinde Si O_2 muhtevâsının tayini

Platin kapta yapılan natriumidrooksit ve natriumsüperoksit ile kabili inhilâl hile getirme metodu, Si O_2 için dahi mükemmelen istimal edilebilir. Esasen bu metodun, kuvvetli vasıtalarla alkalik bir kabili inhilâl hale getirme vaziyeti istenilen her ahvalde istimali mümkündür.

Materyalden tasarruf

Yeni çalışma tarzı ile zamandan kazanıldıktan maada, materyalden de tasarruf mümkün olmaktadır ki, bunu aşağıda bildiriyoruz.

1. — Eski metodun istimalinde kullanılan ve çok az dayanması dolayısıyla pahalıya malolan saf nikelden pota artık istimal edilmemektedir.

2. — Bugüne kadar istimal edilen natriumsüperoksit miktarının ancak nısfı sarfolunabilmektedir.

3. — Pahalı amonyak istimaline hiç lüzum yoktur.

4. — Hamızı klorma sarfiyatı ancak birkaç santimetre mikâbına inhisar etmektedir.

5. — Şimdiye kadar yapılanla makayese edi-

lirse, maimukattar sarfiyatı yandan aşağıya inmektedir.

6. — I inci halde filtreye kat'iyen lüzum yoktur, II nci halde ise beş filtre yerine ancak bir filtreye ihtiyaç vardır.

7. — Gaz sarfiyatı bugüne kadar yapılanın yansını bile bulmamaktadır.

8. — Camdan aletlere daha az lüzum görüleceğinden, bu suretle kırılma yüzünden hâsıl olan zararlar da azalmış oluyor.

En son olarak şu noktayı da bildirmek isterim ki, o da, her tarafta taammüm etmiş bir iddianın aksine olarak, natriumsüperoksidin, içinde bulunduğu kaba hiçbir zarar iras etmeden, muayyen şerait dahilinde platinden bir kapta mükemmelen eritilebileceğidir.

Yukarıda bildirilen şeraite tamamen riayet edildiği takdirde zayi olacak miktar beher tahlil için O ilâ 1 istisnâî ahvalde 2 mg. kadardır ki, bu miktar amelî bakımdan sıfıra müsavidir.

Ankara, 20.10.1938