

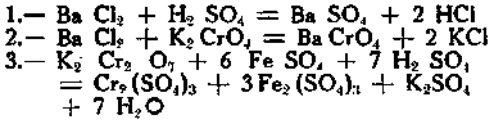
Fabrika ve Laboratuvarlarda Kükürt Miktarının Süratle Tayini için Usul.

Yazan: Dr. H. Hueber

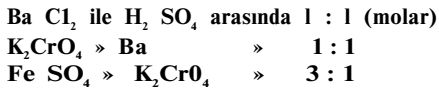
Kükürt tayini, teknik laboratuvarın çalışma programında çok büyük bir mevki işgal eder; hemen hemen yalnız gravimetrik usulle yapıldığından çok fazla zaman sarfını mucip olur.

Aşağıda muharrir tarafından tecrübe olunmuş Volümetrik bir usulden bahsedilecektir ki bu usul sayesinde kükürt miktarının tayini için sarfedilen zaman, mühim miktarda azalır.

Bu usulün esas taamülleri aşağıda yazılmıştır:



Yukardan çıkarılmış olan adedî münasebetler bervechi atidir:



Moliküler hesap üzerine nazarı itibare alınan mahlüllerde geriye yapılan titrasyonda m/10 Fe SO₄ mahlülünün 1ccm. 3,269 mg. H₂ SO₄ de veya 3,202 mg. SO₄ de veya 2,669 mg. SO₃ veya 1,069 mg. S de tekabül eder. Bir litre m/10 ferro sülfat mahlülü 27,801 gr. Fe SO₄ 7 H₂ O ihtiva etmektedir.

Lüzumlu olan mahlüller.

M/10 Ba Cl₂ mahlülü A

M/5 K₂ Cr₂ O₇ » B

ve yukarıda zikredilen demir sülfat mahlülü. C

Ameliyenin yapılışı: A kör tecrübe:

250 ccm. lik bir balon joje derununa dikkatle ölçülmüş 25 ccm. A mahlülünden, üzerine takriben 2-3 gr. amonyum asetat ve 25 ccm. B mahlülü ilâvesiyle rüsubun çökmesi temin olunur. İyi bir karıştırmayı müteakip balonun hacmim gösteren çizgiye kadar temdid olunur, Teressübden sonra kuru bir süzgeç kağıdından yine kuru bir «Becherglas» a süzülür.

Süzülen mahlülün ilk 10-15 ccm. atıldıktan sonra tam 50 ccm. hacminde alman numuneye 10 ccm. H₂ SO₄ konarak (*) E. Thielmann'm tarifine göre Potansiometrik metoduyla titre edilir. Bu size ilk sarfedilecek miktarı verir I.

Tayini yapılacak olan esas numunede kükürt miktarı 50 mgr. mı geçmemek ve azami 50 ccm. lâzım olacak olan mahlül 250 ccm. lık bir balon joje derununda 25 ccm. Barium kloritle tersip olunduktan sonra karıştırılır. Amonyum Asetat ve Potasyum Bikromat ilâvesini müteakip tekrar

(*) M. T. A. No. 4/1939 a bak.

karıştırılarak çizgiye kadar temdit olunur. Yukarıda bahsolunduğu gibi süzülerek titrasyonu yapılır. II.

Bu defa daha fazla mahlül sarfi icap edecektir, çünkü Barium'un bir kısmı Kü-kürtle birleşmiş olmakla artan bikromat miktarı eskisinden (kör tecrübedekinden) daha çok olacaktır.

L e sarfolunanın beş misli II. ye sarfolunanın beş mislinden tenzil olunduktan alınan numunede mevcut kükürt için sarfi icap eden $FeSO_4$ miktarını bulmuş oluru. Yukarıda bahsedilenlerin yardımıyla bu fark muadil gramlarla zarbolunduktan aranan kükürt miktarı bulunmuş olur.

Seri halinde yapılan miktar tayinlerinde 1-2 kör tecrübe tabii kâfidir. Mahlülün Ferro Sülfat muhteviyatı hemen her zaman mütehavvil olması yüzündendir ki bu mahlülü ekseriya kontrol etmek ve tevafuk edecek bir tashih faktörünü hesaba katmak lâzımdır. Bütün mahlüller hazırlandığı takdirde, mevzubahs olan miktar tayini infisahla birlikte takriben bir saat kadar sürüp kükürtlü mahlülde bulunabilen Silis ve daha başka yabancı maddelerin burada hiçbir rolleri yoktur. Geri Titrasyonun lyodimetrik olarak da yapılmasına kolaylıkla imkân vardır.

Burada esas mahlülü teşkil etmekte olan n/10 Tiosülfatın 1 ccm., birleşik veya S de

Ferro Sülfatta olduğu gibi tekabül edip yalnız kör tecrübeden dolayı fazla mahlül sarfını mucip olmaktadır.

Daha ziyade artan malzeme sarfiyatına mukabil kullanılan mahlüllerin uzun zaman dayanıklı olması ve ve sabit kalması rüçhamları vardır. Barium Sülfat ve Barium Kromatin yekdiğerine olan büyük müşabehetlerinden dolayı (0,00001 Mol/Lit. Sülfata 0,000014 Mol/Li Kromat iki rüsup arasında bir muvazene tehlikesini meydana getirmektedir.

Fakat gerek ameliyenin soğukta yapılması ve gerekse Kromat ilâvesinden evvel Sülfatların dibe çökmüş bulunması bu tehlikeyi de ehemmiyetli bir şekilde bertaraf etmiş olur.

Çok hassas çalışmalarda vukua gelecek böyle küçük hata ihtimallerinden tevakki edebilmek için Kromat ilâvesinden evvel bir ara süzme ameliyesine tâbi tutulur. Bu ameliye yapılsa bile mecmuu çalışma müddeti takriben 15-20 dakika kadar uzatılmış olur.

Her halde Gravimetrik usulde çalışırken yabancı iyonların ayrılması, bundan maada rüsubun kül edilmesi ile buna taallük eden işler meyanında asgarî iki tartı için de sarfedilecek zamanı nazarı itibare almak lâzımdır.