

tırmalan muvaffakiyetle neticelenirse bu, yalnız petrol kumpanyaları mesaisinde ve bunların hizmetinde bulunan kimselerin görmüş oldukları müşkül işin bir mükâfatı olmakla kalmıyacak, aynı zamanda şimdiye kadar hemen hemen sahil kısımlarına inhisar etmiş olan medeniyet nüfuzunu arttırmakla papualıların da menfaatine hizmet edecektir.

Bu vermiş olduğumuz yepyeni haberde dünya fen âleminin elinden tutan ve istediğini yaptıracak bir kudrete sevkeden âmilin henüz pek az ömrü olan ve fakat dev adımlarile yürüyen fotogrametri mesaisinin bugün de bundan sonra da neleri yaratmağa ve başarmağa sai bulunacağında şüphe yoktur.

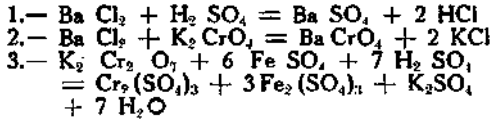
Fabrika ve Laboratuvarlarda Kükürt Miktarının Süratle Tayini için Usul.

Yazan: Dr. H. Hueber

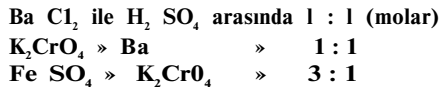
Kükürt tayini, teknik laboratuvarın çalışma programında çok büyük bir mevki işgal eder; hemen hemen yalnız gravimetrik usulle yapıldığından çok fazla zaman sarfını mucip olur.

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:



Molikülar hesap üzerine nazarı itibare alınan mahlüllerde geriye yapılan titrasyonda m/10 Fe SO₄ mahlülünün İccm. 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 rüsübün 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 metotla 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 sarfo-lunanın beş mislinden tenzil olundukta alınan numunede mevcut kükürt için sar-fi icap eden FeSO_4 miktarını bulmuş olu-ruz. Yukarıda bahsedilenlerin yardımıle bu fark muadil gramlarile zarbolundukta aranılan kükürt miktarı bulunmuş olur.

Seri halinde yapılan miktar tayinlerin-de 1-2 kör tecrübe tabii kâfidir. Mahlülün Ferro Sülfat muhteviyatı hemen her za-man mütehavvil olması yüzündendir ki bu mahlülü ekseriya kontrol etmek ve teva-fuk edecek bir tashih faktörünü hesaba katmak lâzımdır. Bütün mahlüller hazırlan-dığı takdirde, mevzubahs olan miktar tayini infisahla birlikte takriben bir saat kadar sürüp kükürtlü mahlülde bulunabil-en Silis ve daha başka yabancı madenle-rin burada hiçbir rolleri yoktur. Geri Tit-rasyonun lyodimetrik olarak da yapılması-na 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 za-man dayanıklı olması ve ve sabit kalması rüçhamları vardır. Barium Sülfat ve Ba-rium 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 yapıl-ması ve gerekse Kromat ilâvesinden evvel Sülfatların dibe çökmüş bulunması bu teh-likeyi 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 müd-detü takriben 15-20 dakika kadar uzatılmış olur.

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

Schnellmethode zur Schwefelbestimmung für Betriebs-und Laboratoriums zwecke.

Dr. H. Hueber

Die Schwefelbestimmung nimmt inner-halb des Arbeitspensums eines technischen Laboratoriums einen sehr grossen Raum ein und beansprucht, da sie fast durchwegs gravimetrisch durchgeführt wird, einen ziemlich grossen Zeitaufwand.

Im folgenden sei ein vom Verfasser er-probtes massanalytisches Verfahren besch-rieben, das den Zeitaufwand wesentlich herunterzusetzen gestattet. Als Grundreak-tionen für diese Verfahren sind folgende Vorgaenge massgebend :