

YÖNETMELİK

Gıda, Tarım ve Hayvancılık Bakanlığından:

**KİMYEVİ GÜBRE DENETİM YÖNETMELİĞİNDE DEĞİŞİKLİK
YAPILMASINA DAİR YÖNETMELİK**

MADDE 1 – 25/4/2002 tarihli ve 24736 sayılı Resmî Gazete’de yayımlanan Kimyevi Gübre Denetim Yönetmeliğinin ekinde yer alan EK-3 ekteki şekilde değiştirilmiştir.

MADDE 2 – Bu Yönetmelik yayımı tarihinde yürürlüğe girer.

MADDE 3 – Bu Yönetmelik hükümlerini Gıda, Tarım ve Hayvancılık Bakanı yürütür.

3 “EK- 3**GÜBRELERİN ANALİZİ İÇİN ÖNGÖRÜLEN METOTLAR****GENEL GÖZLEMLER****1 ANALİZ İÇİN NUMUNENİN HAZIRLANMASI****2 AZOT**

2.1 Amonyak azotu tayini

2.2 Nitrat ve amonyak azotu tayini

2.2.1 Ulsch’a göre nitrat ve amonyak azotu tayini

2.2.2 Arnd’a göre nitrat ve amonyak azotu tayini

2.2.3 Devarda’ya göre nitrat ve amonyak azotu tayini

2.3 Toplam azot miktarının tayini

2.3.1 Nitrat içermeyen Kalsiyum Siyanamid’de toplam azot tayini

2.3.2 Nitrat içeren Kalsiyum Siyanamid’de toplam azot tayini

2.3.3 Üre’de toplam azot tayini

2.4 Siyanamid azotu tayini

2.5 Üre’de biürenin spektrofotometrik tayini

2.6 Aynı numunede azotun farklı formlarının tayini

2.6.1 Nitrat, amonyak, üre ve siyanamid azotu gibi azot formları içeren gübrelerde aynı numunede azotun farklı formlarının tayini

2.6.2 İki farklı yöntemle sadece nitrat, amonyak ve üre azotu içeren gübrelerde toplam azot tayini

2.6.3 Yüksek performanslı sıvı kromatografi (HPLC) kullanılarak üre yoğunlaşmasının tayini – İzobutiliden diüre ve krotoniliden diüre (Metot A) ve

metilen üre obligomerleri (Metot B)

3 FOSFOR

3.1 Ekstraksiyonlar

3.1.1 Mineral asitlerle çözünebilen fosforun ekstraksiyonu

3.1.2 % 2'lik formik asitte çözünebilen fosforun ekstraksiyonu

3.1.3 %2'lik sitrik asitte asitte çözünebilen fosforun ekstraksiyonu

3.1.4 Nötral amonyum sitratla çözünebilen fosforun ekstraksiyonu

3.1.5 Alkali amonyum sitrat ile ekstraksiyon

3.1.5.1 Petermann'a göre 65°C da çözünebilen fosforun ekstraksiyonu

3.1.5.2 Petermann'a göre, oda sıcaklığında çözünebilen fosforun ekstraksiyonu

3.1.5.3 Joulie'nin alkali amonyum sitratında çözünebilen fosfor ekstraksiyonu

3.1.6 Suda çözünür fosforun ekstraksiyonu

3.2 Ekstrakte edilmiş fosfor miktarının saptanması

4 POTASYUM

4.1 Suda çözünür potasyum tayini

5 KLOR

5.1 Organik materyal bulunmayan ortamlarda klorür tayini

6 ÖĞÜTME PROSEDÜRÜ İLE İLGİLİ İNCELİK

6.1 Kuru prosedür

6.2 Yumuşak doğal fosfatların öğütme inceliği tayini

7 YÜKSEK AZOTLU AMONYUM NİTRAT GÜBRELERİNİN KAREKTERİSTİK ÖZELLİKLERİ VE PATLAMAYA DAYANIM TESTİNİ KONTROL EDİLMESİ İLE İLGİLİ METODLAR, AĞIR METAL İÇERİĞİ VE TERMİK ÇEVİRİM SAYISI

7.1 Termik çevrimlerin uygulanması ile ilgili metodlar

7.2 Yağ tutma tayini

7.3 Yanıcı maddelerin tayini

7.4 pH değerinin tayini

7.5 Tane büyüklüğünün tayini

7.6 Klor tayini (klorür iyonu olarak)

7.7 Bakır tayini

8 İKİNCİL ELEMENTLER

8.1 Sülfat şeklinde bulunan toplam kalsiyumun, toplam magnezyumun, toplam sodyumun ve toplam kükürdün belirlenmesi

8.2 Değişik şekillerde bulunan toplam kükürtün belirlenmesi

8.3 Suda eriyen haldeki kalsiyum, magnezyum, sodyum ve kükürdün belirlenmesi(sülfat halindeki)

8.4 Değişik hallerde bulunan suda eriyen haldeki kükürdün belirlenmesi

8.5 Mecburi temel kükürdün belirlenmesi ve dozajı

8.6 Oksalat şeklinde çöktürüldikten sonra ayrılan kalsiyumun manganimetrik tayini

8.7 Atomik absorpsiyon spektrometrisi ile magnezyum miktarının belirlenmesi

8.8 Kompleksometri ile magnezyum miktarının tayini

8.9 Sülfat miktarının tayini

8.10 Ayrılan sodyum miktarının tayini

9 MİKRO ELEMENTLER

9.1 Toplam mikro elementlerin belirlenmesi

9.2 Suda eriyen mikro elementlerin belirlenmesi

9.3 Gübre numunelerinin içinden organik bileşiklerin uzaklaştırılması

9.4 Atomik absorpsiyon spektrofotometri yöntemi ile gübre numunelerindeki mikro elementlerin tayini (genel işlem modu)

9.5 Gübre numunelerinden bor tayini azometine-h spektrofotometreli metot

9.6 Gübre numunelerinden kobalt tayini atomik absorpsiyon spektrofotometreli metot

9.7 Gübre numunelerinden bakır tayini atomik absorpsiyon spektrofotometreli metot

9.8 Gübre numunelerinden demir tayini atomik absorpsiyon spektrofotometreli metot

9.9 Gübre numunelerinden mangan tayini atomik absorpsiyon spektrofotometreli

metot

- 9.10 Gübre numunelerinden molibden tayini bir kompleksin amonyum thiosinate spektrofotometri metodu
- 9.11 Atomik absorpsiyon spektrofotometri yöntemi ile gübre numunelerindeki çinko tayini

10 MİKTARI % 10'DAN FAZLA OLAN MİKRO ELEMENTLER

- 10.1 Toplam mikro elementlerin belirlenmesi
- 10.2 Suda eriyen mikro elementlerin belirlenmesi
- 10.3 Gübre numunelerinin içinden organik bileşiklerin uzaklaştırılması
- 10.4 Atomik absorpsiyon spektrofotometri yöntemi ile gübre numunelerindeki mikro elementlerin tayini (genel metot)
- 10.5 Asidimetrik titrasyon metodu ile gübre numunelerinden bor tayini
- 10.6 Gübre numunelerinden kobalt tayini 1-nitroso– 2-naphtol'lu gravimetrik metot
- 10.7 Titrimetrik metot ile gübre numunelerinden bakır tayini
- 10.8 Gübre numunelerinden demir tayini atomik absorpsiyon spektrofotometreli metot
- 10.9 Gübre numunelerinden manganez tayini permanganat titrasyonlu metot
- 10.10 Gübre numunelerinden molibden tayini 8-hidroksikinolein aracılığı ile gravimetrik metot
- 10.11 Atomik absorpsiyon spektrofotometri yöntemi ile gübre numunelerindeki çinko tayini

11 ŞELATLAMA MADDELERİ

- 11.1 Şelatlı Mikro Bitki Besin Maddesi Muhtevasının ve Mikro Bitki Besin Maddelerinin Şelatlı Kısımlarının Tayini
- 11.2 Edta, hedta ve dtpa tayini
- 11.3 o,o eddha ve o,o eddhma ile şelatlanmış demir'in tayini
- 11.4 Eddhsa ile şelatlanmış demir'in tayini
- 11.5 o,p eddha ile şelatlanmış demir'in tayini

12 NİTRİFİKASYON VE ÜREAZ İNHİBİTÖRLERİ

- 12.1 Disiyanamid tayini

12.2 Nbpt tayini

13 AĞIR METALLER

13.1 Kadmiyum muhtevasının tayini

14 KARBONDİOKSİT

14.1 Karbondioksitin tayini- bölüm 1: katı gübreler için metot

GENEL GÖZLEMLER

Laboratuvar ile ilgili donanım

Çalışma sırasında kullanılan erlen ve pipetlerin boyutları belirtilmesine karşılık diğer laboratuvar donanımı ve kullanılan aletler kesin olarak tanımlanmamıştır. Çalışmalara başlamadan özellikle küçük miktarlarda yapılacak belirlemeler ve tanımlamalar nedeniyle, tüm laboratuvar cihaz ve aletler temizlenmiş olmalıdır.

Kontrol testleri

Tüm cihaz ve aletlerin normal çalıştıklarından emin olduktan sonra bileşimleri önceden bilinen uygun kimyasal bileşikler (örneğin amonyum sülfat, mono potasyum fosfat gibi) kullanılmak suretiyle, analiz metodunun doğru olarak uygulandığından emin olunmalıdır. Bununla beraber, eğer tanımlanan analiz metodu tekniği tam anlamıyla doğru olarak uygulanmaz ise bazen, analiz edilen gübrelerden alınan sonuçlar yanlış kimyasal bileşimi gösterebilirler ve dolayısıyla yanlış sonuçlar alınmasına neden olabilirler. Diğer taraftan bazı belirleme reaksiyonları ampirik (salt deneysel) niteliklidir ve analiz edilen ürünün komplike kimyasal bileşimi ile yakından bağlantılıdır. Onun için mümkün olan durumlarda laboratuvarların standart gübre referansı için gerekli tanımlamaları yapmaları önerilir.

METOT 1

ANALİZ İÇİN NUMUNENİN HAZIRLANMASI

EN 1482-2: Gübreler ve Kireçleme Malzemeleri -Numune Alma ve Numune Hazırlama-Kısım 2:Numune Hazırlama

METOT 2
AZOT
METOT 2.1
AMONYAK AZOTU TAYİNİ

EN 15475: Gübreler: Amonyak Azotu Tayini

Bu metot ring-test'e tabii tutulmuştur.

METOT 2.2
NİTRAT VE AMONYAK AZOTU TAYİNİ
METOT 2.2.1
ULSCH'A GÖRE NİTRAT VE AMONYAK AZOTU TAYİNİ

EN 15558: Gübreler: ULSCH'ye Göre Nitrat ve Amonyak Azotu Tayini

Bu metot ring-test'e tabii tutulmamıştır.

METOT 2.2.2
ARND'A GÖRE NİTRAT VE AMONYAK AZOTU TAYİNİ

EN 15559: Gübreler: ARND'a Göre Nitrat ve Amonyak Azotu Tayini

Bu metot ring-test'e tabii tutulmamıştır.

METOT 2.2.3
DEVARDA'YA GÖRE NİTRAT VE AMONYAK AZOTU TAYİNİ

EN 15476: Gübreler: DEVARDA'ya Göre Nitrat ve Amonyak Azotu Tayini

Bu metot ring-test'e tabii tutulmuştur.

METOT 2.3

TOPLAM AZOT MİKTARININ TAYİNİ METOT 2.3.1

NİTRAT İÇERMEYEN KALSİYUM SİYANAMİD'DE TOPLAM AZOT TAYİNİ

EN 15560: Gübreler: Nitrat İçermeyen Kalsiyum Siyanamid'de Toplam Azot Tayini"

Bu metot ring-test'e tabii tutulmamıştır.

METOT 2.3.2

NİTRAT İÇEREN KALSİYUM SİYANAMİD'DE TOPLAM AZOT TAYİNİ

EN 15561: Gübreler: Nitrat İçeren Kalsiyum Siyanamid'de Toplam Azot Tayini"

Bu metot ring-test'e tabii tutulmamıştır.

METOT 2.3.3

ÜRE'DE TOPLAM AZOT TAYİNİ

EN 15478: Gübreler: Üre'de Toplam Azot Tayini"

Bu metot ring-test'e tabii tutulmamıştır.

METOT 2.4

SİYANAMİD AZOTU TAYİNİ

EN 15562: Gübreler: Siyanamid Azotu Tayini

Bu metot ring-test'e tabii tutulmamıştır.

METOT 2.5

ÜRE'DE BİÜRENİN SPEKTROFOTOMETRİK TAYİNİ

EN 15479: Gübreler: Üre'de Biürenin Spektrofotometrik Tayini

Bu metot ring-test'e tabii tutulmuştur.

METOT 2.6

AYNI NUMUNEDE AZOTUN FARKLI FORMLARININ TAYİNİ

METOT 2.6.1

NİTRAT, AMONYAK, ÜRE VE SİYANAMİD AZOTU GİBİ FARKLI AZOT FORMLARI İÇEREN GÜBRELERDE AYNİ NUMUNEDE AZOTUN FARKLI FORMLARININ TAYİNİ

EN 15604: Gübreler: Nitrat, Amonyak, Üre ve Siyanamid Azotu Gibi Farklı Azot Formları İçeren Gübrelerde Aynı Numunede Azotun Farklı Formlarının Tayini

Bu metot ring-test'e tabii tutulmamıştır.

METOT 2.6.2

İKİ FARKLI YÖNTEMLE SADECE NİTRAT, AMONYAK VE ÜRE AZOTU İÇEREN GÜBRELERDE TOPLAM AZOT TAYİNİ

EN 15750: Gübreler: Nitrat İçermeyen Kalsiyum Siyanamid'de Toplam Azot Tayini

Bu metot ring-test'e tabii tutulmuştur.

METOT 2.6.3

HPLC KULLANILARAK ÜRE YOĞUNLAŞMASININ TAYİNİ – İSOBUTİLİDEN DİÜRE VE KROTONİLİDEN DİÜRE(METOT A) VE METİLEN ÜRE OLİGOMERLERİ (METOT B)

EN 15705: Gübreler. Yüksek performanslı sıvı kromatografi (HPLC) kullanılarak üre yoğunlaşmasının tayini – İsobutiliden diüre ve krotoniliden diüre (Metot A) ve metilen üre oligomerleri (Metot B)

Bu metot ring-test’e tabii tutulmuştur.

METOT 3

FOSFOR METOT 3.1

EKSTRAKSİYONLAR METOT 3.1.1

MİNERAL ASİTLERDE ÇÖZÜNEBİLEN FOSFORUN EKSTRAKSİYONU

1. KAPSAM

Bu bölüm mineral asitlerde çözünen fosfor miktarının tayiniyle ilgili prosedürü tanımlamaktadır.

2. UYGULAMA SAHASI :

Burada tanımlanan metotlar Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmeliğin EK I’inde belirtilen fosfat içeren gübrelere uygulanmak içindir.

3. ANA PRENSİP

Nitrik asit ve sülfürik asit karışımı ile gübrelerdeki fosfatın ekstraksiyonu.

4. AYIRACLAR

Destile su veya mineralizesu.

4.1. Sülfürik asit ($d_{40}=1.84$).

4.2. Nitrik asit ($d_{40}=1.40$).

5. DONANIM

Standart laboratuvar donanımı

5.1. Bir Kjeldahl erleni, en az 500 ml kapasiteli veya yuvarlak tabanlı bir cam erlen üzerinde camdan reflüks bir kondansatör takılmış bulunan.

5.2. 5000 ml'lik bir dereceli cam erlen.

6. NUMUNENİN HAZIRLANMASI :

Metot 1'e bakınız.

7. PROSEDÜR

7.1. Numune :

0.001 gram hassasiyetinde, hazırlanan numuneden 2.5 g tartın ve kuru ve temiz bir Kjeldahl erlenine aktarın.

7.2. Ekstraksiyon

Maddeyi 15 ml su ile süspansiyon haline getirin. Üzerine 20 ml nitrik asit (4.2) ve çok dikkatlice 30 ml de sülfürik asit ilave edin (4.1)

Şiddetle başlayan reaksiyon yavaşladığında, erlendeki sıvıyı yavaşça kaynama noktasına getirerek 30 dakika kadar kaynatın. Soğumasına izin verin ve daha sonra çok yavaş ve dikkatlice 150 ml su ilave edin 15 dakika daha kaynatın.

Tamamen soğumasını sağlayın ve sıvıyı kantitatif olarak 500 ml'lik dereceli bir erlene aktarın. Gerekli hacme kadar işaretleyin ve karıştırın. Daha sonra fosfat içermeyen kuru bir filtreden geçirerek süzün. Filtre edilen ilk süzüntüyü kullanmayın.

7.3. **MİKTAR TAYİNİ**

Fosfatların elde edilmiş bulunan numune çözeltinin belli bir miktarında miktarının tayini Metot 3.2'ye göre yapılacaktır.

METOT 3.1.2

%2'LİK FORMİK ASİTTE (litrede 20 gram) ÇÖZÜNEBİLEN FOSFORUN EKSTRAKSİYONU

1. KAPSAM

Bu bölüm %2 formik asit (litrede 20 g kadar) içersinde çözünen fosfor miktarının tayini için uygulanan prosedürü tanımlamaktadır.

2. UYGULAMA SAHASI

Sadece yumuşak doğal fosfatlar için geçerlidir.

3. ANA PRENSİP

Sert doğal fosfatlar ile yumuşak doğal fosfatlar arasındaki farklılıkları belirlemek üzere, formik asitte çözünebilen fosfor miktarının tayini özel koşullar altında olmaktadır.

4. AYIRACLAR

4.1. %2 Formik asit (litrede 20 g kadar).

NOT

Destile suyla 5 litreye kadar 82 ml formik asit (% 98-100 konsantrasyonda. $d_{40} = 1.22$ g/ml) çözeltiyi hazırlayın.

5. ALETLER

Standart laboratuvar aletleri.

5.1. 500 ml'lik dereceli bir erlen (örneğin:Stohmann)

5.2. Rotari çalkalayıcısı (dakikada 35-40 defa dönen).

6. NUMUNENİN HAZIRLANMASI

Metot 1'e bakınız.

7. PROSEDÜR

7.1. Numune

0.001 gram hassasiyetinde hazırlanan numuneden 5 g kadar tartın ve geniş boyunlu (5.1) 500 ml'lik dereceli bir stuhmann erlenine aktarın.

7.2. Ekstraksiyon prosedürü

El ile (manuel olarak) erleni döndürerek çalkalayın ve işaretli yerden yaklaşık 1 cm aşağıya gelene kadar üzerine 20 °C (± 1) derecede formik asit ilave ederek gerekli hacme tamamlayın.

Erlenin ağzını kauçuk bir tapa ile kapatın ve 20 (± 2)°C derece sıcaklıkta 30 dakika rotari çalkalayıcısında çalkalayın (5.2). çözeltiyi fosfat bulundurmeyan kuru bir filtreden geçirerek kuru ve temiz cam toplama kabına aktarın. İlk gelen porsiyonu kullanmayın.

7.3. Miktar Tayini

Tamamen berrak durumda olan süzüntüde Metot 3.2 ye göre fosfat miktarını saptayın.

METOT 3.1.3

%2'LİK SİTRİK ASİTTE (Litrede 20 gram) ÇÖZÜNEBİLEN FOSFORUN EKSTRAKSİYONU

1. KAPSAM

Bu bölüm % 2 sitrik asit çözeltisinde çözünebilen (her litrede 20 g) fosforun ekstraksiyonu için uygulanan prosedürü tanımlamaktadır.

2. UYGULAMA SAHASI

Sadece cüruf türleri üzerinde uygulanabilir (Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmeliğin EK IA bölümüne bakınız)

3. ANA PRENSİP

Fosforun 2 %'lik sitrik asit çözeltisi ile (20 g/lt) ekstraksiyonu

4. AYIRACLAR

Destile su veya demineralize su.

4.1. Kristalize sitrik asit den ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$) hazırlanan %2 sitrik asit çözeltisi (Litrede 20 gram).

Not

10 ml sitrik asit çözeltisini 0.1 N standart sodyum hidroksit çözeltisi ile titre ederek (indikatör olarak fenol ftalein kullanılacak) konsantrasyonunu onaylatın.

Eğer çözeltinin konsantrasyonu doğru sınırlar içindeyse standart çözeltiden 28.5 ml kadar harcanmış olunmalıdır.

5. ALETLER

5.1. Rotari çalkalayıcısı (dakikada 35-40 defa dönen).

6. NUMUNENİN HAZIRLANMASI

Homojen olduğundan emin olunan orijinal numuneden dikkatle alınan ürün üzerinde analiz prosedürü uygulanır (Metot 1'e bakınız).

7. PROSEDÜR

7.1. Numune

0.001 gram hassasiyetinde hazırlanan numuneden 5 g tartın ve yeterince geniş bir boyuna sahip, 500 ml kapasiteli temiz ve kuru bir erlene aktarın. Bu gibi bir erlen ile sıvının şiddetle çalkalanması mümkün olacaktır.

7.2. Ekstraksiyon

20 °C (± 1) derece sıcaklıkta 500 (± 1) ml sitrik asit çözeltisini ilave edin. Ayıraçtan ilk birkaç mililitreyi ilave ederken elle şiddetli bir şekilde çalkalayın. Bu suretle kümeleşmenin ve maddenin erlenin yanlarına yapışmasının önüne geçin. Kauçuk bir tapa ile erlenin ağzını kapatın ve rotari çalkalayıcısında tam 30 dakika şiddetli bir şekilde çalkalanmaya bırakın (5.1) (20 ($\pm$) °C derece sıcaklıkta).

Çalkalama süresi sona erdiğinde derhal fosfat içermeyen kuru bir filtreden süzün ve temiz ve kuru bir erlene aktarın. İlk 20 ml süzüntüyü kullanmayın. Fosfat miktarını saptayabilmek için yeterli miktarda süzüntü elde edene kadar süzme işlemine devam edin.

7.3. Miktar Tayini

Eksrakte olmuş fosfor miktarını saptamak üzere metot 3.2 ye göre elde edilen çözeltinin belli bir kısmında fosfat miktarını saptayın.

METOT 3.1.4

NÖTRAL AMONYUM SİTRATTA ÇÖZÜNEBİLEN FOSFORUN EKSTRAKSİYONU

1. KAPSAM

Bu bölüm nötral amonyum sitrat içerisinde çözünen fosfat miktarının tayini için uygulanan prosedürü tanımlamaktadır.

2. UYGULAMA SAHASI

Nörtl amonyum sitratta çözünürlüğü olan tüm gübrelere uygulanabilir (Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelik EK I'e bakınız).

3. ANA PRENSİP

Özel koşullar altında (pH=7), 65 °C sıcaklıkta nötr amonyum sitrat çözeltiyi kullanmak suretiyle fosfor ekstrakte edilir.

4. AYIRAÇLAR

Destile su ya da mineralizesu.

4.1. Nörtl amonyum sitrat çözeltisi (pH=7)

Bu çözelti her litresinde 185 g kristalize sitrik asit içermeli ve özel bir graviteye 1.09, 20 °C derecede ve pH=7 olmalıdır.

Ayıraç aşağıda belirtildiği gibi hazırlanır.

370 g kristalize sitrik asiti 1.5 litre suda çözündürün ve 345 ml amonyum hidroksit çözeltisi ilave etmek suretiyle (%28-29 NH₂) nötral bir çözelti hazırlayın. Eğer NH₂ konsantrasyonu %28 den düşük ise, amonyum hidroksit çözeltisinden biraz daha fazla miktarda ilave edin. Sitrik asidi de daha az miktarda su ile seyreltin.

Soğutun ve çözeltinin içersine pH metrenin elektrotlarını daldırılmış durumda tutarak mutlak bir nötralizasyon sağlandığından emin olun. Çözeltinin içersine damla damla amonyak % 28-27 NH₂, ilave edin ve mekanik bir karıştırıcı ile devamlı olarak karıştırın. Karıştırma işlemine 20 °C sıcaklıkta pH=7 oluncaya kadar devam edin. Bu noktada çözeltiyi 2 litreye tamamlayıp ve tekrardan pH'sını kontrol edin. Hazırlanan bu ayırıcı sıkı kapalı bir şişede saklayın ve düzenli aralıklarla pH'sını kontrol edin.

5. ALETLER

5.1. 2 litrelik cam kap.

5.2. pH metre.

5.3. 200 yada 250 ml'lik erlen.

5.4. 500 ve 2000 ml'lik dereceli iki erlen.

5.5. Uygun bir karıştırıcı ile donatılmış (Şekil 8.) ve bir termostat (ısı denetim aleti) ile 65 °C sıcaklığa ayarlanabilen su banyosu.

6. NUMUNENİN HAZIRLANMASI

Metot 1'e bakınız.

7. PROSEDÜR

7.1. Numune

Analiz edilecek gübreden (Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelik Ek I A ve B ye bakınız) 1-3 g kadar tartın. İçersinde önceden 65 °C dereceye ısıtılmış amonyum sitrat çözeltisi bulunan temiz bir 250 ml'lik erlene aktarın.

7.2. Çözeltilerin analiz edilmesi

Erlenin ağzını bir tapa ile kapatın ve çözeltinin içerisinde kümeleşmeyi önlemek üzere iyice çalkalayın. Daha sonra basıncı dengelemek üzere tapayı biraz çıkartın ve tekrardan erlenin ağzını kapayın. Erlenin su banyosuna daldırın ve erlenin sıvıyı kesin olarak 65 °C sıcaklıkta tutacak şekilde ayar edin. Erlenin bir karıştırıcıya takın (Şekil 8'e bakın) karıştırma sırasında erlenin içerisindeki sıvının seviyesi su banyosununkinden daha aşağıda bulunmalıdır. Süspansiyonun oluşumunu tamamlamak üzere mekanik bir karıştırıcı kullanılması yerinde olur.

Yaklaşık 1 saat süren karıştırma işlemini takiben erlenin su banyosundan çıkartın.

Derhal akan su altında oda sıcaklığına kadar soğutun ve yine derhal kantitatif olarak erlenin sıvıyı 500 ml'lik dereceli bir erlene aktarın (bu işlem sırasında bir aktarma şişesi-jetbottle-kullanılmalıdır) gereken hacme suyla tamamlayın. İyice karıştırın. Kuru bir filtreden süzün (fosfatlar orta bir hızla açığa çıkacaklardır) ve temiz ve kuru bir erlene aktarın. İlk süzüntüyü kullanmayıp atın. (yaklaşık 50 ml kadar). İşleme devam ederek yaklaşık 100 ml berrak bir süzüntü toplamaya çalışın.

Miktar Tayini

Ekstredeki fosfat miktarı tayini Metot 3.2'ye göre yapılacaktır.

METOT 3.1.5

ALKALİ AMONYUM SİTRAT İLE EKSTRAKSİYON METOT 3.1.5.1

PETERMANN'A GÖRE 65 °C SICAKLIKTA ÇÖZÜNEBİLEN FOSFORLARIN EKSTRAKSİYONU

1. KAPSAM

Bu bölüm alkali amonyum sitrat içerisinde çözünür fosfat miktarının tayini için uygulanan prosedürü tanımlamaktadır.

2. UYGULAMA SAHASI

Sadece çöktürülmüş dihidrat dikalsiyum fosfat ($\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) üzerinde uygulanacaktır.

3. ANA PRENSİP

Çok özel koşullar altında (petermann'a göre) alkali amonyum sitrat çözeltisinde, 65 °C sıcaklıkta fosforun ekstrakte edilmesi.

4. AYIRACLAR

Destile su veya demineralize su (destile su ile aynı özelliklere sahip).

4.1. Petermann çözeltisi

4.2. Özellikleri

Sitrik asit ($\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$); litrede 173 gr.

Amonyak azotu litrede: 42 gr.

Ph 9.4-9.7 arasında

Diamonyum sitrattan hazırlanması

3500 mililitrelik bir kap içersinde 931 g diamonyum sitratı (molekül ağırlığı 226.19) 500 ml suda çözündürün akan su banyosunda bir müddet bırakın, karıştırın ve soğutun. Üzerine küçük miktarlarda amonyak ilave edin. Örneğin $d_{20}^{20} = 0.906$. %20.81 (ağırlık olarak) amonyak azotuna eşdeğerdir. Bu nedenle amonyak çözeltisinden 502 ml kullanılmalıdır. Isıyı 20 °C dereceye ayar edin ve gereken hacme suyla tamamlayın. Karıştırın.

Sitrik asit ve amonyaktan hazırlanması

2500 mililitrelik kapasiteye sahip bir kapta, 65 g sitrik asit monohidratı 2500 ml destile suda çözündürün. Kabı bir buz banyosuna yerleştirin ve üzerine küçük miktarlar halinde ve devamlı sallamak suretiyle (bir huni kullanarak) amonyak çözeltisi ilave edin. (Huninin ince borusu sitrik asit çözeltinin içersine daldırılmış olmalıdır) örneğin $d_{20}^{20} = 0.906$ g/l amonyak azotunun %20.81'ine (ağırlık olarak) eşdeğerdir. Bu nedenle 1114 ml amonyak çözeltisi ilave edilmelidir. Sıcaklığı 20 °C dereceye ayar edin ve sıvıyı standart bir 5 litrelik kaba aktarın. İşareti yere kadar destile suyla doldurun ve karıştırın.

Aşağıda belirtildiği gibi amonyak azotu miktarını kontrol edin

Çözeltiden 25 ml kadarını 250 ml'lik standart bir cam erlene aktarın ve gereken hacme destile suyla tamamlayın. Karıştırın. Amonyak azotu miktarını bu 25 ml'lik çözelti üzerinde Metot 2.1'e göre çalışarak saptayın. Eğer doğru çözelti kullanıldıysa 0.5 N H₂SO₄ den 15 ml kullanılmış olması gerekmektedir.

Eğer amonyak azotu kuvveti 42 g/litre'den fazlaysa, NH₃ içersinden inert gaz geçirilmek suretiyle ortamdan bertaraf edilebilir, ancak pH tekrardan 9.7 ye ayar edilmelidir. Gerekirse ikinci bir defa daha miktar saptama işlemi yapın.

Eğer amonyak azotunun kuvveti 42 g/litreden dan daha düşük ise, çözeltinin içersine ağırlığı belli amonyak çözeltisi ilave etmek gerekebilir:

500

$P = (42 - n \times 2.8) \times \text{-----} \text{ g}$

20.81

M

Veya hacim V = ----- (20 °C'de)

0.906

Eğer V, 25 ml den az ise doğrudan onu 5 litrelik erlene aktarın ve ağırlığını V x 0.173 g toz hale getirilmiş sitrik asit olarak belirtin.

Eğer V, 25 ml'den fazlaysa. Aşağıda belirtildiği gibi yeni bir ayıraç hazırlamak çok yerinde olur:

173 g sitrik asit tartın. 500 ml suda çözündürün. Ve daha önceden belirtilen gerekli önlemleri alarak üzerine 225 + V x 1206 ml amonyaktan daha fazlasını ilave etmemeliyiz. Bundan sonra suyla gerekli hacme kadar tamamlayın ve karıştırın.

Bu litreyi daha önce hazırlanan 4975 ml ile karıştırın.

5. ALETLER

5.1. Bir su banyosu, sıcaklığı 65 °C(± 1)°C derecede tutulabilen.

5.2. 500 ml'lik dereceli bir cam erlen (Stohmann).

6. NUMUNENİN HAZIRLANMASI

Metot 1'e bakınız.

7. PROSEDÜR

7.1. Numune

0.001 grama en yakın olarak, hazırlanan numuneden 1 g kadar tartın ve 500 ml'lik dereceli bir erlene aktarın.

7.2. Ekstraksiyon

Alkali amonyum sitrat çözeltisinden 200 ml ilave edin (4.1). Erlenin ağzını bir tapa ile kapatın ve sıvının yanlara yapışmasını önlemek için elle (manuel olarak) iyice çalkalayın. Böylelikle kümelleşmenin de önüne geçilmiş olunacaktır.

Erleni sıcaklığı 65 °C dereceye ayarlanmış bir su banyosuna daldırın ve ilk yarım saat sırasında her 5 dakikada bir çalkalayın. Her çalkalamayı takiben tapayı hafifçe aralayarak basıncı dengelemeye çalışın. Su banyosundaki suyun seviyesi erlende bulunan çözeltinin seviyesinden yukarda olmalıdır. Erleni tekrar su banyosuna koyun ve 1 saat daha orada tutun (65°C derece sıcaklıkta). Her 10 dakikada bir çalkalayın. Daha sonra erleni kaldırın ve 20 °C dereceye kadar soğutup suyla 500 ml ye tamamlayın. Karıştırın ve kuru bir erlene kıvrımlı bir süzgeç kağıdından (fosfat içermeyen) geçirerek süzün. Süzütünün ilk porsiyonun kullanmayıp atın.

7.3. Miktar Tayini

Ekstrakte edilen fosfat miktarı, elde edilen çözeltiden alınan belli miktardaki numunede, Metot 3.2 ye göre yapılacaktır.

METOT 3.1.5.2

PETERMANN'A GÖRE ODA SICAKLIĞINDA ÇÖZÜNEBİLEN FOSFORUN EKSTRAKSİYONU

1. KAPSAM

Bu bölüm soğuk alkali amonyum sitrat ta çözünebilen fosfor miktarının tayini için uygulanan prosedürü tanımlamaktadır.

2. UYGULAMA SAHASI

Sadece dağılmış durumda bulunan fosfatlar üzerinde uygulanacaktır.

3. ANA PRENSİP

Çok özel koşullar altında alkali amonyum nitrat çözeltisinde (petermann) 20 °C derece sıcaklıkta fosforun ekstraksiyonu.

4. AYIRACLAR

Metot 3.1.5.1'e bakınız.

5. ALETLER

5.1. Standart laboratuvar donanımı ve 250 ml'lik dereceli erlen (Stohmann)

5.2. Rotari alkalayıcısı (dakikada 35-40 defa d nen).

6. NUMUNENİN HAZIRLANMASI

Metot 1'e bakınız.

7. PROSED R

7.1. Numune

0.001 gram hassasiyetinde hazırlanan numuneden 2.5 g tartın ve 250 ml'lik (dereceli erlen-5.1) temiz bir erlene aktarın.

7.2. Ekstraksiyon

20°C derece sıcaklıkta petermann  z ltisinden az bir miktar iřaret edin ve k melenmeyi  nlemek i in řiddetli bir řekilde alkalayın. Bu arada erlenin kenarına sıvının yapıřmasını da engelleyin. Derecelenmiř iřaret yerine kadar petermann  z ltisi ilave edin ve erlenin ağızını kau uk bir tapa ile kapatın.

Rotari alkalayıcısında 2 saat s reyle alkalayın (5.2). Derhal kuru bir filtreden (fosfat i ermeyen) s z n ve s z nt y  temiz ve kuru bir erlene aktarın. S z nt n n ilk kısmını kullanmayarak atın.

7.3. Miktar Tayini

Elde edilen bu  z ltisinden alınan  z lti  zerinde Metot 3.2'ye g re fosfor miktarı belirlenir.

METOT 3.1.5.3

JOULIE'NİN ALKALİ AMONYUM SİTRATINDA  Z NEBİLEN FOSFOR EKSTRAKSİYONU

1. KAPSAM

Bu b l m Joulie'nin alkali amonyum sitrat  z ltisinde  z nebiyen fosfor miktarının tayini i in uygulanan prosed r  tanımlamaktadır.

2. UYGULAMA SAHASI

Bu metot fosfatın alimino-kalsik řeklinde bulunduėu t m katkısız ve bileřik g breler  zerinde uygulanabilir.

3. ANA PRENSİP

Belirtilen  zel řartlarda (oksin bulunan ortamda) ve 20  C derece sıcaklıkta, alkali bir amonyum sitrat  z ltisi ile numune řiddetle alkalanır.

4. AYIRA LAR

Destile su yada mineralizesu.

4.1. Joulie'nin alkali amonyum sitrat  z ltisi:

Bu  z lti her litrede 400 g sitrik asit ve 153 g NH₃ i erir. Serbest amonyak miktarı yaklaşık 55 g/litre'dir. Bu  z lti ařağıda belirtilen metotlardan biriyle hazırlanır:

- 4.1.1. Bir litrelik dereceli erlende 400 g sitrik asiti 600 ml amonyak ($d_{20} = 0.925 \text{ g/ml}$, örneğin 200 g NH_3 /litre gibi) içersinde çözündürün. Sitrik asit 50-80 gramlık porsiyonlar halinde, 50°C derecenin altında bir sıcaklıkta ilave edilmelidir. Amonyak ile 1 litreye tamamlayın.
- 4.1.2. Bir litrelik dereceli bir erlende 432 g dibazik amonyum sitratı 300 ml suda çözündürün. Üzerine 440 ml amonyak ($d_{20} = 0.935 \text{ g/ml}$) ilave edin. Suyla 1 litreye tamamlayın.

Not

Amonyak miktarının onaylanması

Sitrat çözeltisinden 10 ml kadar bir numune alın ve 250 ml'lik bir erlene aktarın. Gerekli hacme kadar suyla tamamlayın. Hazırlanan bu çözeltinin 25 ml sinde Metot 2.3'e göre amonyak azotu miktarını saptayın:

1 ml H_2SO_4 0.25 mol/l = 0.008516 g NH_3 'e karşılık gelir.

Bu koşullar altında titrasyon sonucu elde edilen değer ml olarak 17.7-18 ml arasında ise, ayrıca doğru hazırlanmış sayılacaktır.

Eğer bu şekilde sonuç alınmamış ise çözeltiye 0.1 ml için 4.25 ml amonyak daha ($d_{20} = 0.925$) ilave edilecektir.

- 4.2. Toz haline getirilmiş 8-hidroksikinolin (oksin/oxine)

5. ALETLER

- 5.1. Standart laboratuvar donanımı ve küçük cam veya porselen havan ve havan eli.
- 5.2. 500 ml'lik dereceli erlen.
- 5.3. 1000 ml'lik dereceli erlen.
- 5.4. Rotari çalkalayıcısı (dakikada 35-40 defa dönen)

6. NUMUNENİN HAZIRLANMASI

Metot 1'e bakınız.

7. PROSEDÜR

- 7.1. Numune

0.0005 gram hassasiyetinde hazırlanan numuneden 1 g kadar tartın ve küçük bir cam havana yerleştirin. Üzerine 10 damla sitrat (4.5) ilave ederek biraz nemlendirin. Havan eli ile dikkatlice ezin.

- 7.2. Ekstraksiyon

20 ml amonyum sitrat (4.1) ilave edin ve hamur haline gelene kadar karıştırın. 1 dakika kadar bekletin.

Sıvıyı 500 ml'lik dereceli bir erlen içersine boşaltın. Bu arada nemlendirme işlemi sırasında havanda kalmış partikülleri (tanecikleri) de erlene aktarın. Kalıntının üzerine 20 ml sitrat çözelti (4.1) ilave edin ve yukarıda belirtildiği gibi ezin. Yine sıvıyı erlene aktarın. Bu işlemi 4 defa uygulayın, öyle ki sonunda ürün erlene akıtılmış olsun. Bu işlem için kullanılacak toplam sitrat miktarı yaklaşık 100 ml olmalıdır.

Havan ve havan elini 40 ml kadar destile su ile durulayın.

Ağzında tapa bulunan erlen, rotari çalkalayıcısında 3 saat süreyle çalkalayın (5.4).

Erleni 15-16 saat kadar dinlenmeye bırakın ve sonra aynı koşullar altında yine 3 saat çalkalanmaya koyun. Tüm bu prosedür süresince ısı 20°C (+/-2) olmalıdır.

Destile suyla işaretli yere kadar destile suyla tamamlayın. Kuru bir filtreden süzün, ilk süzüntüyü kullanmayarak atın. Berrak süzüntüyü temiz ve kuru bir erlende toplayın.

7.3. Miktar Tayini

Ekstrakte edilmiş fosfor miktarının tayini Metot 3.2 ye göre hazırlanan çözeltiden alınan belli miktarda çözelti üzerinde yapılır.

8. EK

Oksin kullanılması ile magnezyum içeren gübreler üzerinde de bu Metodun uygulanabilmesine olanak tanımaktadır. Özellikle bu uygulama magnezyum ve fosforik anhidrit miktarları (Mg/P_2O_5) 0.03'den daha yüksek olduğunda önerilmektedir. Bu durumda analiz prosedürü için ıslatılmış olan numuneye 3 g daha oksin ilave edin. Eğer numune magnezyum içermiyorsa bile bu metotla saptamanın yapılması sonuç üzerinde çok da etkili olmayacaktır. Ancak magnezyumun ortamda bulunmadığı durumlarda oksin kullanılmaması daha uygun olacaktır.

METOT 3.1.6

SUDA ÇÖZÜNÜR FOSFORUN EKSTRAKSİYONU

1. KAPSAM

Bu bölüm suda çözünür fosfor miktarının tayini için gereken prosedürü tanımlamaktadır.

2. UYGULAMA ALANI

Bu metot suda çözünür fosfor miktarını saptamak üzere, çoklu gübreler dahil tüm gübreler üzerinde uygulanabilir.

3. ANA PRENSİP

Çok özel koşullarda suda çalkalamak suretiyle ekstraksiyonu.

4. AYIRACILAR

Destile yada demineralize su.

5. ALETLER

5.1. 500 ml'lik dereceli erlen (Stohmann)

5.2. Rotari çalkalayıcısı (dakikada 35-40 defa dönen).

6. NUMUNENİN HAZIRLANMASI

Metot 1'e bakınız.

7. PROSEDÜR

7.1. Numune

0.001 grama en yakın olacak şekilde 5 g numune tartın ve 500 ml'lik dereceli bir erlene aktarın (5.1).

7.2. Ekstraksiyon

Erlenin içersine 450 ml su koyun (sıcaklığı 20-25°C derece)

Rotari çalkalayıcısında 30 dakika kadar çalkalayın (5.2).

Daha sonra işaretli yere kadar suyla tamamlayın ve bu arada şiddetle çalkalayın ve kuru bir filtreden (fosfat içermeyen) temiz ve kuru bir kaba süzün.

7.3. Miktarın tayini

Metot 3.2. ile elde edilen çözeltinin bir kısmında fosfor miktarı belirlenir.

METOT 3.2

EKSTRAKTE EDİLMİŞ FOSFOR MİKTARININ SAPTANMASI (Kinolin fosfomolibdat kullanmak suretiyle gravimetrik metot)

1. KAPSAM

Bu bölüm gübrelerden elde edilen ekstrede fosfor miktarının tayini için uygulanması gereken prosedürü tanımlamaktadır.

2. UYGULAMA ALANI

Bu metot farklı şekillerde fosfor içeren tüm gübre ekstralarında uygulanabilir.

3. ANA PRENSİP

Hidroliz işlemini takiben asidik ortamda ortofosfattan farklı olan çeşitli fosfor formları kinolin fosfomolibdat olarak çöker.

Filtre edilip yıkandıktan sonra, çökelti 250 °C ısıda kurutulur ve tartılır.

Yukarıda belirtilen koşullarda, eğer sodyum molibdat veya amonyum molibdat kullanılmak suretiyle çöktürme işlemi yapıldıysa, çözeltide bulunması muhtemel bileşikler (mineral ve organik asitler, amonyum iyonları, çözünür silikatlar gibi) nedeniyle herhangi bir etkileşim reaksiyonu gözlenmeyecektir.

4. AYIRACLAR

Destile su yada demineralize su.

4.1. Konsantre nitrik asit ($d_{20}=1.40\text{g/ml}$)

4.2. Ayıracın hazırlanması

4.2.1. Sodyum molibdat bazında hazırlanan ayıraç:

Çözelti A: 70 g sodyum molibdat dihidrat tartın ve 100 ml destile suda çözündürün.

Çözelti B: 60 g sitrik asit monohidrat tartın ve 300 ml destile suda çözündürün. Üzerine 85 ml konsantre nitrik asit (4.1) ilave edin.

Çözelti C: Çözelti A ile çözelti B birbiriyle karıştırılır ve çözelti C elde edilir.

Çözelti D: 50 ml destile suya 35 ml konsantre nitrik asit (4.1) ve 5 ml taze destile edilmiş kinolin ilave edin. Bu çözeltinin içersine çözelti C ilave edip iyice karıştırın ve karanlık bir yerde bir gece bekletin. Daha sonra destile suyla 500 ml ye tamamlayın, tekrar karıştırın ve sinterize bir cam huniden (5.6) geçirmek suretiyle süzün.

4.2.2. Amonyum molibdat bazında hazırlanan ayıraç

Çözelti A: 300 ml destile suda 100 g amonyum molibdat çözündürün ve bu arada sırada yavaşça karıştırarak ısıtın.

Çözelti B: 120 g sitrik asit monohidratı 200 ml destile suda çözündürün, üzerine 170 ml konsantre nitrik asit (4.1) ilave edin.

Çözelti C: Taze destillenmiş 10 ml kinolin üzerine 70 ml konsantre nitrik asit (4.1) ilave edin.

Çözelti D: İyice karıştırmak suretiyle yavaş yavaş çözelti A'yı

Çözelti B ye aktarın. Karıştırma işlemi sona erdiğinde bu karışıma çözelti C yi ilave edin ve 1 litreye tamamlayın. Karanlık bir odada 2 gün dinlenmeye bırakın. Daha sonra sinterize bir cam huniden geçirerek filtre edin (5.6)

Ayıraç 4.2.1 ve 4.2.2. aynı yolla kullanılabilir, ancak her ikisi de koyu renkli, ağzında tapa bulunan polietilen şişeler içersinde saklanmalıdırlar.

5. ALETLER

- 5.1. Standard laboratuvar donanımı ve 500 ml'lik erlen, geniş boyunlu
- 5.2. Dereceli pipetler: 10-25-50 ml'lik,
- 5.3. 5-20 mikron büyüklüğünde gözeneği olan potada filtre edin.
- 5.4. Buchner erleni
- 5.5. Kurutma fırını, sıcaklığı 250 °C'ye (+10) ayarlanmış.
- 5.6. Sinterize cam huni, 5-20 mikron büyüklüğünde gözeneğe sahip.

6. PROSEDÜR

- 6.1. Çözeltinin muamele edilmesi

Bir pipet yardımıyla gübre ekstresinden (Tablo 2'e bakınız) 0.01 P₂O₅ içeren bir miktarı 500 ml'lik bir erlene aktarın. Üzerine 15 ml konsantre nitrik asit ilave edin (4.1) ve suyla yaklaşık 100 ml'ye kadar seyreltin.

Tablo 2

Fosfat çözeltisinin aliquot kısımlarının tayin edilmesi

Gübrede %P ₂ O ₅	Gübrede %P	Analiz Numunesi (g)	Seyreltme (ml'ye)	Numune (ml)	Seyreltme (ml'ye)	Çöktürülecek numune (ml)	Quinoline fosfomolibdat dönüşüm Faktörü (F) %P ₂ O ₅ 'de	Quinoline fosfomolibdat dönüşüm faktörü (F') %P'de
5-10	2.2-4.4	1	500	-	-	50	32.074	13.984
		5	500	-	-	10	32.074	13.984
10-25	4.4-11.0	1	500	-	-	25	64.148	27.968
		5	500	50	500	50	64.148	27.968
+ 25	+ 11	1	500	-	-	10	160.370	69.921
		5	500	50	500	25	128.296	55.937

6.2. Hidroliz

Eğer çözeltinin içerisinde metafosfatların, pirofosfatların veya polyfosfatların varlığından şüphe ediliyorsa, o zaman aşağıda belirtildiği gibi hidroliz edilir:

Erlendeki karışımı yavaşça kaynamaya bırakın ve hidroliz tamamlana kadar bu ısıda tutun (hidroliz işlemi yaklaşık 1 saat kadar sürer). Çözeltinin erlendenden dışarıya sıçramamasına dikkat edilmesi ve aşırı buharlaşmaya izin verilmemesi gerekir. Bu durum başlangıçtaki hacmini yarıya inmesine neden olabilir. Hidroliz sona erdiğinde başlangıçtaki hacmine kadar suyla tamamlayın.

6.3. Potanın tartılması

En az 15 dakika kadar filtre potasını, sıcaklığı 250°C(+/-10) olan bir fırında kurutun (5.3). kurutucuda soğumasını takiben tartın.

6.4. Çöktürme

Erlende bulunan asitli çözeltiyi kaynayana kadar ısıtın, daha sonra içersine, devamlı karıştırarak, 40 ml çöktürücü ajan (ayrıca 4.2.1 veya 4.2.2) damla damla ilave edin. Kinolin fosfomolibdat çökmeye başlayacaktır. Erleni bir buhar banyosuna yerleştirin ve ara sıra sallayarak 15 dakika kadar tutun. Çözelti soğuduktan hemen sonra süzülmalıdır.

6.5. Süzme ve yıkama

Boşaltmak suretiyle vakum altında çözeltiyi süzün. Erlendeki çökeltiyi 30 ml suyla yıkayın. Boşaltın ve tekrar süzün. Bu işlemi 5 defa tekrarlayın. Suyla yıkayarak bir pota içersine kantitatif olarak aktarın. 20 ml suyla 4 defa yıkayın, her yıkamadan sonra potadan fazla suyun akmasına izin verin. Derhal çökeltiyi kurutun.

6.6. Kurutma ve tartım

Bir süzgeç kağıdı ile potanın etrafını silin ve potayı bir kurutucu fırına yerleştirin. 250 °C (5.5) derece sıcaklıkta çökeltinin ağırlığı sabit kalacaktır (genelde 5 dakika). Oda sıcaklığında kurutucuda kurumaya bırakın ve derhal tartın.

6.7. Boş test

Her seri miktar saptama işleminde mutlaka bir boş test yapın, burada ekstraksiyon işleminde kullanılan ayıraç ve solventlerden yararlanabilirsiniz (sitrat çözeltisi gibi). Son sonucun hesaplanmasında bunları da dikkate alın.

6.8. Onaylama

0.01 g P_2O_5 içeren potasyum dihidrojen fosfat çözeltisinden alınan belli miktardaki numunede miktarı saptayın.

7. SONUÇLARIN İFADE EDİLMESİ

EĞER Tablo 2’de analiz ve seyreltme için belirtilen numuneler kullanılacak ise aşağıdaki formül uygulanacaktır.

$$\text{Gübredeki \% P} = (A-a) \times F'$$

Veya

$$\text{Gübredeki \% } P_2O_5 = (A-a) \times F$$

A = kinolin fosfomolibdatın ağırlığı, g olarak.

a = boş testteki kinolin fosfomolibdatın ağırlığı, g olarak.

F ve F' = Tablo 2.nin son iki sütunda belirtilen faktör sayısı analiz ve seyreltme yapılacak numuneler Tablo 2.de verilenlerden farklı ise, aşağıdaki formül kullanılır:

$$(A-a) \times f' \times D \times 100$$

$$\text{Gübredeki \% P} = \frac{\text{-----}}{M}$$

M

Veya

$$(A-a) \times f \times D \times 100$$

$$\text{Gübredeki \% } P_2O_5 = \frac{\text{-----}}{M}$$

M

f ve f' = kinolin fosfomolibdatın dönüşüm faktör sayısı $P_2O_5 = 0.032074$ (f) veya $P = 0.013784$ (f')

D = Seyreltme faktörü

M = Analiz edilen numunenin ağırlığı, g olarak.

METOT 4

POTASYUM METOT 4.1

SUDA ÇÖZÜNÜR POTASYUM TAYİNİ

Bu metot ring-test'e tabii tutulmuştur.

METOT 5

KLOR

METOT 5.1

ORGANİK MATERYAL BULUNMAYAN ORTAMLARDA KLORÜR TAYİNİ

1. KAPSAM

Bu bölüm organik materyallerin bulunmadığı ortamlarda klorür miktarının tayini için uygulanması gereken prosedürleri tanımlamaktadır.

2. UYGULAMA SAHASI

Organik materyallerden arındırılmış tüm gübrelerde uygulanabilir.

3. ANA PRENSİP

Suda çözünen klorürler asitli ortamda, standard gümüş nitrat çözeltisi fazlalığında çöktürülürler. Açığa çıkan fazla asit ferri amonyum sülfat (Velhard Metot) yardımıyla amonyum tiyosiyanat ile titre edilir.

4. AYIRACLAR

Destile su yada demineralize su, klorür içermeyen.

4.1. Nitrobenzen yada dietil eter.

4.2. 10 N nitrik asit.

4.3. İndikatör çözeltiler;

40 g ferrik amonyum sülfat ($\text{Fe}(\text{SO}_4)_3 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$) bir miktar suda çözündürülür ve 1 litreye tamamlanır.

4.4. 0.1 N standart gümüş nitrat çözeltisi.

Adı geçen tuz hidroskopik olduğundan ve dekompoze olmadan kuruması hemen hemen mümkün olmadığından, ilk başta yaklaşık 9 g tartıp bir miktar suda çözündürülmesi ve daha sonra 1 litreye tamamlanması önerilir. 0.1 N gümüş nitrat (AgNO_3) solüsyonu ile titre ederek 0.1 N' ayar edin.

5. ALETLER

5.1. Rotari çalkalayıcısı (dakikada 35-40 defa dönen).

5.2. Büretler.

5.3. 500 ml'lik dereceli erlen.

5.4. Koni şeklinde erlen, 250 ml'lik

6. NUMUNENİN HAZIRLANMASI

Metot 1'e bakınız.

7. PROSEDÜR

7.1. Numune ve çözeltinin hazırlanması

Numuneden 5 g kadar tartın ve (0.001 grama en yakın olacak şekilde) 500 ml'lik dereceli bir cam erlene aktarın. Üzerine 450 ml su ilave edin. Rotari çalkalayıcısında yarım saat kadar çalkalamaya bırakın (5.1). daha sonra suyla 500 ml ye tamamlayın. Karıştırın ve temiz ve kuru bir cam erlene süzün.

7.2. Miktarın tayini

Elde edilen süzüntüden belli bir miktar alın (0.150 g dan fazla klorür içermeyen). Örneğin 25 ml'si (0.25 g) 50 ml (0-5 g) veya 100 ml'si (1 g) olacak şekilde. Eğer alınan numune 50 ml den daha az ise, o zaman hacmi destile suyla 50 ml ye tamamlamak gerekir.

Çözeltisine 5 ml 10 N nitrik asit (4.2) + 20 ml indikatör çözeltisi (4.3), 2 damla amonyum tiyosiyanat standart çözeltisi ilave edilir (bu amaçla adı geçen bu son ayıraçtan alınan numune büret ile sıfır noktasına ayar edilmiş durumdadır.)

Bir büret yardımıyla 2-5 ml arasında bir fazlalık oluşuncaya kadar standart gümüş nitrat çözeltisinden (4.4) ilave edin. Üzerine 5 ml nitrobenzen veya 5 ml dietil eter (4.1) koyun ve çökeltiyi toplamak için iyice çalkalayın. Açığa çıkan gümüş nitrat fazlasını kırmızımsı-kahve bir renk görününceye kadar 0.1 N amonyum tiyosiyanat (4.5) ile titre edin (bu renk çalkalamayı takiben tekrardan erlende gözükabilir).

Not

Nitrobenzen yada dietil eter (ama öncelikle nitrobenzen) gümüş klorür iyonlarını tiyosiyanat iyonları ile reaksiyona girmekten alıkoyabilir. Bununla beraber yine de açık olarak bir renk değişimi gözlenebilir.

7.3. Boş test

Aynı koşullar altında bir boş test hazırlayın ve son hesaplamalar sırasında bunu da göz önünde bulundurun.

7.4. Kontrol testi

Miktar saptamaları ile ilgili bölüme geçmeden, taze hazırlanmış çözeltiden alınan belli miktarda çözelti yardımıyla, uygulanan metodun geçerli olup olmadığını kontrol edin. Öyle ki bu çözelti 100 mg kadar klorür içeriyor olmalıdır.

8. SONUÇLARIN İFADE EDİLMESİ

Analiz sonuçlarını, analiz için alınan numune çözeltideki yüzde klorür miktarı olarak ifade edin.

Aşağıda belirtilen formül ile klorür (CI) yüzdesini hesaplayın:

$$(V_z - V_{cz}) - (V_a - V_{ca}) \times 100$$

Klorür yüzdesi = 0.003546 x -----

M

V_z = 0.1 N gümüş nitrat miktarı, mililitre olarak,

V_{cz} = 0.1 N gümüş nitrat miktarı, mililitre olarak boş testte kullanılan,

V_a = 0.1 N amonyum tiyosiyanat miktarı mililitre olarak,

Vca = 0.1 N amonyum tiyosiyanat miktarı, mililitre olarak, boş testte kullanılan.

M = Alınan numunenin ağırlığı, gram olarak.(7.2)

METOT 6

ÖĞÜTME PROSEDÜRÜ İLE İLGİLİ İNCELİK METOT 6.1 (KURU PROSEDÜR)

1. KAPSAM

Bu bölüm öğütme ile ilgili inceliğin tayini için uygulanan kuru prosedürü tanımlamaktadır.

2. UYGULAMA SAHASI

Tüm EC ibareli gübrelerde, ki bunların hepsinde 0.630 ve 0.160 mm'lik elek deliğine sahip eleklerden elenmeleri istenmektedir.

3. ANA PRENSİP

Mekanik elekten elemeye: bir defa granül büyüklüğü 0.63 mm den büyük olan ve ikincisi: granül büyüklüğü 0.160 ile 0.630 mm arasında olan granüller göz önüne alınarak yüzde olarak hesaplanacaktır.

4. ALETLER

4.1. Mekanik elek sallayıcısı.

4.2. 0.160 ve 0.630 mm delik büyüklüğüne sahip elekler ve sırasıyla Standart araları (20 cm çapında ve 5 cm yüksekliğinde olan elekler.)

5. PROSEDÜR

0.05 grama en yakın olarak 50 g madde tartın. Her iki eleği birbiriyle birleştiriniz ve sallayıcı üzerinde içeriği biriktirin (4.1). En büyük deliğe sahip olan elek en üstte takılı olmalıdır. analiz edilecek numuneyi de en üstte yerleştirin. 10 dakika süreyle eleyin. Dipte toplanan kısmı alın. Aleti tekrar çalıştırın ve 1 dakika sonra dipte toplanan miktarın 250 mgr'ı geçmemesine dikkat edin. Bu ameliyeyi (her seferinde 1'er dakika) tekrarlayın. Daha sonra toplanan kalıntı materyali ayrı ayrı tartın.

6. SONUÇLARIN İFADE EDİLMESİ

0.630 mm delikli elekten geçen numunenin % olarak inceliği = $(50 - M_1) \times 2$

0.160 mm delikli elekten geçen numunenin % olarak inceliği = $(50 - (M_1 + M_2)) \times 2$

M_1 = Elekte kalan kalıntının ağırlığı, gram olarak, gözenek aralığı. (0.630 mm olan elekten elenen)

M_2 = Elekte kalan kalıntının ağırlığı, gram olarak, gözenek aralığı (0.160 mm olan elekten elenen)

0.630 mm deliğe sahip elek ile yapılan çalışmalar hali hazırda kullanılmamaktadır.

Hesaplama sonunda ortaya çıkan değerler en yakın ondalık birime yuvarlanacaktır.

METOT 6.2

YUMUŞAK DOĞAL FOSFATLARIN ÖĞÜTÜLMESİ İNCELİĞİ TAYİNİ

1. KAPSAM

Bu bölüm yumuşak doğal fosfatın öğütülmesi ile ilgili inceliğin tayini için uygulanan prosedürü tanımlamaktadır.

2. UYGULAMA SAHASI

Yumuşak doğal fosfatlar.

3. ANA PRENSİP

İnce partikül büyüklüğüne sahip numunelerde aglomeratlar oluşabilir. Bu da numunenin kuru halde elenmesinde zorluklar yaratabilir. Bu nedenle genellikle ıslak olarak eleme tercih edilmelidir.

4. AYIRIÇLAR

% 1 sodyum heksametafosfat çözeltisi.

5. ALETLER

5.1. Sırasıyla 0.0630 ve 0.125 mm'lik elek deliğine sahip standart elekler (çapları 20 cm ve yükseklikleri 5 cm olan) ve toplama kapları.

5.2. 20 cm çapında bir standda tutturulmuş cam huni.

5.3. 250 ml'lik cam erlen.

5.4. Kurutucu fırın.

6. ANALİZ İLE İLGİLİ METODLAR

6.1. Numune alma

0.05 grama en yakın olarak 50 g kadar maddeden tartın ve eleğin her iki tarafını suyla iyice yıkayın. Eleme işlemine geçmeden önce 0.125 mm elek deliğine sahip eleği 0.063 mm elek deliğine sahip olan eleğin üzerine koyun.

6.2. PROSEDÜR

Analiz edilecek olan numuneyi eleğin en üstüne yerleştirin ve üzerinden bir soğuk su akımı (musluk suyu kullanılabilir) geçmesine izin verin. Ancak su akımının asla en alttaki eleğin su ile dolmasına izin vermeyin.

Bir toplayıcı kap içerisinde belirtilen elekten geçen kalıntıyı alarak toplayın ve tekrar elek içerisinde yerleşimini yapın. En alttaki elekte birkaç dakika daha ıslak eleme işlemine devam edin.

Eleme işlemi içerisinde geçen çözelti tamamıyla berrak hale gelene kadar devam edilmelidir.

0.125 mm'lik elek deliğine sahip eleğin üzerine 0.063 mm'lik elek deliğine sahip eleği yerleştirin. Toplama kabında en üst bölümünde toplanmış olan her türlü materyali toplama kabına toplayın ve aynı işlemin eleğin kenarlarından bir su akımı geçirmek suretiyle (birkaç defa) tekrarlayın.

Kalıntıların her birini kantitatif olarak farklı cam erlenlere bir huni yardımıyla aktarın. Erlenlerdeki kalıntıları su ile süspansiyon hale getirin. Yaklaşık bir dakika dinlendirin, boşaltın ve bu arada gerekirse daha fazla su kullanın.

Bu erlenlerin sıcaklığı 150 °C derece olan bir fırında kurumaya bırakın. (Yaklaşık 2 saat)

Daha sonra soğutun. Arta kalan kalıntıları yumuşak bir fırça ile fırçalayarak toplayın ve tartın.

7. SONUÇLARIN İFADE EDİLMESİ

Alınan sonuçlar en yakın ondalık birime yuvarlanarak hesap edilecektir.

$$\% \text{ incelik, } 0,125 \text{ mm'lik elekte kalan} = (50 - M_1) \times 2$$

$$\% \text{ incelik, } 0.063 \text{ mm'lik elekte kalan} = (50 - M_1 + M_2) \times 2$$

M_1 = 0.125 mm'lik elekte arta kalan kalıntının ağırlığı, gram olarak

M_2 = 0.063 mm'lik elekte kalan kalıntının ağırlığı, gram olarak

8. GÖRÜŞLER

Eğer yukarıda anlatılan işlemlerde herhangi bir şekilde numunede kümeleşmeler görüldüğü takdirde analiz aşağıda belirtilen şekilde uygulanmalıdır :

Çok yavaş bir şekilde 50 gram numune tartıp 1 litrelik erlen içerisine yerleştirin. Üzerine 500 ml sodyumheksametafosfat çözeltisini dikkatli bir şekilde karıştırarak ilave edin. Erlenin ağzını bir tapa ile kapatın ve şiddetli bir şekilde çalkalayın. Bu şekilde kümelenme bertaraf edilmiş olacaktır. Daha sonra tüm süspansiyonu en üstteki eleğe yerleştirin ve bol su ile yıkayın. Analiz prosedürünü 6.2'de tanımlandığı üzere devam edin.

METOT 7

YÜKSEK AZOTLU AMONYUM NİTRAT GÜBRELERİNİN KAREKTERİSTİK ÖZELLİKLERİ VE PATLAMAYA DAYANIM TESTİNİN KONTROL EDİLMESİ İLE İLGİLİ METODLAR, AĞIR METAL İÇERİĞİ VE TERMİK ÇEVİRİM SAYISI

1. Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmeliğin 27 nci maddesinin beşinci fıkrasının (f) bendine göre ağır metaller için öngörülen sınırlamalar.
 - 1.1. Bakır miktarı 10 mg/kg dan daha yüksek olmamalı.
 - 1.2. Diğer ağır metaller için herhangi bir sınırlama bulunmamaktadır.
2. Aşağıda tanımlaması yapılan patlamaya dayanım testindeki uygulanacak termik çevrim sayısı 5 olarak belirlenmiştir.

PATLAMAYA DAYANIM TESTİNİN TARİFİ

Adı geçen test, testin uygulanacağı gübreden hazırlanan bir numune üzerinde uygulanmalıdır. Patlamaya dayanım testinin uygulanmasından önce, Test edilecek gübre numunesinin tümü 5 defadan fazla olmamak şartıyla termik çevrimden geçirilmelidir.

Aşağıda belirtilen koşullar altında yatay bir çelik tüp içerisinde bulunan gübre numunesi üzerinde patlamaya dayanım testi uygulanmalıdır:

Ek yeri bulunmayan çelik tüp

Tüp uzunluğu	En az 1000 mm
Nominal dış çap	En az 114 mm
Nominal duvar kalınlığı	En az 5 mm
Ateşleyici	Tercih edilen ateşleyicinin tipi ve kütlesi, numuneye uygulanacak patlamanın basıncını en yüksek dereceye çıkartabilecek cinsten olması gerekmektedir. Bu suretle patlamanın transmisyon gönderilmesi / nakledilmesi ile ilgili dayanıklılığını saptamak mümkün olacaktır.
Test ısısı	15 °C – 25 °C
Patlamayı ölçümlemek üzere kullanılan	50 mm çap
Kanıt kurşun silindirler	100 mm yükseklik

Tüpü 150 mm lik aralarla ve yatay bir zemin üzerinde yerleştirin. Test iki defa uygulanmalıdır. Eğer her iki test sonunda kurşun silindirlerdeki ezilme % 5 den az ise test kesinlikle pozitif sayılacaktır.

METOT 7.1

TERMİK ÇEVİRİMLERİN UYGULANMASI İLE İLGİLİ METODLAR

1. KAPSAM VE UYULAMA SAHASI

Bu belge, yüksek oranda amonyum nitrat içeren tekli ve kompoze gübrelerde, yağ-tutma ve patlama testlerinden önce uygulanacak termik çevrimler için gerekli işlemleri tanımlamaktadır.

2. TARIMDA KULLANILAN KİMYEVİ GÜBRELERE DAİR YÖNETMELİĞİN VI ncı BÖLÜMÜNE GÖRE TERMİK ÇEVİRİMLER

2.1. Uygulama alanı

Bu bölüm gübrelerde yağ-tutma tayininden önce termik çevrimler için uygulanacak işlemleri kapsamaktadır.

2.2. Ana kurallar ve tanımlamalar

Bir erlenmayer içinde test numunesini 50 °C a kadar ısıtılır ve 2 saat süreyle bu ısıda tutulur (faz 50 °C) : Daha sonra 25 °C dereceye kadar soğutulur ve bu ısıda 2 saat tutulur (Faz 25 °C).Ardışık bu iki termal çevrimden sonra , yağ tutulmasını belirlemek üzere test numunesi 20 ± 3 °C'de 3 saat süreyle tutulur.

2.3. Aletler

Normal laboratuvar aletleri, özellikle :

-Sırasıyla 25(± 1) °C ve 50 (± 1)°C derecelerde su banyosu termostatları.

-Her biri 150 ml'lik erlenler

2.4. İşlemler

Her bir test numunesinden 70 (± 5) g kadar tartın ve bir erlene koyun. Ağzını bir tapa ile kapatın.

İki saatte bir erlenleri 50°C ve 25°C'lık su banyolarında yerlerini değiştirerek hareket ettirin.

Her bir su banyosunun ısısı sabit tutulmalıdır, bu arada su banyosu devamlı karıştırılarak su seviyesinin test numunesinin üstünde olması sağlanmalıdır. Köpüklü bir kauçuk kapak ile tapanın kondanse olmasını(buğulanmasını) önleyin.

3. PATLAMAYA DAYANIM TESTİNDE KULLANILACAK TERMİK ÇEVİRİMLER

3.1. Uygulama sahası

Bu işlem patlama testi uygulanmadan önceki termik çevrimler içindir.

3.2. Ana kurallar ve tanımlamalar

Numuneyi bir cam kapta bulunduğu ortam sıcaklığından 50 °C'a kadar ısıtarak bu ısıda 1 saat kadar bekletin (Faz 50 °C). Numuneyi 25 °C'a kadar soğutun ve bu sıcaklıkta 1 saat kadar bekletin (Faz 25 °C). 50°C e 25 °C'lık fazların kombinasyonu (birleşmesi) bir termik çevrim oluşturur. Bu suretle gereken termik çevrim sayısı tamamlandıktan sonra, patlama testinin uygulanmasından önce numune 20 (± 3) °C derecede tutulur.

3.3. Aletler

-Minimum ısıtma ve soğutma hızı 10°C/saat olan 20-51°C sıcaklık aralığına termostatlı bir adet su banyosu veya biri 20 °C diğeri 51 °C'a termostatlı 2 adet su banyosu. Banyo(lar) daki su devamlı karıştırılır, banyo hacmi suyun yeterli sirkülasyonunu sağlayacak kadar geniş olmalıdır.
-Ortasında termokapısı bulunan her tarafı su sızdırmaz paslanmaz çelik bir kap. Kabın dış genişliği 45 (± 2) mm ve kap kalınlığı da 1,5 mm'dir (şekil 9'a bakınız). Kabın yüksekliği ve uzunluğu su banyosunun boyutlarına uygun olarak seçilebilir, örneğin uzunluk 600 mm ve yükseklik 400 mm.

3.4. İşlem

Kabın içerisine patlama yapabilecek miktarda gübre numunesi yerleştirin ve kapağını kapatın. Kabı su banyosuna daldırın. Suyu 51 °C dereceye kadar ısıtın ve gübrenin orta kısmındaki sıcaklığı ölçün. Orta kısmındaki ısı 51 °C dereceye ulaştıktan 1 saat sonra, suyu soğutun. Yine orta kısmdaki sıcaklık 25 °C ye düştüğünde tekrar kabı ısıtarak ikinci çevrimi başlatın.

METOT 7.2 YAĞ TUTMA TAYİNİ

1. KAPSAM VE UYGULAMA SAHASI

Bu bölüm yüksek azotlu amonyum nitrat gübrelerinde yağ tutulması ile ilgili işlemleri tanımlamaktadır.

Bu metod, yağda çözünen maddeler içermeyen pril ve granül gübrelere uygulanabilir.

2. TANIM

Gübrede tutulan yağ miktarı: Gübre tarafından tutulan yağ miktarı, tanımlanan işletme koşulları altında yapılır ve alınan sonuç % kütle olarak ifade edilir.

3. ANA PRENSİP

Test porsiyonu belirlenen süre için gaz yağınına tamamen daldırılması, belirlenen koşullarda fazla yağın sızdırılması. Test porsiyonunun kütleindeki artışın ölçülmesi.

4. AYIRACLAR

Gaz yağı

Max.akışkanlık: 5 mPas, 40 °C derecede

Yoğunluk: 0.8-0.85 g/ml, 20 °C derecede

Kükürt miktarı : $\leq$ % 1.00 (m/m)

Kül miktarı : $\leq$ % 0.1 (m/m)

5. ALETLER

Sıradan laboratuvar aletleri ve:

- 5.1. Tartı aleti, 0.01 grama kadar tartabilen.
- 5.2. Cam kaplar, 500 ml'lik
- 5.3. Huniler, plastik materyalden yapılmış, tercihen üst kısmında silindirik duvarı olan, çapı yaklaşık 200 mm.
- 5.4. Test eleği, 0.5 mm'lik deliklere sahip, huni içine yerleşebilen (5.3).

Not: Huni ile eleğin büyüklükleri granülleri tutmalı ve yağlı porsiyon aşağı doğru rahatça akabilmelidir.

- 5.5. Süzgeç kağıdı, hızlı süzebilen, krep edilmiş, yumuşak ve 150 g/m² ağırlıkta.
- 5.6. Emici kağıt mendil (laboratuvarda kullanılan cinsten)

6. İŞLEMLER

- 6.1. Aynı test numunesinin iki ayrı numunesinde iki ayrı tayin yapılır.
- 6.2. Bir test eleği (5.4.) kullanmak suretiyle 0.5 mm den küçük parçacıkları ayırın. Ağırlığı yaklaşık olarak 0.01 g olan taneciklerden 50 g numune tartıp behere aktarın (5.2). Prilleri veya granülleri tamamen örtecek şekilde yeterli miktarda gaz yağı (bölüm 4) ilave edin. Karışımı dikkatli biçimde karıştırarak prillerin veya granüllerin her tarafının ıslanmasını sağlayın. Bir saat camıyla beherin ağzını kapatın ve 25 ($\pm$ 2) °C'da 1 saat kadar bekletin.
- 6.3. Cam kaptaki karışımın tümünü içersinde bir test eleği (5.4.) bulunan bir huniden (5.3) geçirerek süzün. Elek tarafından tutulan test edilen miktarı 1 saat kadar o halde elek üzerinde bekletin. Böylece numunedeki fazla yağların akıp gitmesine izin verilmiş olur.
- 6.4. İki adet süzgeç kağıdını (5.5.) temiz bir laboratuvar bankosu üzerine düzgün olarak serin (yaklaşık 500x500 mm büyüklüğünde). Taneciklerin kenarlardan akmasını önlemek üzere, kağıdı uçlarından kıvrıyarak alt kısımda 40 mm genişlikte bir taban olacak şekilde toplayın. Süzgeç kağıtlarının ortasına iki tabaka emici kağıt mendil (5.6.) yerleştirin ve bunların üzerine elekte alıkonmuş durumda bekleyen tüm kalıntıyı aktarın. Gerekirse tanecikleri yaymak için yumuşak bir fırça kullanabilirsiniz. İki dakika kadar sonra kağıt mendildeki tanecikleri süzgeç kağıdından süzün. Tekrar bir başka süzgeç kağıdı çıkarıp banko üzerine yayın ve aynı işlemi tekrarlayın. Bu sefer taneciklerin üzerine biraz basınç yapabilirsiniz. Her bir 8 denemeden sonra ara verin ve tekrar başa dönüp işlemi tekrarlayın. Tam olarak 4 adet hareket tamamlayın : önce ikisi yelkovan yönünde, diğer ikisi yelkovanın tersi yönünde olmalıdır sonra tanecikleri tekrar ortaya doğru yuvarlayın. Anlatılan bu işlem 3 defa tekrarlanmalıdır. (24 sirküler hareket, kenarlardan da ikişer defa kaldırarak). Dikkatlice yeni bir kağıt ile dipte kalan kalıntıları da süzün. Tanecikleri yeni bir süzgeç kağıdı ile örtün ve yukarıda anlatılan işlemi tekrarlayın. Derhal tanecikleri darası alınmış bir cam tabağa aktarın, yeniden tartın. Böylece tanecikler tarafından tutulan gaz yağı miktarını bulun.

Yuvarlama işleminin tekrarlanması ve yeniden tanıtım

- 6.5. Eğer test miktarı tarafından tutulan gaz yağı miktarı 2.00 gramdan fazla ise, bunu yeni bir süzgeç kağıdı üzerine aktarın ve yuvarlama işlemini tekrarlayın. Bu arada kağıdın kenarlarını kaldırarak en az 8 defa sirküler hareketin devamlılığını sağlayın. Sonra tekrar tartın.

7. SONUÇLARIN İFADE EDİLMESİ

7.1. Hesaplama metodu ve formül

Her tayinde (6.0) yağ tutulması elenmiş test numunesinin kütlesinin bir yüzdesi olarak ifade edilir ve aşağıdaki denkleme göre hesap edilir:

$$m_2 - m_1$$

$$\text{Yağ tutulması} = \frac{\text{-----}}{m_1} \times 100$$

m_1 : elenmiş test edilen miktarın kütlesi, (gram olarak) (6.2)

m_2 : 6.4 ve 6.5 deki test edilen miktarın kaybedilmiş kütlesi, gram olarak ifade edilmiş

Elde edilen iki sonucu da ayrı ayrı bir aritmetik işlemi olarak değerlendirin.

METOT 7.3 YANICI MADDELERİN TAYİNİ

1. KAPSAM VE UYGULAMA SAHASI

Bu işlem, tekli yüksek azotlu amonyum nitrat gübrelerinde yanıcı maddelerin tayini işlemlerini tanımlar.

2. ANA PRENSİP

İnorganik dolgular tarafından üretilen karbondioksit bir asit yardımıyla çıkarılır. Organik bileşikler kromik asit/sülfürik asit karışımı vasıtasıyla oksitlenir. Oluşan karbondioksit baryum hidroksit solüsyonuna absorbe edilir. Çökelti hidroklorik asit solüsyonunda çözülür ve sodyum hidroksit solüsyonu ile geri-titrasyonla ölçülür.

3. AYIRAÇLAR

3.1. Analitik tip krom(VI) trioksit (Cr_2O_3)

3.2. 20°C derecede sülfürik asit yoğunluğu = 1.83 g/ml: hacimce %60 1 litrelik bir behere 360 ml su dökün ve dikkatlice 640 ml sülfürik asit ilave edin.

3.3. Gümüş nitrat: 0.1M solüsyon :

3.4. Baryum hidroksit:

Baryum hidroksitten [$(\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O})$] 15 g kadar tartın ve sıcak suda tamamen çözünmesini sağlayın. Soğumasına izin verin ve daha sonra 1 litrelik bir cam kaba aktarın. İşaretleli yere kadar doldurun ve karıştırın. süzgeç kağıdından süzün.

3.5. Hidroklorik asit : 0.1M standart solüsyon

3.6. Sodyum hidroksit : 0.1M standart solüsyon

3.7. Bromfenol mavisi: her bir litre suda 0.4 g.lık solüsyon

3.8. Fenoltalein : hacimce %60'lık etanolde litrede 2 g.lık solüsyon

3.9. Soda kireci: partikül büyüklükleri, 1,0 ile 1,5 mm arasında.

3.10. Demineralize su: karbondioksitin çıkarılması için yeni kaynatılmış.

4. ALETLER

4.1. Standart laboratuvar aletleri, özellikler :

- sinterize cam tabaklı ve 15 ml kapasiteli fitre pota; tabak çapı: 20 mm; toplam yüksekliği: 50 mm; porosite 4 (gözenek büyüklüğü 5-15 μm)

- 600 ml'lik erlen

4.2. Sıkıştırılmış azot

4.3. Aşağıdaki parçalardan oluşmuş ve mümkünse, küresel parçalar yardımıyla kurulmuş aygıt (şekil 10'a bakınız)

4.3.1. 200 mm uzunlukta ve 30 mm çapında, soda kireci ile doldurulmuş (3.9), fiberglas tapalarla yerleştirilmiş Absorpsiyon tüpü A.

4.3.2. Yan kulplu ve yuvarlak tabanlı 500 ml'lik reaksiyon kabı B.

4.3.3. 150 mm uzunluğunda küçük bölümlendirilmiş kolon (C').

4.3.4. 200 mm uzunlukta çift yüzeyli kondanser C.

4.3.5. Herhangi bir asit fazlalığında (fazla distile olabilir) tuzak olarak hareket edecek Drechsel şişesi D.

4.3.6. Drechsel şişesini soğutmak için bir buz banyosu E.

4.3.7. İki absorpsiyon kabı F₁ ve F₂, 32-35 mm çapında, 10mm düşük-gözenekli sinterize cam bulunan bir gaz distribütörü.

4.3.8. Serbest kolu vidalı bir mengene ile sabitlenen kısa bir lastik tüp vasıtasıyla ince kapilari tüpe bağlanan devreye yerleştirilmiş T-şeklinde bir cam parçası bulunan bir emme pompası ve bir emme ayarlama aleti G.

Uyarı :

Azaltılmış basınç altındaki bir alette kaynar kromik asit kullanılması tehlikeli bir operasyondur ve uygun önlemlerin alınmasını gerektirir.

5. İŞLEM

5.1. Numunenin analizi

Yaklaşık 10 gram amonyum nitrat tartın (0.001 grama en yakın olarak)

5.2. Karbonatların uzaklaştırılması

Reaksiyon kabı B içerisine analizi yapılacak olan numuneyi yerleştirin. Üzerine 100 ml H₂SO₄ ilave edin. Ortam sıcaklığında piriller veya granüller hemen hemen 10 dakika gibi bir sürede çözünmeye başlarlar. Şekilde belirtildiği gibi aygıtın parçalarını yerleştirin. Absorpsiyon tüpünün bir ucunu (A) geri dönüşümsüz bir akım aletiyle (667-800 Pa basınç bulunan) azot kaynağına (4.2) ve diğer ucu reaksiyon kabına giren besleyici tüpe bağlayın. Vigreuz bölümlü kolonunu (C) ve soğuk suya bağlı kondanseri yerleştirin. Azotu ayarlayarak solüsyon içerisinden orta derecede bir hızla akışını sağlayın. Solüsyonun kaynama noktasına gelmesine izin verin. 2 dakika kadar kaynatın. Bu zaman sonunda artık hiçbir suretle kabarcık olmamalıdır. Eğer hala kabarcıklar veya küçük baloncuklar görülüyorsa 30 dakika

daha ısıtmaya devam edin içinden azot akar iken solüsyonu en az 20 dakika soğumaya bırakın.

Şekil 10'da gösterildiği gibi aygıtı birleştirin : kondenser tüpünü drechel şişesine (D) ve şişeyi de absorpsiyon kovaları F₁ ve F₂ ye bağlayın. Aygıtın birleştirilmesi işlemi sırasında azot solüsyon içersinden geçmeye devam etmelidir. Hızla F₁ ve F₂ kovalarının her ikisine 50 ml baryum hidroksit solüsyonu (3.4) ilave edin.

10 dakika süreyle solüsyonun içinden azot getirmeye devam edin. İşlem sonunda solüsyon berrak olmalıdır. Eğer bulanıklık var ise karbonatın bertaraf edilmesi işlemi tekrarlanmalıdır.

5.3. Oksidasyon ve absorpsiyon

Azot tüpünü geri çektikten sonra, reaksiyon kabı (B)'nin yan kolundan derhal 20 g krom trioksit (3.1) ve 6 ml gümüş nitrat (3.3.) ilave edin: aygıtı emme pompasına bağlayın ve sinterize-camdan kabarcıklar halinde azot geçecek şekilde ayarlayın.

İçerisindeki sıvı kaynayınca kadar reaksiyon kabını (B) kaynatın ve en az 1.5 saat bu şekilde kaynamasına izin verin ⁽¹⁾. Azot geçişini kontrol altında tutmak için emme ayar valfini (G) hazırda tutmak gerekebilir. Ancak işlem sırasında meydana gelen baryum karbonat çökebilir ve sinterize cam diskleri bloke edebilir. F₂ de bulunan baryum hidroksit solusyonu berrak olduğu sürece herhangi bir problem yok sayılır. Aksi halde testin tekrarlanması gerekecektir. Isıtma işlemini durdurun ve mengeneyi gevşetin. Artık baryum hidroksiti bertaraf etmek üzere distribütörlerin içini ve dışını iyice çalkalayarak yıkayın. Artık suları birbiriyle uyumlu bir absorberde toplayın. Tayin işleminin yapılacağı 600 ml'lik cam kapta distribütörleri ardarda sıralayın.

Sinterize-cam bir pota kullanmak suretiyle, önce absorban F₂ yi daha sonra absorban F₁'i derhal vakum altında süzün. Suyla (3.10.) absorbanları durulayarak çözeltileri toplayın. Aynı suyla (50 ml kadar) potayı yıkayın. Potayı 600 ml'lik bir cam kap içerisine yerleştirin ve üzerine yaklaşık 100 ml kadar su ilave edin. Her iki absorbana 50 ml kaynamış su aktarın ve 5 dakika süreyle distribütörler kanalıyla içlerinden azot geçmesini sağlayın. Kaptan gelen suyla diğer suları birleştirin. Distribütörlerin tamamen temizlendiğinden emin olana kadar bu işlemi tekrarlayın.

5.4. Organik materyallerden kaynaklanan karbonatın tayini

Belirtilen içersindeki solüsyona 5 damla fenolftalein (3.8) ilave edin. Solüsyon kırmızı bir renk alacaktır. Pembe renk kaybolana kadar hidroklorik asit ile (3.5) titre edin. Pota içerisinde bulunan solüsyonu iyice karıştırın ve artık pembe rengin kaybolduğundan emin olun. 5 damla brom fenol mavisi ilave edin ve solüsyon sarı renk alana kadar hidroklorik asitle titre edin. Üzerine bir 10 ml hidroklorik asit daha ilave edin.

Solüsyonu kaynama noktasına kadar ısıtın ve en fazla 1 dakika daha kaynamasına izin verin. Çökeltinin sıvı içerisinde bulunup bulunmadığını dikkatli bir şekilde kontrol edin.

Soğumaya bırakın ve NaOH solusyonuyla (3.6) geri titre edin.

6. BOŞ TEST

Aynı işlemleri ve ayıraçları kullanmak suretiyle bir boş test hazırlayın.

7. SONUÇLARIN İFADE EDİLMESİ

Karbon olarak ifade edilen numune kütlelerinin yüzdesi olarak yanıcı maddelerin miktarları (C) aşağıdaki formülle bulunur :

$$V_1 - V_2$$

$$\% C = 0.06 \times \text{-----}$$

$$E$$

E = test edilen miktarın gram cinsinden ifade edilen kütlesi

V₁ = fenolftalein rengi değiştikten sonra ilave edilen 0.1 M hidroklorik asitin ml cinsinden toplam hacmi

V₂ = geri titrasyon için kullanılan 0.1 M sodyum hidroksit solüsyonunun ml cinsinden hacmi

- (1) 1,5 saatlik reaksiyon zamanı, gümüş nitratin katalizör olarak görev yaptığı reaksiyonda organik maddeler için yeterli bir değerdir.

METOT 7. 4 **pH DEĞERİNİN TAYİNİ**

1. KAPSAM VE UYGULAMA SAHASI

Bu bölüm yüksek miktarda azot içeren katkısız amonyum nitrat gübre solüsyonların pH değerlerini ölçmek üzere yapılması gereken işlemleri tanımlamaktadır.

2. ANA PRENSİP

Bir pH metre kullanmak suretiyle bir amonyum nitrat solüsyonunun pH'sının ölçülmesi.

3. AYIRACLAR

Destile veya demineralize su, karbondioksitten arındırılmış.

3.1. Tampon solüsyon, pH=6.88, 20°C'da

3.40 (± 0.01) g potasyum hidrojen orto-fosfat (KH₂PO₄) yaklaşık 400 ml suda çözündürülür. Daha sonra 3.55 (± 0.01) g disodyum hidrojen orta-fosfat (Na₂HPO₄) yaklaşık 400 ml suda çözündürülür. Her iki solüsyonu kayıp vermeden 1000 ml'lik bir standart cam kaba aktarın, yerini işaretleyin ve karıştırın. Solüsyonu hava geçirmeyen bir şişede saklayın.

3.2. Tampon solüsyon, pH=4, 20 °C'da

10.21 (± 0.01) g potasyum hidrojen ftalatı (KHC₄O₄H₄) suda çözündürün. Kayıp vermeden 1000 ml'lik bir standart behere aktarın. Yerini işaretleyin ve karıştırın.

Solüsyonu hava geçirmeyen bir şişede saklayın.

3.3. Kullanma hazır ticari pH solüsyonları kullanılabilir.

4. ALETLER

pH metre, cam yada kalomel yada eşdeğer nitelikte elektrotlarla donanmış olarak, 0.05 pH birimi hassasiyetli.

5. İŞLEM

5.1. pH metrenin kalibrasyonu

Tampon solüsyonlarını (3.1. ve 3.2 veya 3.3) kullanmak suretiyle 20 °C (± 1)'da pH metreyi 4'e kalibre edin. Solüsyonların yüzeylerinden yavaşça bir azot akımı geçirin ve bunun test süresince devam etmesine izin verin.

5.2. Tayin

250 ml'lik bir cam erlende bulunan 10 g (± 0.01) numunenin üzerine 100 ml kadar su ilave edin. Çözünmeyen maddeleri süzerek, santirifüjleyerek yada yavaşça boşaltarak ayırın. pH birimi olarak (0.1 birim) ifade edin. Ayrıca çalışılan ısı derecesini de belirtin.

6. Sonuların ifade edilmesi

pH metredeki sonuları 0,1 hassasiyetinde ifade edin, kullanılan sıcaklıęı belirtin.

METOT 7. 5
TANE BÜYÜKLÜĞÜNÜN TAYİNİ

1. KAPSAM VE UYGULAMA SAHASI

Bu bölüm, tekli yüksek azotlu amonyum nitrat gübrelerinin tane büyüklüğünün belirlenmesi ile ilgili işlemleri tanımlamaktır.

2. PRENSİP

Test numunesi 3 katmanlı bir elekten elle ya da mekanik olarak elenir. Her katmanda tutulan miktar kaydedilir ve gözeneklerden geçen madde yüzdesi hesaplanır.

3. ALETLER

- 3.1. Sırasıyla 2.0 mm, 1.0 mm ve 0.5 mm’lik delikleri bulunan 200 mm apında örgü tellerden yapılmış elekler ve her biri için bir kapak. Elekler için bir adet alıcı.
- 3.2. 0.1 grama kadar tartan terazi.
- 3.3. Mekanik elek sallayıcısı(wardsa), test numunesini hem dikey hem de yatay durumda sallayabilen.

4. İŞLEM

- 4.1. Numune 100 gram’lık iki eşit paraya bölünür.
- 4.2. 0.1 g hassasiyetine numunelerden birini tartın.
- 4.3. Elek yuvalarını aşığıdan yukarıya bakacak şekilde ayarlayın. Sırasıyla 0.5 mm, 1 mm ve 2 mm’lik alıcılar kullanılmalı. Tartılmış test edilen miktarı en üstteki eleğin üzerine koyun ve üstünü bir kapakla örtün.
- 4.4. Hem dikey hem de yatay pozisyonda, elle yada mekanik olarak elekleri sallayın, ara sıra elle elek kenarına vurun. Bu işleme 10 dakika kadar devam edin veya her elekten dakikada geçen miktarın 0.1 gramdan az olmamasına dikkat edin.
- 4.5. Zaman dolunca her bir elekte kalan miktarı toplayın. Gerekirse yumuşak bir fıra ile tersinden fıralayın.
- 4.6. Her elekte toplanan miktarı en az 0.1 g hassasiyetinde tartın.

5. SONULARIN DEĞERLENDİRİLMESİ

- 5.1. Fraksiyon kütleleri toplam fraksiyon kütlesinin yüzdesi haline evirin (orijinal olanını deęil).

Her bir elek ile ilgili yüzdeyi hesaplayın : (örn. <0.5 mm) : % A

0.5 mm’lik elekte kalan miktarı hesaplayın : % B

1 mm’lik elekten geçen miktarı yüzde olarak hesaplayın: % A+B

Fraksiyon kütleleri toplamı başlangıta alışılan kütlenin % 2’lik sınırı iersinde bulunmalıdır.

- 5.2. Ayrı ayrı en az iki adet analiz alışması yürütülmelidir. A ile alınan tekil sonular % 1.0 den daha fazla deęişme ve B de % 1.5 dan fazla bir deęişme göstermemelidir. Durum böyle deęilse testi tekrarlayınız.

6. SONULARIN İFADE EDİLMESİ

A ve A+B için iki değerin ne anlama geldiğini rapor ediniz.

METOT 7. 6

KLOR TAYİNİ (KLORÜR İYONU OLARAK)

1. KAPSAM VE UYGULAMA SAHASI

Bu bölüm, yüksek azotlu tekli amonyum nitrat gübrelerinde, klor (klorür iyonu olarak) tayini için gerekli olan işlemleri tanımlamaktadır.

2. PRENSİP

Suda çözülmüş haldeki klor iyonları, asitli bir ortamda gümüş nitrat ile potansiyometrik titrasyonu ile saptanması esasına dayanır.

3. AYIRACLAR

Destile su yada demineralize su, klorür iyonlarından içermeyen.

3.1. Aseton AR

3.2. Konsantre nitrik asit (20 °C derecedeki yoğunluğu = 1,40 g/ml)

3.3. 0.1 M standart gümüş nitrat solüsyonu. Bu solüsyonu koyu renkli şişede saklayınız.

3.4. 0.004 M standart gümüş nitrat solüsyonu, kullanımdan hemen önce hazırlanacaktır.

3.5. 0.1 M standart referans solüsyonu: Daha önceden 130 °C sıcaklıktaki bir fırında kurutulmuş olan analitik saflıkta potasyum klorürden tam olarak yaklaşık 3.7276 g tartın ve oda sıcaklığına gelene kadar bir kurutucu içerisinde soğumaya bırakın. Bir miktar suda çözüldürdükten sonra kayıp vermemeye dikkat ederek 500 ml lik bir standart erlene aktarın ve işaretli yere kadar seyreltip karıştırın.

3.6. 0.004 M standart potasyum klorür referans solüsyonu: kullanımdan hemen önce hazırlanacaktır.

4. ALETLER

4.1. Gümüş indikatör elektrod ve kalomel referans elektrodu ile donanmış potansiyometre, 2 mV hassasiyette, - (-500 ila +500) mV alanı içerisinde.

4.2. Köprü, ucuna gözenekli bir tapa takılmış, standard potasyum klorür solüsyonu içeren kalomel elektroda bağlanır (4.1.),

NOT: Eğer gümüş ve civa elektrodları kullanılıyorsa, köprü donamına gerek yoktur.

4.3. Manyetik karıştırıcı, teflon kaplanmış çubuklu.

4.4. Net olarak derecelenmiş mikropipet, 0.01 ml'lik şekilde derecelendirilmiş.

5. İŞLEMLER

5.1. Gümüş nitrat solüsyonunun standardize edilmesi

Standart potasyum klorür solüsyonundan (3.6) 5,00 ml ve 10,0 ml olarak yeterli kapasiteye sahip (örneğin: 250 ml gibi) iki adet alçak şekilli cam erlene aktarın. Her iki erlendeki solüsyonlar üzerinde aşağıda belirtilen titrasyon işlemini uygulayın:

Bir kaba 5 ml nitrik asit solüsyonu (3.2) , 120 ml eseton (3.1) +koyun ve toplam hacim 150 ml oluncaya kadar yeterince su ilave edin. Manyetik karıştırıcıya ait çubuğu kabın içersine yerleştirin (4.3) ve

karıştırıcıyı harekete geçirin. Solusyonun içersine gümüş elektrodu (4.1) ve köprünün serbest kalan ayağını (4.2) daldırın. Elektrodları potansiyometreye bağlayın ve aletin sıfır noktasını ayar ettikten sonra, başlama potansiyelini bir yere not alın.

Kullanılmakta olan standart referans potasyum klorür solüsyonuna uygunluk gösteren gümüş nitrat solüsyonunu, bir mikropipet yardımıyla, sırasıyla 4 veya 9 ml.lik miktarlarda ilave edilmek suretiyle titrasyon işlemine başlayın. 0.004 M lık solüsyonlar için 0.1 ml lik, 0.1 M solüsyonlar için ise 0.05 ml lik porsiyonlar halinde gümüş nitrat solüsyonunu damlatmaya devam edin. Her ilaveyi takiben potansiyelin stabilize olması için biraz bekleyin.

Hazırlanmakta olan bir tablonun ilk iki sütununa ilave edilen hacimleri ve buna uygun olan potansiyel değerlerini kaydedin.

Toblonun üçüncü sütununa ise potansiyel E ile ilgili ardarda gelen artışları kaydedin (V_1E). Dördüncü sutuna potansiyelde artışları arasındaki farklılıkları negatif ve pozitif şeklinde değerlendirerek kaydedin (V_2E). Titrasyon işleminin sonu, (V_1E) ile ilgili maksimum değerleri verebilen (V_1E) gümüş nitrat solüsyonuna 0.1 yada 0.05 ml lik ilavelerin (V_1) uygunluk göstermesine bağlıdır.

Reaksiyonun sonuna uygunluk gösteren gümüş nitrat solüsyonunun kesin olarak miktarını (V_{eq}) hesaplayabilmek için aşağıda belirtilen formül kullanılmalıdır:

$$V_{eq} = V_0 + \left\{ V_1 \times \frac{b}{B} \right\}$$

V_0 : Gümüş nitrat solüsyonunun ml olarak miktarı V_1E nin maksimum artış değerlerinden daha düşük hacme sahip

V_1 : 0.1 yada 0.05 ml olarak ilave edilen en son hacmin miktarı

b : (V_2E) ile ilgili en son pozitif değer

B : (V_2E)'nin son pozitif değerleri ile ilk negatif değeri arasındaki toplam tutar (Tablo 1.deki örneğe bakınız).

5.2. Boş test

Bir boş test yapın ve final sonuçlar hesaplanırken bunu da göz önüne alın.

V_4 boş testin sonucu olsun ve ilave edilen ayıraçlar ml olarak ifade edilsin. (aşağıda belirtilen formüle göre)

$$V_4 = 2V_3 - V_2$$

V_2 :Kullanılan 10 ml potasyum klorür standart referans solüsyonun titrasyonu için gerekli olan gümüş nitrat solüsyonunun net hacmi, ml olarak değeri.

V_3 : kullanılan 5 ml potasyum klorür standart referans solüsyonunun titrasyonu için gerekli olan gümüş nitrat solüsyonunun net hacmi(V_{eq}), ml olarak değeri.

5.3. Kontrol testi

Boş testin uygulanmasıyla aletin yeterince doğru olarak çalışıp çalışmadığı ve test işleminin doğru uygulanıp uygulanmadığı kontrol edilmiş olur.

5.4. Tayin

Numuneden 10 mg ile 20 mg arasında bir porsiyon alın ve tam olarak tartın (en yakın 0.01 grama kadar). Kantitatif olarak 250 ml lik bir cam kaba aktarın. Üzerine 20 ml su + 5 ml nitrik asit solüsyonu (3.2) + 120

ml aseton (3.1) ilave edin ve toplam hacim 150 ml olana kadar suyla tamamlayın.

Kabın içerisine manyetik bir karıştırıcı yerleştirin (4.3) ve karıştırıcıyı harekete geçirin. Gümüş elektrodu (4.1) ve köprünün serbest kalan ayağını (4.2) solüsyonun içersine daldırın. Elektrodları potansiyometreye bağlayın(4.1) ve aletin sıfır noktasını ayar edin. Başlama potansiyelini bir yere not edin.

0.1 ml lik giderek artan hacimlerde mikrobüret yardımıyla gümüş nitrat solüsyonuyla titre edin (4.4). her ilaveden sonra potansiyelin stabilize olması için gerekli zaman ayırın.

5.1'in dördüncü paragrafında belirtildiği gibi titrasyona devam edin : “Hazırlanmakta olan ilk iki sutundaki potansiyel değerlerini ve eklenen hacimleri kaydedin”

6. SONUÇLARIN İFADE EDİLMESİ

Analiz ile ilgili sonuçları numunede bulunan klor miktarı yüzdesi şeklinde ifade edin.

Aşağıda belirtilen formül ile klor miktarı yüzdesini hesaplayın :

$$0.03545 \times T \times (V5 - V4) \times 100$$

$$\% C1 = \frac{\text{-----}}{m}$$

m

T : kullanılan gümüş nitrat solüsyonunun molaritesi (mol/l)

V4 : boş testin sonucu, ml olarak (5.2).

V5 : Veq değerinin tayini ilk bulunan değer, ml olarak.(5.4)

m : Test edilen miktarın kütleli ağırlığı, gram olarak.

Tablo 1

Ö R N E K

Gümüş Nitrat Solüsyonunun hacmi	Potansiyel		
V	E	V ₁ E	V ₂ E
(ml)	(mV)		
4.80			
4.90	176		
5.00	211	35	+37
5.10	283	72	-49
5.20	306	23	-10
	319	13	

37

$$V_{ex} = 4.9 \times 0.1 \times \frac{37}{37 + 49} = 4.943$$

37 + 49

METOT 7. 7 BAKIR TAYİNİ

1. KAPSAM VE UYGULAMA SAHASI

Bu belge yüksek azotlu tekli amonyum nitrat gübrelerinde bakır tayinini tanımlamaktadır.

2. PRENSİP

Numune seyreltik hidroklorik asitte çözündürülür ve atomik absorpsiyon spektrofotometre ile bakır miktarı saptanır.

3. AYIRACILAR

3.1. Hidroklorik asit, (yoğunluk 20 °C derecede = 1.18 g/ml.)

3.2. Hidroklorik asit solüsyonu 6 M

3.3. Hidroklorik asit solüsyonu 0.5 M

3.4. Amonyum nitrat

3.5. Hidrojen peroksit, %30 w/v

3.6. Bakır solüsyon⁽¹⁾ (stok) : 1 gram (0.001 g hassasiyetinde) saf bakır tartın ve 25 ml, 6 M hidroklorik asit solüsyonu içersinde çözün(3.2.), Üzerine 5 ml hidrojen peroksit ilave edin(3.5). Daha sonra su ile 1 litreye tamamlayın. Hazırlanan bu solüsyonun 1 ml'sinde 1000 µg bakır (Cu) bulunur.

3.6.1. Seyreltik bakır solüsyonu : 10 ml kadar bakır solüsyonunu (stok) su ile 100 ml'ye seyreltin. Oluşan solüsyondan yine 10 ml kadar alın ve suyla 100 ml'ye tamamlayın. Hazırlanan bu seyreltik solüsyonun 1 ml'sinde 10 µg bakır (Cu) bulunur.

Bu solüsyon, kullanılacağı zaman hazırlanmalıdır.

4. ALETLER

Atomik absorpsiyon spektrofotometresi. [bakır lamba ile donanmış (324.8 nm)]

5. İŞLEMLER

5.1. Analiz için bir solüsyonun hazırlanması

Numuneden (0.001 g hassasiyetinde) 25 gram kadar tartın ve 400 ml'lik bir cam kaba aktarın. Üzerine dikkatle 20 ml hidroklorik asit ilave edin(3.1) (dikkat : karbondioksitin açığa çıkması(oluşumu) nedeniyle hafif şiddetli bir reaksiyon meydana gelebilir). Gerekiyorsa hidroklorik asitten biraz daha ilave edin. Köpürme olayı sona erdiğinde, arada bir cam bir çubuk ile karıştırarak bir buhar banyosunda hazırlanan preparatı kuruyana kadar tutun. Üzerine 6 M hidroklorik asit solüsyonu (3.2) ve 120 ml su ilave edin. Cam bir çubukla karıştırın. Cam çubuğu kabın içerisinde bırakın ve kabın ağzını bir saat camıyla örtün. Çözülme işlemi sona erinceye kadar çok yavaş bir şekilde solüsyonu kaynamaya bırakın, daha sonra soğumasına izin verin.

Cam kabı 5 ml 6 M hidroklorik asit (3.2) ile bir defa ve 5 ml kaynar su ile iki defa yıkayarak, solüsyonu 250 ml'lik bir cam erlene kantitatif olarak aktarın. İşaretli yere kadar 0.5 M hidroklorik asit ile doldurun (3.3) ve dikkatlice karıştırın.

İlk 50 ml'lik miktarı atın ve bakır içermeyen bir süzgeç kağıdından süzün.

5.2. Boş solüsyon

İçerisinde numune bulunmayan bir boş solüsyon hazırlayın ve son sonuçların hesaplanması için saklayın.

5.3. Tayin

5.3.1. Numune ve boş test solüsyonların hazırlanması

Numune solüsyonunu (5.1) ve boş test solüsyonunu (5.2) spektrofotometrenin optimal ölçüm sahası içerisinde kalacak şekilde 0.5 M hidroklorik asit solüsyonu (3.3) ile belli bir bakır konsantrasyonuna ulaşana kadar seyreltin. Normalde bu solüsyona ayrıca bir seyreltme gerekli olmayacaktır.

5.3.2. Kalibrasyon solüsyonların hazırlanması

Standart solüsyon (3.6.1) yı 0.5 M hidroklorik asit solüsyonu(3.3) ile seyreltmek suretiyle, spektrofotometrenin optimal ölçüm sahası (0-0.5 mg/I Cu) içerisinde kalacak şekilde en az 5 adet standart solüsyon hazırlayın. İşaretli yere kadar solüsyonu tamamlamadan önce, her solüsyona amonyum nitrat (3.4) ilave etmek suretiyle, her bir mililitrede 100 mg'lık bir konsantrasyona ulaşılmasını sağlayın.

5.4. Ölçüm

Okside edici bir hava/asetilen alevi kullanarak spektrofotometrenin (4) dalgaboyunda 324.8 nm ye ayarlayın. Hazırlanmış olan kalibrasyon solüsyonunu (5.3.2), numune solüsyonunu ve boş solüsyonu (5.3.1) ardı ardına üç defa püskürtün. Her püskürtme arasında aleti destile suyla yıkayın. Ordinat olarak kullanılan her standardın ortalama absorban eğrisini ve apsis olarak da bakır konsantrasyonunu (µg/ml olarak) göz önüne alarak gerekli işaretlemeleri yapın.

Elde edilen kalibrasyon eğrisini referans olarak kullanarak, final numune ve boş solüsyonlardaki bakır konsantrasyonunu saptayın.

6. SONUÇLARIN İFADE EDİLMESİ

Test numunesinin ağırlığını hesaba katarak, analiz işlemi süresince yapılan seyreltmeleri ve boş solüsyondan elde edilen değerleri göz önüne alarak numunedeki bakır miktarını mg Cu/kg olarak saptayın.

(¹) Ticari standart bakır solüsyonları kullanılabilir

(²) Whatman 541 veya buna eşdeğer

4

PATLAMAYA DAYANIM TESTİ

4.1. KAPSAM VE UYGULAMA SAHASI

Bu bölüm, yüksek azotlu amonyum nitrat gübrelerinin patlamaya dayanımını belirlemek üzere kullanılacak işlemleri tanımlamaktadır.

4.2. PRENSİP

Test numunesi çelik bir tüpe aktarılır ve güçlendirilmiş bir patlayıcının patlama şokuna maruz bırakılır. Test süresince yatay durumda duran test tüpünün kursun silindirler üzerinde oluşturduğu çökmenin derecesinden patlamanın ne derecede olduğu saptanır.

4.3. MALZEMELER

4.3.1. %83-86 arasında pentrit içeren plastik patlayıcı

Yoğunluk: 1500-1600 kg/m³

Patlama hızı : 7300-7700 m/s

Ağırlık : 500 (± 1) gram

4.3.2. Metalik kolu bulunmayan 7 birim uzunlukta bükülebilen ateşleyici tel, dolu ağırlığı : 11-13 g/m

Her bir telin uzunluğu : 400 (± 2) mm

4.3.3. Sekonder patlayıcının sıkıştırılmış saçma taneleri (patlayıcı içerisindeki bir girintiye yerleştirilmiş)

Patlayıcı : heksojen/balmumu 95/5 veya tetril yada benzer sekonder patlayıcı maddeler (grafit ilave edilmiş yada edilmemiş)

Yoğunluk:1500-1600 kg/m³

Çap: 19-21 mm

Yükseklik 19-23 mm

Patlayıcıya kadar uzanan merkezi aralık : çapı 7-7.3 mm, derinliği 12 mm

4.3.4. Paslanmaz çelikten tüp (ISO 65/1981/ağır olarak tanımlanan)

Serisi : Nominal boyutları DN 100 (4'')

Dış çapı : 113.1-115.0 mm

Duvar kalınlığı: 5.0-6.5 mm

Uzunluğu: 1005 (± 2) mm

4.3.5. Alt levha

Materyal : sağlam kaynaklanmış ve iyi kalite çelikten imal edilmiş çelik.

Boyutları: 160 x 160 mm

Kalınlığı : 5-6 mm

4.3.6. Altı adet kurşun silindir

Çapı : 50 ($\pm$ 1) mm

Yüksekliği: 100-101 mm

Materyaller: yumuşak kurşun (en az %99.5 saflıkta)

4.3.7. Çelik kütükler

Uzunluğu: en az 1000 mm

Genişliği : en az 150 mm

Yüksekliği: en az 150 mm

Ağırlığı : en az 300 kg (eğer çelik kütükler için destekli bir taban bulunmuyorsa)

4.3.8. Güçlendirilmiş patlayıcı şarj edilmesi için plastik yada mukavvadan imal edilmiş silindirler

Duvar kalınlığı: 1.5-2.5 mm

Çap: 92-96 mm

Yükseklik: 64-67 mm

4.3.9. Patlatıcı (elektrikli yada elektriksiz), 8-10 patlama gücünde.

4.3.10. Tahta disk

Çapı: 92-96 mm (plastik yada mukavva silindirlerin (4.3.8) iç çapına uygun olup yerleşebilmeli)

Kalınlığı : 20 mm

4.3.11. Patlatıcı (4.3.9) ile aynı çap ve boyutlarda olan tahta çubuk.

4.3.12. Toplu iğneler (maksimum uzunlukları 20 mm) ve tabanca zımba teli

4.4. İŞLEM

4.4.1. Çelik tüpün içersine yerleştirilmek üzere ateşleyicinin hazırlanması.

Elde mevcut donanımına göre patlayıcıyı harekete geçirmek için 2 metod vardır.

4.4.1.1. 7 noktalı simültane ateşleyici

Şekil 9'da gösterildiği gibi ateşleyici hazırlanır.

4.4.1.1.1. Tahta diskin (4.3.10) merkezine, diskin eksenine paralel gelecek şekilde delikler açın. Delikler 55 mm çapında konsantrik bir daire üzerinde simetrik olarak açılmalıdır. Kullanılan ateşleyici telin çapı göz önünde tutularak delik yerlerinin çapı 6-7 mm (Şekil 11 Bölüm A-B'ye bakınız) olmasına dikkat edilmelidir(4.3.2).

4.4.1.1.2. Bükülebilen ateşleyici telden her biri 400 mm uzunlukta olmak üzere 7 adet kesin (4.3.2). Uçları patlayıcı madde kaybına neden olmayacak şekilde düz olarak kesmeye dikkat edin ve derhal her ucu bir yapıştırıcı ile kapatın. Tahta diske (4.3.10) açılan deliklerden hazırlanan bu ateşleyici telleri diskin öbür tarafında uçları birkaç cm dışarda kalacak şekilde geçirin. Daha sonra her biri 5-6 mm uzaklıkta olmak üzere toplu iğneleri (4.3.12) ateşleyici telin sarılı bulunduğu tekstilin ucuna tutturun ve 2 cm genişliğinde yapıştırıcı bir bant ile hazırladığınız patlayıcı materyallerini çepeçevre sarın. Son olarak, tahta diskle temas etmesini sağlamak üzere ateşleyici telin uçlarını alttan çekerek toplu iğnelerin tahta diskle temas etmesini sağlayın.

4.4.1.1.3. Plastik patlayıcı materyali (4.3.1) 92-96 mm lik bir silindir oluşturacak şekilde ve 3.8 de belirtilen silindire uygun olarak biçimlendirin. Bu silindiri dik olarak yatay bir yüzey üzerine yerleştirin ve biçimlendirmiş olduğunuz patlayıcıyı içersine koyun. Daha sonra silindirin üst kısmına gelecek şekilde 7 adet ateşleyici tel bulunan tahta diski yerleştirip hafifçe aşağıya doğru bastırın. Silindirin yüksekliği (64-67 mm) üst ucu dışarıya taşmayacak şekilde olmalı ve tahtaya düz olarak yerleştirilmelidir. Son olarak silindiri tahtaya tellerle çepeçevre sarın.

4.4.1.1.4. Tahta çubuğun (4.3.11) etrafına bu 7 adet eşit uzunluktaki ateşleme tellerini uçlarını toplayarak sarın. Telin uçları tahta çubuğa dikey bir düzlemde duracak şekilde yerleştirilmelidir. Yapışkanlı bir bant ile hepsini emniyetli bir biçimde çepeçevre sarın⁽²⁾.

4.4.1.2. Sıkıştırılmış saçma taneleriyle patlamanın başlatılması

Ateşlemenin yapılması için hazırlanan patlayıcı ile ilgili şema şekil 12’de gösterilmiştir.

4.4.1.2.1. Sıkıştırılmış saçma tanelerinin hazırlanması

Gerekli emniyet önlemleri alarak 10 gram kadar sekonder patlayıcıyı(4.3.3) iç çapı 19-21 mm olan bir kalıp içersine yerleştirin ve belirtildiği gibi biçimlendirip hafifçe bastırın.

Çap ve yüksekliğinin birbirine oranı yaklaşık 1:1 olmalıdır.

Kalıbın alt kısmının ortasında 12 mm yükseklikte ve 7.0-7.3 mm çapında, kullanılan patlayıcıya göre ayarlı bir mandal bulunmaktadır. Bu mandal patlayıcının kartuş içersinde yerleştirilmesi sırasında şekil verilmesi açısından gerekli olacaktır.

4.4.1.2.2. Ateşleyicinin hazırlanması

Silindirin içersine düz bir düzlem üzerinde dik olarak plastik patlayıcıyı (4.3.8) yerleştirin ve patlayıcıya silindirik bir biçim verecek şekilde tahta bir çubukla hafifçe bastırın. Ortasında açılan yuvalara saçma tanelerini doldurun ve üzerini içersine patlayıcıyı yerleştirebilecek kadar ortasında bir delik (7.0-7.3 mm) çapında) bulunan tahta bir disk(4.3.10) ile kapatın. Tahta diski ve silindiri yapışkan bir bant ile çaprazlama sakın. Tahta disk üzerinde açılan deliklerle içersine doldurulan patlayıcının tahta bir çubukla gereği kadar sıkıştırılmış olmasına dikkat edin(4.3.11).

4.4.2. Patlama testi için çelik tüplerin hazırlanması

Çelik tüpün ucuna (4.3.4) birbirlerine ters yönde çapları 4 mm olan 2 delik açın. Delikler tüpün yan duvarına dik durumda olmalı ve kenardan 4 mm’lik bir mesafede bulunmalıdır.

Alt levhadaki(4.3.5) sağ açığı tamamıyla kapatacak şekilde alt plakayı tüpün diğer ucuna kaynak yapmak suretiyle birleştirin. Aynı kaynak yapılmış metal ile tüpü çepeçevre sarın.

4.4.3. Çelik tüpün doldurulması ve boşaltılması

(Şekil 11,12 ve 13’e bakınız:)

4.4.3.1. Test numunesi, çelik tüp ve ateşleyici şarj 20 °C (± 5)’e tutularak ısıları ayar edilmelidir. İki patlama testinin yapılması için 16-18 kg test numunesi gerekli olacaktır.

4.4.3.2. Tercihen beton olmak üzere düz ve sert bir zemin üzerinde kare bir altlık üzerine tüpü dik bir durumda olacak şekilde yerleştirin. Tüp yüksekliğinin 1/3 üne kadar test numunesinden doldurun ve 10 cm lik yükseklikten 5 defa yere doğru vurarak tenciklerin/granüllerin sıkıca yerleşmelerini sağlayın. Sıkıştırma işlemini hızlandırmak için çelik tüpün kenarına 10 defa 750-1000 gram lık bir çekiçe vurun.

Bu doldurma metodunu tüpün diğer tarafında da aynen uygulayın. Son olarak bir ilave işlem olarak tüpü 10 defa daha yere vurarak (toplam 20 defa) tüp kenarından 70 mm’lik bir mesafede doldurulması temin edin.

Numunenin doldurulma yüksekliği,çelik tüpün içi ile uymasağlamak zorundadır numunenin tüm yüzeyini

kaplaması açısından daha sonra büyük önem taşıyacaktır.(4.4.1.1.) veya(4.4.1.2)

4.4.3.3. Tüp içersine ateşleyici şarjı yerleştirerek numune ile temas ettirin. Tahta diskin üst yüzeyi, tüp kenarından en az 6 mm kadar aşağıda olmalıdır. Patlayıcı ile numune arasında kesin olarak bir temas olup olmadığını kontrol edin (gerekirse küçük miktarlar halinde numune ilave etmeye devam edin). Şekil 11 ve 12’de gösterildiği gibi ayırıcı iğnelerin tüp kenarının açık ucunun yakınında bulunan deliklerden geçirilmiş olmasına ve ayaklarının tüpe dayandığından emin olunmalıdır.

4.4.4. Çelik tüpün ve kurşun kütüklerin pozisyonlarının ayarlanması

4.4.4.1. Kurşun silindirlerin alt yüzeylerini (4.3.6) 1’den 6 ya kadar numaralandırın. Yatay duran çelik silindirin (4.3.7) ortasına merkezden 150 mm mesafede 6 adet işaret yapın (ilk işaret kütüğün kenarından en az 75 mm mesafede olmalıdır). Her bir işaretin üzerine dik olarak bir çelik silindir yerleştirin (alt tabanları aşağıya gelecek şekilde).

4.4.4.2. (4.4.3)e göre hazırlanan çelik tüpü kurşun kütüklerin üzerine yatay olarak yerleştirin, öyle ki, çelik kütüğün merkez çizgisine paralel duran tüp ve tüpün kaynak olmuş kenarı 6 numaralı kurşun silindirden 50 mm ötesine uzanabilsin. Tüpün yuvarlanmasını önlemek üzere, kurşun silindirin ayakları ile tüpün duvarı (her biri bir tarafında bulunan) arasına küçük tahta destekler koyun.

Not : Tüpün altı kurşun silindirin hepsiyle temas ettiğinden emin olunuz : tüp yüzeyindeki az bir eğiklik tüpü uzunlamasına eksen etrafında döndürerek giderilebilir : kurşun silindirlerden birisi çok uzunsa bu silindiri istenilen yüksekliğe kadar çekici ile dikkatlice alçaltınız.

4.4.5. Patlama testinin hazırlanması

4.4.5.1. (4.4.4)’e göre ayar edilmiş aleti tercihen bir yer altı sığınağına yada kullanılmayan bir kömür yada maden tüneli içersine yerleştirin. Patlamadan önce tüpün sıcaklığının 20 °C (± 5)’ da bulunduğundan emin olun.

Not : Eğer patlatma işlemi için öngörülen yerler uygun değilse üzeri tahtalarla örtülmüş bir çukurda da patlatma işlemi yapılabilir. Patlama sırasında büyük bir kinetik enerji ile metal parça ve levhaların çevreye saçılma olasılığı çok yüksek olduğundan, işlem yerleşim bölgelerinden veya benzeri bölgelerden yeterli emniyet mesafesinde bulunmalıdır.

4.4.5.2. Eğer 7 başlıklı ateşleyici şarjı kullanılacak ise, ateşleyici tellerin de tanımlandığı gibi uzatılmış olduğundan ve mümkün olduğu kadar dikey sarılı bulunduğundan emin olunmalıdır(4.4.1.1.4).

4.4.5.3. Son olarak, tahta çubuğu çıkartın ve yerine ateşleyiciyi yerleştirin. Test personeli ve kendiniz tehlikeli sahanın dışına çıkarılmadan kesinlikle ateşlemeyi başlatmayın.

4.4.5.4. Patlatıcısının ateşlenmesi.

4.4.6. Patlama sonrası meydana gelen gazların ortamdan kaybolması için gerekli zamanı verin ve kurşun silindirleri toplayın ve bir sürmeli kumpas ile yüksekliklerini ölçün. 100 mm’lik orijinal yüksekliği göz önüne alarak işaretlenmiş kurşun silindirlerdeki sıkışmayı yüzde olarak ifade ederek kaydedin. Eğer silindirler tamamen ezilmişlerse en yüksek ve en düşük değerleri kaydederek ortalama değeri hesaplayın.

4.4.7. Gerekiyorsa, patlama hızının devamlı olarak ölçülebilenmesi için bir prob (sonda) kullanılabilir. Prob boylamasına yada yanlamasına tüp kenarına yerleştirilmiş olmalıdır.

4.4.8. Her numuneye iki patlama testi uygulanmalıdır.

4.5. TEST RAPORU

Her patlama testinin ardından aşağıda belirtilen parametrelere göre bir test raporu hazırlanacaktır :

- Çelik tüpün dış çapı ve duvar kalınlığı ile ilgili kesin değerler

- Çelik tüpün Brindel sertliği ile ilgili değer.

- Ateşlemeden hemen önce test tüpü ve test numunelerinin sıcaklığı.
- Çelik tüp içersinde bulunan numunenin yoğunluğu (kg/m³)
- Ateşlemeden sonra her iki çelik silindirin yüksekliği, yanında silindir numarası belirtilmiş olarak.
- Ateşleme şarjınınbaşlatılması için kullanılan metod.

4.5.1. Test sonuçlarının değerlendirilmesi

Eğer her patlamada en az bir kurşun silindirdeki sıkışma % 5'i geçmemişse test kesin başarılı olmuş sayılacak ve test numunesinin bu Yönetmelik Metot 7 de tarif edilen patlamaya dayanım testinde tanımlanan şartlara uygun olduğu belirtilecektir.

(¹) Diskin yarıçapı silindirin iç yarıçapına eşit olmak zorundadır.

(²) NB: When the six peripheral lengths of cord are taut after assembly, the central cord must remain slightly slack.

METOT 8

GENEL HÜKÜMLER

1. Reaktifler

Analiz metotlarında belirtilen aksi hükümler hariç, analiz için kullanılacak olan bütün reaktifler saf olmak zorundadırlar (p.a.) Mikroelement analizleri için reaktiflerin saflığı boş bir deney ile kontrol edilmelidir. Elde edilen sonuçlara göre, ek bir saflaştırma işlemi gerekli olabilir.

2. Su

Analiz metotlarında eritici ya da sulandırıcı madde türünün belirtilmediği durumlarda, belirtilen ayrıştırma, sulandırma, durulama veya yıkama çalışmalarında su kullanılır. Normal olarak su demineralize (madensel tuzların arındırılması) ya da saf su olmak zorundadır. Analiz metotlarında belirtilen özel durumlarda, bu su spesifik saflaştırma işlemlerine tabi tutulmak zorundadır.

3. Laboratuvar malzemesi

Alışlagelmiş kontrol laboratuvarları ekipmanı yanı sıra, analiz metotlarında tarif edilen aletler spesifik gerekliliklerden dolayı zorunlu olarak beklenen özel alet ve enstrümanlarla sınırlıdır. Laboratuvarda kullanılan tüm ekipman (alet ve araçlar) laboratuvar şartlarına uygun olmalıdır.”

İKİNCİL ELEMENTLER

METOT 8.1

SÜLFAT ŞEKLİNDE BULUNAN TOPLAM KALSIYUMUN, TOPLAM MAGNEZYUMUN, TOPLAM SODYUMUN VE TOPLAM KÜKÜRDÜN BELİRLENMESİ

1.Amaç

Bu metot, toplam kalsiyumun, toplam magnezyumun, toplam sodyumun ve sülfat şeklinde bulunan toplam kükürdün, mümkün olabildiğince, her bir elemanı tanımlayabilmek için tek bir ayrıştırma işlemi ile belirlenmesi için bir yöntem belirlemektedir.

2.Uygulama alanı

Bu metot, Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelikte verilen ikincil elementli gübrelere toplam kalsiyumun, toplam magnezyumun, toplam sodyumun ve sülfat şeklinde bulunan toplam kükürdün bulunduğu EC FERTILIZER ibareli gübrelere uygulanır.

3.Prensip

Solüsyon sulandırılmış hidroklorik asit içinde kaynatılır.

4.Reaktifler

4.1.Sulandırılmış hidroklorik asit 1:1

Bir hacim hidroklorik asit (yoğunluğu =1,18) ve bir hacim su

5.Aletler

Elektrikli, ayarlanabilir ısıtıcı

6.Numunenin hazırlanması

Metot 1'e bakınız.

7.Metot

7.1.Numunenin alınması

Kalsiyumun, magnezyumun, sodyumun ve sülfat şeklinde bulunan kükürdün belirlenmesi, 1 mg. yanılma payı ile tartılan 5 gr numune üzerinde gerçekleştir.

Aynı zamanda, eğer gübre % 15'ten fazla kükürt (S) içeriyorsa, SO₃ üzerinden hesaplanacak olursa % 37,5 SO₃ ve % 18,8'den fazla kalsiyum (Ca), CaO üzerinden hesaplanacak olursa % 26,3 CaO, kalsiyum ve kükürdün belirlenmesi 1 mg yanılma payı ile tartılan 1 gr numune üzerinde gerçekleştirilir.

Numune 600 ml'lik beher içine konmalıdır.

7.2.Solüsyonun hazırlanması

Azar azar ve eğer ürün önemli bir karbonat miktarı içeriyorsa dikkatle, yaklaşık olarak 400 ml su ve 50 ml sulandırılmış hidroklorik asit (4.1) ilave ediniz. Kaynatınız ve otuz dakika daha kaynatmaya devam ediniz ve bu süre sonunda zaman zaman karıştırarak soğumaya bırakınız.

İçeriği 500 ml dereceli bir şişeye aktarınız. Hacmi su ile tamamlayınız. Karıştırarak homojen hale getiriniz.

Kuru bir filtre ile kuru bir kaba süzünüz. Süzülen ilk miktarları dökünüz. Ayrılan hacim tamamen şeffaf olmalı.

Süzülen miktar hemen kullanılamayacaksa kabın ağzını kapatınız.

METOT 8.2

DEĞİŞİK ŞEKİLLERDE BULUNAN TOPLAM KÜKÜRTÜN BELİRLENMESİ

1. Amaç

Bu metot, gübrelerin içinde elementel yada değişik şekillerde bulunan toplam kükürdün bulunması için bir yöntem belirlemektedir.

2. Uygulama alanı

Bu metot, Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelikte verilen EC FERTILIZER ibareli gübrelerde her ne şekilde bulunursa bulunsun toplam kükürdün bulunması için uygulanır (elementel, thiosülfat, sülfat, sülfat)

3. Prensip

Alkalın ortamda elementel kükürdün polisülfür ve thiosülfat olarak değiştirilmesi, daha sonra da buradakilerin hidrojen peroksitle bulunabilecek olan olası sülfidlerin oksidasyonu gerçekleştirilir. Böylece, baryum sülfat (metot 8.9) çökeltisi ile belirlenen kükürdün değişik şekilleri sülfata dönüşür.

4. Reaktifleri

4.1. Sulandırılmış hidroklorik asit 1:1

Bir hacim hidroklorik asit (yoğunluğu =1,18) ve bir hacim su

4.2. En az % 30'luk NaOH (yoğunluk = 1,33)sodyum hidroksit solüsyonu

4.3. % 30 hacimli hidrojen peroksit solüsyonu

4.4. 122 g/l sulu, BaCl₂ 2H₂O baryum klorür solüsyonu,

5.Aletler

Elektrikli, ayarlanabilir ısıtıcı

6.Numunenin hazırlanması

Metot 1'e bakınız.

7.Metot

7.1.Numunenin alınması

1 mg yanılma payı ile 80 ile 350 mg kükürt (S) ya da 200 ile 875 mg SO₃ içeren bir miktar gübre tartınız.

Genel olarak (S < % 15) 2,5 g tartınız.

Numuneyi 400 ml bir behere boşaltınız.

7.2. Oksidasyon

Önce 20 ml sodyum hidroksit solüsyonu (4.2) daha sonra da 20 ml su ilave ediniz. Cam kapakla kapatınız. Isıtıcı plaka üzerinde 5 dakika kaynatınız (5.1) Isıtıcı üzerinden alınız. Beher iç yüzeyine yapışan kükürdü basınçlı kaynar su ile bir araya getiriniz ve kaynamaya koyunuz. 20 dakika boyunca kaynamaya bırakınız. Soğutunuz.

Gözle görünür bir reaksiyon kalmayana dek her defasında 2 ml hidrojen peroksit (4.3) katınız. Genel olarak 6 ya da 8 ml arası hidrojen peroksit gereklidir. Oksidasyon işleminin soğukta 1 saat süre içinde gerçekleşmeye bırakınız. Daha sonra kaynamaya koyarak yarım saat kaynatınız. Soğumaya bırakınız.

7.3. Analiz edilecek olan numunenin hazırlanması

50 ml su ve 50ml hidroklorik asit solüsyonu ekleyiniz (4.1)

a) Eğer kükürt (S) içeriği % 5'ten az ise:

Solüsyonu 600 ml'lik bir behere süzerek boşaltınız. Süzgecin üzerinde kalan kalıntıları soğuk su ile birkaç kez yıkayınız. Yıkamanın sonunda, baryum klorür solüsyonu (4.4) yardımıyla süzülen maddenin son damlalarında kükürt yokluğunu kontrol ediniz. Süzülen madde tamamen şeffaf olmak zorunda. Sülfat miktarı süzülen maddenin tamamı üzerinde metot 8.9'a göre yapılacaktır.

b) Eğer kükürt (S) içeriği % 5'ten fazla ise :

Beher içindeki miktarı, 250 ml'lik dereceli bir şişeye aktarınız. Hacmi su ile tamamlayınız. Karıştırarak homojenliği sağlayınız. Kuru bir süzgeç ile kuru bir kaba süzünüz. Süzülen madde tamamen şeffaf olmalıdır. Eğer solüsyon hemen kullanılmayacaksa şişenin ağzı kapatılmalıdır. Sülfat miktarı, bu solüsyonu temsil edecek ve tam sayı ile ifade edilebilecek bir kısmı üzerinde metot 8.9'a göre uygulanacak olan baryum sülfat çöktürmeleriyle bulunur.

METOT 8.3

SUDA ERİYEN HALDEKİ KALSİYUM, MAGNEZYUM, SODYUM VE KÜKÜRDÜN BELİRLENMESİ (SÜLFAT HALİNDEKİ)

1. Amaç

Bu metot, gübrelerin içinde suda eriyen haldeki kalsiyum, magnezyum, sodyum ve sülfat halindeki kükürdün, alınacak bir numune ile bütün bu elementlerin içeriğini tek bir analiz işlemi ile bulunması için bir yöntem belirlemektedir.

2. Uygulama alanı

Bu metot, Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelik EK I'de tarif edilen EC FERTILIZER ibareli ikincil elementli gübrelerde suda eriyen haldeki kalsiyum, magnezyum, sodyum ve sülfat halindeki kükürdün bulunmasını tarif eder.

3. Prensiptir

Elementler kaynar suya konarak çözülür.

4. Reaktifler

Damıtılmış ya da denk kalitedeki demineralize su.

5. Aletler

Elektrikli, ayarlanabilir ısıtıcı.

6. Numunenin hazırlanması

Metot 1'e bakınız.

7. Metot

7.1. Numunenin alınması

a) 1 mg yanılma payı ile 5 g gübre tartınız, kükürt içermeyen ya da kükürt içeriyorsa kükürt oranı %3'ten

fazla (S) (= % 7,5 SO_3) ve %4'ten fazla da kalsiyum (Ca) (= % 5,6 CaO) içermelidir.

b)1 mg yanılma payı ile 1 g gübre tartınız : %3'ten fazla kükürt (S) ve %4'ten fazla kalsiyum (Ca) içeren gübre.

Numuneyi 600 ml bir behere boşaltınız.

7.2. Solüsyon hazırlama

Yaklaşık olarak 400 ml su ilave ediniz. Kaynatınız ve otuz dakika devam ediniz daha sonra zaman zaman karıştırarak soğumaya bırakınız. Beher içindeki miktarı, 500 ml'lik dereceli bir şişeye aktarınız. Hacmi su ile tamamlayınız. Karıştırarak homojenliği sağlayınız. Kuru bir süzgeç ile kuru bir kaba süzünüz. Süzülen maddenin ilk bölümlerini atınız. Süzülen madde tamamen şeffaf olmalıdır. Eğer solüsyon hemen kullanılmayacaksa şişenin ağzı kapatılmalıdır.

METOT 8.4

DEĞİŞİK HALLERDE BULUNAN SUDA ERİYEN HALDEKİ KÜKÜRDÜN BELİRLENMESİ

1. Amaç

Bu metot, gübrelerin içinde değişik hallerde bulunan ve suda eriyen haldeki kükürdün, bulunması için bir yöntem belirlemektedir.

2. Uygulama alanı

Bu metot, gübrelerde değişik hallerde bulunan (thiosulfate, sulfite, sulfate) ve Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelikte suda eriyen haldeki kükürdün bulunulması öngörülen gübrelere uygulanır.

3. Prensip

Kükürt soğuk su içinde reaksiyona konur daha sonra alkalın ortamda hidrojen peroksit ile okside edilerek sulfata dönüştürülür.

4. Reaktifleri

4.1. Sulandırılmış hidroklorik asit 1:1

Bir ölçek hidroklorik asit (1,18 yoğunlukta) ve bir ölçü su.

4.2. En az % 30 NaOH içeren sodyum hidroksit solüsyonu (yoğunluk = 1,33)

4.3. % 30'luk hidrojen peroksit solüsyon.

5. Aletler

5.1. 500 ml'lik dereceli şişe (Stohmann)

5.2. Dakikada 30/40 devirli karıştırıcı

5.3. Elektrikli, ayarlanabilir ısıtıcı.

6. Numunenin hazırlanması

Metot 1'e bakınız. .

7. Metot

7.1. Numunenin alınması

a) 1 mg. yanılma payı ile 5 g gübre tartınız : aynı zamanda %3'ten fazla kükürt (S) (=7,5 %SO₃) ve %4'ten fazla kalsiyum (Ca) (= % 5,6 CaO) içeren gübre.

b) 1 mg. yanılma payı ile 1 g gübre tartınız : %3'ten fazla kükürt (S) ve %4'ten fazla kalsiyum (Ca) içeren gübre.

Numuneyi 500 ml bir behere boşaltınız.

7.2. Solüsyon hazırlama

Yaklaşık olarak 400 ml su ilave ediniz. Kapatınız. Yarım saat boyunca karıştırınız (5.2) Hacmi su ile tamamlayınız. Karıştırarak homojenliği sağlayınız. Kuru bir süzgeç ile kuru bir kaba süzünüz. Eğer solüsyon hemen kullanılmayacaksa şişenin ağzı kapatılmalıdır.

7.3. Analiz edilecek olan kısmın oksidasyonu

Ayrıştırılacak olan solüsyondan 50 ml'yi geçmeyen ve eğer mümkünse 20 ile 100 mg kükürt (S) içeren bir bölüm alınız. Uygun kapasiteli bir behere aktarınız. Eğer gerekli ise 50 ml oluncaya dek su ile tamamlayınız. 3 ml sodyum hidroksit (4.2) ve 2 ml hidrojen peroksit (4.3) ekleyiniz. Cam kaba koyarak ayarlanabilir ısıtıcı üzerinde kısık ateşte bir saat kaynatınız (5.3) Reaksiyon sürekli devam ediyorsa 1 ml ölçüsünde hidrojen peroksit ekleyiniz (en fazla 5 ml). Soğumaya bırakınız. Cam kabı behere dökünüz ve yıkayınız. Yaklaşık olarak 20 ml sulandırılmış hidroklorik asit ile (4.1) asitlendiriniz. Yaklaşık 300 ml oluncaya dek su ile tamamlayınız. Sülfatların miktarı, Metot 8.9'a göre, oksitlendirilen solüsyonun bütünü üzerinde yapılacaktır.

METOT 8.5

MECBURİ TEMEL KÜKÜRDÜN BELİRLENMESİ VE DOZAJI

Uyarı:

Bu metotta karbonsülfür (CS₂) kullanılır. Bu özel emniyet kuralları gerektirir, Özellikle :

- CS₂'nin depolanması
- Personelin korunma kıyafetleri
- İş temizliği
- Yangın ve patlamalara karşı önlemler.
- Reaktifin berterafı

Metodun uygulanması kalifiye personel ve uygun şartları yerine getiren bir laboratuvar ekipmanı gerektirmektedir.

1. Amaç

Bu metot, gübrelerin içinde bulunan elementel kükürdün ayrıştırma işlemi ile miktarın bulunması için bir yöntem belirlemektedir.

2. Uygulama alanı

Bu metot, Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelik EK I'de tarif edilen EC FERTILIZER ibareli ikincil elementli gübrelerde suda eriyen halde bulunan toplam kükürdün elementel halde ifade edilmesi öngörülen gübrelere uygulanır,

3. Prensip

Solüsyon haldeki bileşiklerin uzaklaştırılmasından sonra, karbon haldeki kükürdün içinden elementel kükürdün ayrıştırılması. Ayrıştırılan kükürdün gravimetrik ifadesi .

4. Reaktifleri

Karbondisülfid.

5. Aletler

5.1. 100 ml'lik uygun boğazlı ayrıştırma balonu.

5.2. Uygun filtre aparatları olan Soxhlet aygıtı.

5.3. Vakumlu döner buharlı evaporatör.

5.4. 90 (± 2) °C ayarlanmış havalandırılmalı elektrikli etüv.

5.5. Kenar yüksekliği 5 cm'yi geçmeyen, 5 ile 7 cm çapında porselen Petri kapları.

5.6. Elektrikli, ayarlanabilir ısıtıcı.

6. Numunenin hazırlanması

Metot 1'e bakınız. .

7. Metot

7.1. Numunenin alınması

1 mg. yanılma payı ile 5 ile 10 g gübre tartınız ve Soxhlet aygıtının kartuşuna koyunuz. (5.2)

7.2. Kükürdün belirlenmesi.

Kartuşun içeriği sıcak suya daldırılarak eriyebilen bütün bileşiklerin ayrıştırılması sağlanır. En az bir saat 90 °C'de ayarlı etüvde kurutulur (5.4) Kartuş Soxhlet aygıtının içine sokulur (5.2).

Aygıtın balonuna (5.1) birkaç cam inci (top) konduktan sonra dara alınır (Po) ve 50 ml karbon disülfid eklenir (4.1).

Aygıtın bağlanması sonras, elementel kükürt altı saat boyunca ayrıştırılır. Isıtma durdurulur ve soğuduktan sonra balon aygıttan çıkarılır. Balonu döner buharlaştırıcıya takılır (5.3) balonun içeriği katılaşp süngerimsi bir hal aldıktan sonra buharlaşma durdurulur.

Balon 90 °C'de (5.4) ayarlı etüvde sabit ağırlığa dek (P₁) kurutulur. Genelde bir saat yeterlidir.

7.3. Ayrıştırılan kükürdün saflığının tespiti

Bazı maddeler, karbon kükürdü tarafından elementel kükürt ile birlikte ayrıştırılmış olabilir. Oranını tespit etmek için aşağıdaki işlemler yapılır :

Balonun içindeki içeriği mümkün olduğunca iyi homojenize ettikten sonra, 1 mg hata payı ile ölçülen 2 ile 3 gr madde ayırınız (n). Petri (5.5) kabına aktarınız. Tümüü tartınız (P₂). Kükürdün yanmasını önleyecek şekilde, 220 °C'de geçmeyecek şekilde ayarlanmış ısıtıcı plaka üzerine koyunuz (5.6). İşlemi, sabit ağırlığa dek üç ile dört saat arasında devam ettiriniz (P₃).

Not : Bazı gübreler için kükürdün saflığını öğrenmek çok gerekli olmayabilir. Bu durumda prosedür 7.2'de bitirilir.

8.Sonuçların ifadesi

Gübrelerin elementel kükürt (S) yüzdesi aşağıdaki orana eşittir :

$$\text{Gübrenin } S_{\text{saf olmayan}} (\%) = ((P^1 - P_o)/m) \times 100$$

$$\text{Ayrıştırılan kükürdün saflığı (\%) olarak} = ((P_2 - P_1)/n) \times 100$$

$$\text{Gübredeki } S_{\text{saf}} (\%) = ((P_1 - P_o)(P_2 - P_3) / m \times n) \times 100$$

m = Alınan numunenin kütlesi, g cinsinden

P_o= Soxhlet balonuna konan kısmın ağırlığı, g cinsinden

P₁= Soxhlet balonuna konan kısım ile kurutulduktan sonra saf olmayan kükürtün ağırlığı, g cinsinden

n = Saflaştırılmak üzere işleme tabi tutulan saf olmayan kükürdün kütlesi, g cinsinden.

P₂= Petri kabına konan kısmın ağırlığı.

P₃= Kükürdün kurutulmasından sonra Petri kabındaki kütle, g cinsinden.

METOT 8.6

OKSALAT ŞEKLİNDE ÇÖKELTİRİLDİKTEN SONRA AYRILAN KALSİYUMUN MANGANİMETRİK TAYİNİ

1. Amaç

Bu metot, gübre numunelerinin içinde bulunan kalsiyum miktarının bulunması için bir yöntem belirlemektedir.

2. Uygulama alanı

Bu metot, Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair YönetmeliK EK I'de tarif edilen EC FERTILIZER ibareli ikincil elementli gübrelere suda eriyen haldeki içerdiği toplam kalsiyum veya suda eriyebilen kalsiyum ifade edilmesi öngörülen gübrelere uygulanır,

3. Prensip

Temsili miktardaki oksalat formundaki özüt çözeltisi içinde kalsiyumun çökeltilmesi, bunun ayrıştırmasından ve eritilmesinden sonra potasyum permanganat kullanılarak oksalik asitin oranının belirlenmesi.

4. Reaktifler

4.1. Sulandırılmış hidroklorik asit.

Bir hacim hidroklorik asit ($d_{20} = 1,18$ g/ml) ve bir hacim su.

4.2. Sulandırılmış sülfürik asit 1:10.

Bir hacim sülfürik asit ($d_{20} = 1,18$ g/ml) ve on hacim su.

4.3. Amonyak solüsyonu, 1:1

Bir hacim amonyak (0,88 yoğunluk) bir hacim suda sulandırılır.

4.4. Laboratuvar sıcaklığında (40g/l oranında) doymuş amonyum oksalat solüsyonu $[(NH_4)_2 C_2O_4, H_2O]$

4.5. % 30'luk (m/v) sitrik asit solüsyonu

4.6. % 5'lik (m/v) amonyum klorür solüsyonu

4.7. % 95'lik etanol içinde % 0,1 (m/v) bromothymol mavisi solüsyonu.

4.8. % 95'lik etanol içinde % 0,04 (m/v) bromokresol yeşili solüsyonu.

4.9. 0,02 M standart potasyum permanganat solüsyonu.

5. Aletler

5.1. 5 ile 20 mikron gözenekli camdan yapıli süzgeçli pota.

5.2. Sıcak su banyosu

6. Analiz edilecek olan numunenin hazırlanması

Ölçülü bir damlalık yardımı ile 8.1 veya 8.3 metotları ile elde edilen ve 15 ile 50 mg Ca (=21 ve 70 mg CaO) içeren ayrıştırma solüsyonundan bir parça alınır. Bu parçanın hacmi V_2 olsun. 400 ml'lik bir beher içine konur. Nötr olması için, gerekli olduğu taktirde (4.7. indikatörünün (göstergenin) sarıdan maviye renk değıştirmesi birkaç damla amonyak solüsyonu ekleyiniz (4.3).

1 ml sitrik asit solüsyonu (4.5) ve 5 ml amonyum klorür (4.6) solüsyonu ekleyiniz.

7. Kalsiyum oksalatının çökeltilmesi

Yaklaşık olarak 100 ml su ekleyiniz. Kaynatınız, indikatör (4.8) solüsyonundan sekiz ile on damla damlatınız ve damla damla olarak 50 ml sıcak oksalat solüsyonu ekleyiniz (4.4). eğer bir çökeltme meydana gelirse, birkaç damla hidroklorik asit katarak çöktirmeyi geciktiriniz (4.1).

4.4 ile 4.6'lık bir pH elde edene kadar sürekli çalkalayarak çok yavaş olarak amonyak solüsyonu (4.3) ile nötralize ediniz (4.8) (indikatörünün yeşilden maviye dönmesi). Beheri kaynayan bir benmari (5.2) üzerine koyunuz ve burada yaklaşık olarak otuz dakika bekletiniz.

Beheri benmariden alınız, bir saat dinlendiriniz ve pota (5.1) içine süzünüz.

8.Çökeltilmiş oksalatın titrasyonu.

Beheri ve potayı aşırı amonyum oksalatı yok edene dek yıkayınız (yıkama suyundaki klor eksikliği bunu tespit etmenizi sağlayacaktır). Potayı 400 ml'lik bir behere boşaltınız ve çökeltilmiş bölümü 50 ml sıcak sülfürik asit (4.2) ile sulandırınız. 100 ml'ye dek beherdeki hacmi su ile tamamlayınız. 70 ile 80 °C dereceye kadar ısıtınız ve pembe renk bir dakika sürene dek permanganat solüsyonu (4.9) ile damla damla titre ediniz. Bu hacim n olsun.

9.Sonuçların ifade edilmesi

Gübrenin kalsiyum (Ca) içeriği eşittir :

$$\text{Ca (\%)} = (n \times 0,2004) \times (t / 0,02) \times [(V_1) / (V_2 \times m)]$$

n = kullanılan permanganatın mililitre sayısı,

m = numune miktarı, gr cinsinden

V₂ = numunenin hacmi, ml cinsinden

V₁ = ayrıştırılan solüsyon hacmi, ml cinsinden

t = permanganat solüsyonunun litrede mol yoğunluğu

$$\text{CaO (\%)} = \text{Ca (\%)} \times 1,400$$

METOT 8.7

ATOMİK ABSORPSİYON SPEKTOMETRİSİ İLE MAGNEZYUM MİKTARININ BELİRLENMESİ

1. Amaç

Bu metot, gübre numunelerinin içinde bulunan magnezyum miktarının bulunması için bir yöntem belirlemektedir.

2. Uygulama alanı

Bu metot, içerdiği toplam magnezyum veya suda eriyebilen magnezyumun ifadesi öngörülen, 8.1 ve 8.3 metodu ile ayrıştırılan Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmeliğin Ek I. D'de ifade edilen EC FERTİLİZER gübrelerine uygulanır; 8.8 metodunun uygulandığı, ikincil elementli : 4., 5.,5.1. ve Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmeliğin Ek I. A3'de 7. sırada yer alan gübrelere uygulanmaz.

Bu metot, magnezyumun kompleksometrik açıklanmasında birbirine geçme riski taşıyan bir miktar element içeren bütün gübre numunelerine uygulanır.

3. Prensip

Numunenin uygun şekilde sulandırılmasından sonra, atomik absorpsiyon spektrometrisi ile magnezyumun tayini.

4. Reaktifleri

4.1. Hidroklorik asit solüsyonu 1 M

4.2. Hidroklorik asit solüsyonu 0,5 M

4.3. Şahit magnezyum solüsyonu, 1,00 mg / ml

4.3.1. 1,013 g magnezyum sülfatı ($MgSO_4 \cdot 7H_2O$) 0,5 M (4.2) hidroklorik asit içinde eritiniz

4.3.2. ilk alternatif : yeniden karbonlaşma izlerini yok etmek için daha önceden kireçlendirilmiş 1,658 g magnezyum oksit (MgO) tartınız. Bunu 100 ml su ve 120 ml hidroklorik asit 1 M (4.1) ile birlikte bir behere koyunuz.Eridikten sonra beherin tamamını 1 000 ml'lik dereceli bir şişeye aktarınız ve hacmi su ile tamamlayarak, karıştırarak homojenize ediniz.

Veya

4.3.3. Ticari standart solüsyon

Bu gibi solüsyonların kontrolünden laboratuvarlar sorumludur.

4.4. Stronyum klorür solüsyonu

Hidroklorik asit solüsyonu(4.2) içinde 75 g stronyum klorürü ($SrCl_2 \cdot 6H_2O$) eritiniz ve aynı solüsyonla 500 ml'ye kadar tamamlayınız.

5. Aletler

285,2 nm ayarlı bir magnezyum lambalı, atomik absorpsiyon aygıtı olan spektrofotometre. Asetilen-hava alevi.

6.Numunenin hazırlanması

8.1 ve 8.3 metotlarına bakınız.

7.Metot

7.1. Eğer gübrenin beyan edilen magnezyum oranı (Mg) % 6'dan (%10 MgO cinsinden) büyük ise, bu solüsyondan 25 ml (V_1) numune alınır. 100 ml'lik dereceli bir şişeye koyunuz, hacmi su ile doldurunuz. Karıştırınız. Sulandırma faktörü $D_1=100/V_1$

7.2.Numuneden (6) yada solüsyondan (7.1) 10 ml'yi bir pipete alınız. 200 ml'lik dereceli bir şişeye aktarınız. 0,5 M Hidroklorik asit solüsyonu ekleyiniz(4.2). Karıştırınız. Sulandırma faktörü : 200/10

7.3.Bu solüsyonu(7.2), spektrofotometrenin (5.1) en uygun çalışma aralığında bulunan bir konsantrasyon elde edene kadar hidroklorik asit solüsyonu 0,5 M (4.2) ile sulandırınız. V_2 , 100 ml içindeki örneğin hacmi olsun. Sulandırma faktörü $D_2=100/V_2$.

Son solüsyon V/V % 10 stronyum klorür solüsyonunu (4.4) içermelidir.

7.4. Boş solüsyonunun hazırlanması

Sadece gübre numunesinin alım safhasını atlayarak, ayırtırmadan sonraki bütün aşamaları (8.1 veya 8.3 sayılı ayırtırma metotları) gerçekleştirmek için boş bir solüsyon hazırlayınız.

şahit eğrisi için solüsyonların hazırlanması

7.5.Şahit solüsyon (4.3) 0,5 M hidroklorik asit ile sulandırarak, aletin (5.1) en uygun ölçme bölgesine göre ayarlanan ve artan konsantrasyondaki en az beş şahit solüsyon hazırlayınız.

Bu solüsyonlar V/V % 10 stronyum klorür solüsyonunu (4.4) içermelidir.

7.6.Ölçme

Ölçümler için spektrofotometreyi 285,2 nm'ye ayarlayınız (5.1). Ölçümü yapılmak üzere hazırlanan solüsyon ile aleti yıkayarak ve aşamalı olarak şahit solüsyonlarını (7.5), ölçülecek solüsyonu (7.3) ve boş solüsyonu (7.4) püskürtünüz. Bu operasyonu üç kez tekrarlayınız. Her şahit solüsyon (7.5) için spektrofotometre tarafından verilen değerleri bir sıraya koyarak bir şahit eğrisi hazırlayınız ve ml / mg olarak ifade edilmiş olan magnezyum konsantrasyonlarını yazınız. Buradan yola çıkarak, X_s olarak ölçümü yapılmak üzere hazırlanan solüsyondaki (7.3) magnezyum konsantrasyonunu, X_b olarak da boş solüsyondaki (7.4) konsantrasyonunu tespit ediniz.

8.Sonuçların ifadesi

Boş numuneyi de göz önünde bulundurarak ve şahit solüsyonlarından yola çıkarak numunenin magnezyum (Mg) ya da magnezyum oksit (MgO) miktarını hesaplayınız.

Gübreinin yüzdesine göre magnezyum (Mg) içeriği aşağıdaki değerlere eşittir :

$$\text{Mg (\%)} = ((X_s - X_b) D_1 (200/10) D_2 500,100) / (1\,000.1\,000 M)$$

X_s = şahit eğrisine girmek için ölçümü yapılmak üzere hazırlanmış solüsyonun konsantrasyonu, mg/ml cinsinden.

X_b = şahit eğrisine giren, boş solüsyonun konsantrasyonu, mg/ml cinsinden.

D_1 = 7.1'deki sulandırma gerçekleştirildikten sonra sulandırma faktörü.

25 ml şahit alınır 4'e eşittir.

Eğer bu sulandırma yapılmazsa 1'e eşittir.

D_2 = 7.3 'teki sulandırma faktörü

M = ayrıştırmadan sonra numune parçasının gr cinsinden kütlesi.

$$\text{MgO (\%)} = \text{Mg (\%)} / 0,6$$

METOT 8.8

KOMPLEKSOMETRİ İLE MAGNEZYUM MİKTARININ TAYİNİ

1. Amaç

Bu metot, gübre numunelerinin içinde bulunan magnezyum miktarının tayini için bir yöntem belirlemektedir.

2. Uygulama alanı

Bu metot, içerdiği toplam magnezyum veya suda eriyebilen magnezyumun ifadesi öngörülen ve aşağıda sıralan EC FERTILIZER gübre numunelerine uygulanır :

-Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelik EK I-A.1. Azotlu gübreler (1b)+1(c) (kalsiyum magnezyum nitrat), 7 (magnezyum sülfonitrat), 8. sırada yer alan (Magnezyum amonyum nitrat), Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmeliğin EK I- A3'de sıralanan potaslı gübreler, 2. sırasında yer alan (Zenginleştirilmiş kainit tuzu), 4. sırasında yer alan (magnezyum tuzu içeren potasyum klorür) ve 6. sırasında yer alan (Magnezyum tuzu içeren potasyum sülfat).

-Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmeliğin Ek I- D'de sıralanan gübreler.

3. Prensip

-8.1 veya 8.3 metotlarının biri tarafından yapılan magnezyum solüsyonu. Siyah -T eriokrome mevcut iken, $\text{Ca}+\text{Mg}$ 'nin birinci EDTA oranının saptanması. Kalsein ya da karbonik kalkon asidi mevcut iken, Ca 'daki ikinci EDTA oranının saptanması. Meydana gelen ayırım ile magnezyumun tespit edilmesi.

4. Reaktifleri

4.1. 0,05 M Standart magnezyum solüsyonu

4.1.1 1.232 g magnezyum sülfatı ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), 0,5 M (4.11) hidroklorik asit solüsyonunda eritiniz ve 100 ml'ye kadar yine bu asitle tamamlayınız.

Veya

4.1.2. Daha önceden bütün yeniden karbonlaşma izlerini silecek şekilde yakılan 2,016 g magnezyum oksidi ölçünüz. Bir behere 100 ml su ile koyunuz.

Yaklaşık olarak 1 M'lik (4.12) 120 ml hidroklorik asit katarak çalkalayınız.

Eridikten sonra içeriği, 1 000 ml'lik dereceli bir şişeye aktarınız. Hacmi tamamlayınız ve karıştırınız.

Bu solüsyonların 1 ml'si 1,216 mg Mg (= 2,016 mg MgO) içermelidir.

Şahit olan bu standart solüsyonun oranı laboratuvar tarafından kontrol edilmelidir.

4.2. 0,05 M EDTA solüsyonu

Ethilendiaminotetrasetik ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$) asidinin di hidratlı di oksitli tuzundan 18,61 g tartınız ve 1000 ml'lik bir behere boşaltınız ve 600 ile 800 ml su içinde sulandırınız. Solüsyon hacmini 1 000 ml'lik dereceli bir şişeye aktarınız. Hacmi tamamlayınız ve karıştırınız. Bu solüsyonu (4.1) solüsyonu yardımı ile kontrol ediniz ve sonuncusundan 20 ml ayırarak (7.2)'de belirtilen analitik yöntem ile derecesini saptayınız.

1 ml EDTA solüsyonu 1,216 mg Mg (= 2,016 mg MgO)'na ve 2,004 mg Ca (= 2,804 mg CaO)'na uymak zorundadır. (10.1 ve 10.6'ya bakınız)

4.3. 0,05 M şahit kalsiyum solüsyonu

Kuru analiz için 5,004 g kalsiyum karbonatı ayırınız. Bir behere 100 ml su ile birlikte koyunuz. Yaklaşık olarak 120 ml hidroklorik asidi yavaş yavaş katarak ekleyiniz(4.12).

Karbonik anhidriti dağıtmak için kaynatınız, soğutunuz, miktarı bir litrelik dereceli şişeye aktarınız, hacmi su ile tamamlayınız ve karıştırınız. Bu solüsyonun (4.2) solüsyonu ile olan uygunluğunu (7.3) analitik tekniği ile kontrol ediniz. Bu solüsyonun 1 ml'si 2,004 mg Ca (= 2,804 mg CaO) içermelidir ve 0,05 M EDTA solüsyonunun (4.2) 1 ml'sine uygun olmalıdır.

4.4. Calcein göstergesi

Bir tas içinde dikkatle 1 g calcein ile 100 g sodyum klorürü karıştırınız. Bu karışımın 0.010 g'ını kullanınız. Gösterge yeşilden turuncu renge döner. Yeşil yansımalarından yoksun bir turuncu elde edilene kadar işleme devam etmek gerekir.

4.5. Kalkonekarbonik asit göstergesi

400 mg kalkonekarbonik asidi 100 ml metanol içinde eritiniz. Bu solüsyon yaklaşık olarak sadece dört hafta kadar bekletilebilir. Bu solüsyondan üç damla kullanınız. Gösterge kırmızıdan maviye döner. Kırmızı yansımalarından yoksun bir mavi elde edilene kadar işlemek gerekir.

4.6. siyah T eriokrom göstergesi

25 ml propanol 1 ve 15 ml trietanolamin karışımı içinde 300 mg siyah T eriokrom eritiniz. Bu solüsyon yaklaşık olarak sadece dört hafta bekleyebilir. Bu solüsyondan sadece üç damla kullanınız. Gösterge kırmızıdan maviye döner. Kırmızı yansımalarından yoksun bir mavi elde edilene kadar işleme devam etmek gerekir. Dönme işlemi sadece magnezyum mevcut iken gerçekleşir. Eğer gerekli ise şahit solüsyondan 1 ml ekleyiniz (4.1).

Aynı anda hem kalsiyum hem de magnezyum mevcut ise, kalsiyum önce EDTA tarafından komplekse edilir daha sonra da magnezyum tarafından. Bu durumda, bu iki maddenin oranı ortak olarak ölçülür.

4.7. Potasyum siyanür solüsyonu

% 2'lik KCN sulu solüsyonu. (ağız yardımı ile pipete çekmeyiniz ve 10.7'deki uyarıları okuyunuz)

4.8. Potasyum hidroksit ve potasyum siyanür solüsyonu

280 g KOH ve 66 g KCN'yi suda eritiniz, hacmi bir litreye kadar tamamlayınız ve karıştırınız.

4.9. Tampon solüsyon pH 10,5

500 ml'lik dereceli bir şişe içinde 33 g amonyum klorürü 200 ml su içinde eritiniz, 250 ml amonyak ekleyiniz (0,91 yoğunluklu), hacmi su ile tamamlayınız ve karıştırınız. Düzenli olarak bu solüsyonun pH'sını kontrol ediniz.

4.10. Sulandırılmış hidroklorik asit 1:1

bir hacim hidroklorik asit ($d_{20}=1,18$ yoğunluklu) ve bir hacim su

4.11. Yaklaşık 0,5 M hidroklorik asit solüsyonu

4.12. Yaklaşık 1 M hidroklorik asit solüsyonu

4.13. 5 M sodyum hidroksit solüsyonu

5. Aletler

5.1. Manyetik ya da mekanik karıştırıcı

5.2. pH metre

6. Kontrol testi

Ca/Mg oranı yaklaşık olarak analiz edilecek solüsyona eşit olan (4.1 ve 4.3) solüsyonlarından alınan bir miktar üzerinde bir analiz gerçekleştiriniz. Bu amaçla, (4.3) Magnezyum şahit solüsyondan (a) ml ve (4.1) şahit solüsyonundan (b-a) ayırınız. (a) ve (b), analiz edilecek olan solüsyonun her iki oranı analizde kullanılan ml EDTA solüsyonu sayısını temsil eder. Böyle bir uygulama şekli sadece EDTA, kalsiyum ve magnezyum solüsyonları tam olarak denk olurlarsa doğru olur. Aksi durumda düzeltmeler yapmak gerekebilir.

7. Analiz edilecek olan numunenin hazırlanması

Metot (8.1 ve 8.3)'e bakınız.

8. Tayin

8.1. Alınan numune miktarı

Numune miktarı mümkün olduğunca 9 ile 18 mg magnezyum içermelidir (=15 ve 30 mg MgO)

8.2. Siyah T eriokrom mevcut iken titre edilme

Pipete, analizi yapılacak olan solüsyondan bir miktar numune (8.1) alınız ve 400 ml'lik bir behere koyunuz. 5 M sodyum hidroksit solüsyonu (4.12) ile aşırı olan asidi pH-metrede nötr hale getiriniz. Yaklaşık olarak 100 ml kadar su ile sulandırınız. Tampon (4.9) solüsyondan 5 ml ekleyiniz. PH metre yardımıyla ölçülen pH $10,5 \pm 0,1$ olmak zorundadır. Potasyum siyanür solüsyonundan (4.7) 2 ml ve siyah eriokrom göstergesinden 3 damla (4.6) ekleyiniz. Karıştırıcı (5.1) yardımıyla orta hızda karıştırarak EDTA solüsyonu ile titre ediniz (10.2, 10.3 ve 10.4'e bakınız). 0,05 M EDTA solüsyonu ml cinsinden "b" olsun.

8.3. Kalselin veya kalkonekarbonik asit mevcut iken titrasyon

Pipete, yukarıda anlatılan titrasyon işleminde kullanılan solüsyona eşit miktarda analizi yapılacak olan solüsyondan bir miktar numune alınız ve 400 ml'lik bir behere koyunuz. 5 M (4.13) sodyum hidroksit solüsyonu ile aşırı olan asidi pH-metrede nötr hale getiriniz. Yaklaşık olarak 100 ml kadar su ile sulandırınız. KOH/KCN (4.8) Standart solüsyondan 10 ml ve (4.4 veya 4.5) göstergesini ekleyiniz. Karıştırıcı (5.1) yardımıyla orta hızda karıştırarak EDTA solüsyonu (4.2) ile titre ediniz (10.2, 10.3 ve 10.4'e bakınız). 0,05 M EDTA solüsyonu ml cinsinden "a" olsun.

9. Sonuçların ifade edilmesi

Metodun uygulama alına giren EC FERTILIZER gübreleri için (5 g gübre içinden ayrıştırılan 500 ml ekstrakt) gübre içeriği yüzde olarak eşittir :

Gübre içindeki MgO (%) : $((b-a) \times T) / M$

Gübre içindeki Mg (%) : $((b-a) \times T') / M$

a = kalselin ya da karbonik asit mevcut iken yapılan titrasyon işleminde kullanılan 0,05 M EDTA'nın ml sayısı.

b = siyah T eriokrom mevcut iken yapılan titrasyon işleminde kullanılan 0,05 M EDTA'nın ml sayısı.

M = Alınan numunenin ağırlığı, gram olarak

T = $0,2016 \times M$ EDTA solüsyonunun molaritesi / 0,05 (4.2 bakınız)

T' = $0,1216 \times M$ EDTA solüsyonunun molaritesi / 0,05 (4.2 bakınız)

10. Açıklamalar

10.1. Kompleksometrik analizlerde EDTA-metal stokiometrik oranı her zaman 1:1, metalin birleşme değeri ne olursa olsun ve EDTA'nın birleşmiş değeri oranlı olmalı. Titrasyon işlemi yapılan EDTA solüsyonu ve şahit solüsyonları normal değil molar olmak zorundadır.

10.2 Kompleksometrik göstergeler genelde hava faaliyetine duyarlıdır. Titrasyon işlemi süresince solüsyonun rengi solabilir. O zaman bir ya da iki damla gösterge eklemek gerekir. Bunun için özellikle siyah T eriokrom ya da kalkonekarbonik asit kullanılmalı.

10.3 Metal gösterge kompleksleri genelde durağan ve eğim tarafına yönlenebilir veya dağılabilir. Dolayısıyla son EDTA damlaları yavaş yavaş katılmalı ve eğimi geçmemesine dikkat edilmelidir, bunun için ise bir damla 0,05 M magnezyum solüsyonu (4.1) ve ya kalsiyum solüsyonu (4.3) eklemek gerekir. Bu işlem özellikle magnezyum eriokrom bileşiği için geçerlidir.

10.4. İndikatörün eğimi yüksekten aşağı doğru değil de yatay olarak solüsyonun arasından gözlemlemek gerekir ve beyaz bir zemin üzerinde ve beher içinde ışığa göre iyi ayarlanması gerekir.

Eğer beheri mat bir cam üzerine koyarsanız üzerinden orta ışıkla aydınlatmanız gerekir (25 vatlık ampul) eğim kendini kolay fark ettirir.

10.5. Bu analizin yapımı deneyim gerektirir. Bu arada (4.1 ve 4.3) standart solüsyonları ile de eğim tespit çalışmaları yapmak gerekir. Açıklamaların laboratuvarın aynı kimyacısı tarafından yapılması tavsiye edilir.

10.6 Titrasyon tespitinde garantili (örneğin Titrisol, Normex) bir EDTA solüsyonu kullanmanız, 4.1, 4.2 ve 4.3 sayılı şahit solüsyonların denkliliğini kontrol çalışmalarını basitleştirebilir.

10.7 Potasyum siyanür içeren solüsyonları, içerdikleri siyanür bileşiklerini zehirsiz hale getirilmeden önce çöpe atmayınız. Örneğin, sodyum hipoklorit ile alkalinizasyondan sonra oksidasyonlanmalı.

METOT 8.9

SÜLFAT MİKTARININ TAYİNİ

EN 15749: Gübreler. Üç farklı Metot kullanılarak sülfatların içeriğinin tayini

Bu metot ring-test'e tabii tutulmuştur.

METOT 8.10

AYRILAN SODYUM MİKTARININ TAYİNİ

1. Amaç

Bu metot, gübre numunelerinin içinde bulunan sodyum miktarının bulunması için bir yöntem belirlemektedir.

2. Uygulama alanı

Bu metot, Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelik, EK-1'de sodyumun ifadesi öngörülen EC FERTILIZER ibareli gübrelere uygulanır;

3. Prensip

8.1 veya 8.3 metotlarında belirtilen yöntemler ile ayrıştırılan numunelerin uygun şekilde sulandırılmasından sonra, solüsyonun sodyum miktarının saptanması için Flame emission spektrofotometre yöntemi ile yapılır.

4. Reaktifler

4.1. Sulandırılmış hidroklorik asit

Bir hacim hidroklorik asit ($d_{20}=18$ g/ml) ve bir hacim su.

4.2. Alüminyum nitrat, $Al(NO_3)_3, 9H_2O$

4.3. Sesium klorür, CsCl

4.4. Susuz sodyum klorür, NaCl

4.5. Alüminyum nitrat solüsyonu ve sesyum klorür

1 000 ml'lik ölçülü bir şişeye, su içinde 50 g sesyum klorür (4.3) ve 250 g alüminyum nitrat (4.2) eritiniz. Hacmi su ile tamamlayınız, karıştırınız.

4.6. 1 mg/ml Na içeren standart sodyum solüsyonu

1 000 ml'lik ölçülü bir şişeye, su içinde 2,542 g sodyum klorür (4.4) eritiniz. 10 ml hidroklorik asit (4.1) ekleyiniz. Hacmi su ile tamamlayınız, karıştırınız.

5. Aletler

589,3 nm açıyla flame emission donanımına sahip spektrofotometre.

6. Şahit Solüsyonlar.

6.1.Şahit solüsyonun 10 ml'sini (4.6) 250 ml'lik dereceli bir şişeye aktarınız. Şişe ölçüsüne dek su ile tamamlayınız, karıştırınız.Solüsyonun konsantrasyonu : 40 mg/ml Na

6.2 100 ml'lik dereceli şişelere, 0,5; 10;15;20;25 ml tampon solüsyonu (6.1) koyunuz. 10 ml solüsyon (4.5) ekleyiniz. Şişe ölçüsüne kadar su ile tamamlayınız, karıştırınız.

Solüsyonların konsantrasyonu: 0,2,4,6,8,10 mg/ml Na

7. Analizi yapılacak solüsyonların hazırlanması

8.1 veya 8.3 metoduna göre elde edilen numune solüsyonunda (5 g gübre içinden ayrıştırılan 500 ml ekstrakt), öngörülebilir sodyum içeriğine göre, aşağıdaki tabloya göre sulandırma işlemlerini gerçekleştiriniz :

Na₂O (%) Na (%)

Ara solüsyon

Nihai solüsyon

Numune (ml) (v4)

ml cinsinden sulandırma

sulandırma derecesi

Na ₂ O (%)	Na (%)	Ara Solüsyon		Nihai solüsyon		Sulandırma derecesi
		Numune (ml) (V ₂)	ml cinsinden sulandırma miktarı (V ₃)	Numune (ml) (V ₄)	ml cinsinden sulandırma miktarı	
3-5	2,2 – 3,7	10	50	10	100	50
5-10	3,7 - 7,4	10	100	10	100	100
10-20	7,4 – 15	10	100	5	100	200
20-38	15 – 28	5	100	5	100	400

ara sulandırma su ile yapılacaktır. Nihai sulandırma için, 100 ml'lik dereceli şişeye 10 ml solüsyon ekleyiniz (4.5)

1 g'lık numune için, son sulandırma numunesini (V₄) ile 5 kat çoğaltınız.

8. Ölçümler

Ölçümler için spektrofotometreyi (5.1) 589,3 nm'ye ayarlayınız.

Aygıtı, şahit (6.2) solüsyonlarına verdiği cevaplara göre ayarlayınız. Daha sonra aygıtı, şahidin tamamını kullanılabilecek şekilde ince ayarını yapınız zira en konsantre solüsyon kullanılacaktır.

Analiz edilecek numune solüsyondan (7) alınacak sonucu ölçünüz. Bu işlemi üç kez tekrarlayınız.

9. Sonuçların hesaplanması

Şahit numunelerinin her birinde çıkan sonuçların ortalamalarını sıraya koyarak ve ml'ye düşen mg cinsinden ifade edilen konsantrasyonlarını apsiste belirterek şahit eğrisini tespit ediniz. Buradan yola çıkarak, numunedeki sodyum konsantrasyonunu tespit ediniz. Şahit solüsyonlarından yola çıkarak ve sulandırma oranını da hesaba katarak, sodyum miktarını hesaplayınız. Numune için sonuçları % olarak ifade ediniz.

Gübrelerin sodyum (Na) yüzdesi eşittir :

$$\text{Na (\%)} = x \cdot (V_3 / V_4) \times (V_1 / V_2) \times (10^{-2} / m)$$

$$\text{Na}_2\text{O (\%)} = \text{Na (\%)} \times 1,348$$

x = mg/ml cinsinden ifade edilen ve spektrofotometreye konan solüsyonun konsantrasyonu

V₁ = Elde edilen solüsyonun hacmi, ml cinsinden

V₂ = Ara sulandırma işleminde kullanılan bölümünün hacmi, ml cinsinden

V₃ = Ara sulandırıcının hacmi, ml cinsinden

V₄ =Nihai sulandırma (100 ml içinde) için kullanılan miktarı, ml cinsinden

m = Numunenin gram cinsinden ağırlığı

METOT 9

MİKRO ELEMENTLER

METOT 9.1

TOPLAM MİKRO ELEMENTLERİN BELİRLENMESİ

1. Amaç

Bu metot, aşağıdaki mikro elementlerin belirlenmesi için bir yöntem ortaya koymaktadır : toplam bor, toplam kobalt, toplam bakır, toplam demir, toplam mangan, toplam molibden ve toplam çinko. Amaç, yukarıda anılan mikro elementlerin toplam miktarını tespit etmek için mümkün olduğu sürece tek bir numune kullanmaktır.

2. Uygulama alanı

Bu metot, Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelikte belirtilen ve aşağıda sıralanan bir ya da birden fazla mikro elementi içeren EC gübrelerini kapsar : bor, kobalt, bakır, demir, mangan, molibden ve çinko. Beyan edilen miktarı % 10'a eşit ya da daha az olan mikro elementlerin tanımlanabilmesi için kullanılır.

3. Prensip

Kaynar sulandırılmış hidroklorik asit içinde çözme.

Not. Numune ampiriktir ve ürün ile ya da gübrenin başka içerikleri ile tamamlanabilir. Özellikle bazı mangan oksitleri için ayrıştırılan miktarlar, ürünün içinde bulunan toplam mangandan net olarak çok daha düşük olabilirler. Bu metotla belirlenen miktarın, beyan edilen miktara uygun olup olmadığını kontrol etmek üreticilerin sorumluluğu altındadır.

4. Reaktifler

4.1 Sulandırılmış hidroklorik asit solüsyonu, yaklaşık olarak 6 M
Bir hacim hidroklorik asit (HCl, $d_{20} = 1,18$) ve bir hacim su

4.2 Konsantre amonyak solüsyonu (NH_4OH , $d_{20} = 0,9$)

5. Aletler

Elektrikli, ayarlanabilir ısıtıcı.

Not. Eğer numune üzerinde borun da tayini amaçlanırsa, borosilikatlı cam ürünler kullanmayınız. Teflon ve silis bu ayrıştırmayı kaynatmak için kullanılabilir. Eğer cam kapların temizlenmesi için bor içeren deterjan kullanılırsa ürünleri çok iyi durulayınız.

6. Numunenin hazırlanması
Metot 1'e bakınız.

7. Metot

7.1 Numunenin alınması

Ürün içinde element olarak beyan edilen miktara göre 2 ile 10 g arasında bir miktar numune tartınız. Aşağıdaki tablo, en son kullanılacak olan bir solüsyon elde etmek için kullanılır ve uygun bir sulandırılma işleminden sonra her metot için uygun olan bir ölçü aralığında bulunur. Numuneler 1 mg yanılma payı ile tartılır.

Gübrenin beyan edilen mikro element muhtevası (%)	<0,01	0,01 -<5	$\geq 5-10$
Numunenin ağırlığı (g)	10	5	2
Numunedeki element ağırlığı (mg)	1	0,5-250	100-200
Ekstraktın hacmi V (ml)	250	500	500

Ekstrakttaki elementlerin muhtevası (mg/l)	4	1-500	200-400
--	---	-------	---------

Numuneyi 250 ml'lik bir şişeye aktarınız. (tabloya uygun olarak)

7.2. Solüsyonun hazırlanması

Eğer gerekli ise numuneyi biraz su ile nemlendiriniz, azar azar ve dikkatlice işleme konan her bir gübre gramı için 10 ml olarak bir hacim sulandırılmış hidroklorik asit (4.1) ekleyiniz daha sonra 50 ml su katınız. Beheri göstergeli bir kapak ile kapatınız ve karıştırınız. Elektrikli ısıtıcı üzerinde kaynatınız ve kaynatmaya 30 dakika devam ediniz, zaman zaman karıştırarak soğumaya bırakınız. İçeriği 250 ya da 500 ml dereceli bir şişeye aktarınız (tabloya bakınız). Hacmi su ile tamamlayınız. Karıştırınız. Kuru bir filtre ile kuru bir kaba süzünüz. Filtre edilen ilk bölümü dökünüz. Ayırıştırılan bölüm tamamen şeffaf olmalı.

Şeffaf olan numune üzerinden vakit kaybetmeden tayine geçilmesi uygundur. Aksi taktirde kabı kapatınız.

Açıklama : Bor miktarının tespit edilmesi gereken numunelerin pH'sının konsantre amonyak (4.2) ile 4 ile 6 arasındaki bir pH'ya getirilmeleri gerekir.

8.Tayin

Her elementin tayini, bu elementlere özgü metotlara uygun olan numuneler üzerinden yapılacaktır.

Eğer gerekirse, numunenin içindeki şelatlı ya da kompleks halde bulunan organik maddeleri metot 9.3'e göre uzaklaştırınız. Hatırlatmak gerekir ki atomik absorpsiyon yöntemi ile çalışan spektrofotometre ile yapılan tayinler için böyle bir uzaklaştırma genellikle gereksizdir.

METOT 9.2 SUDA ERİYEN MİKRO ELEMENTLERİN BELİRLENMESİ

1. Amaç

Bu metot, suda eriyen aşağıdaki mikro elementlerin ayrıştırılması için bir yöntem önermektedir : bor, kobalt, bakır demir, mangan, molibden ve çinko. Amaç, yukarıda anılan mikro elementlerin toplam miktarını tespit etmek için mümkün olduğu sürece tek bir numune kullanmaktır.

2. Uygulama alanı

Bu metot, Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelikte verilen ve aşağıda sıralanan bir ya da birden fazla mikro elementi içeren EC gübrelerine uygulanır : bor, kobalt, bakır, demir, mangan, molibden ve çinko. Beyan edilen miktarı % 10'a eşit ya da daha az olan mikro elementlerin tanımlanabilmesi için kullanılır.

3. Prensip

Mikro elementler, $20\pm 2^{\circ}\text{C}$ 'deki sıcaklıktaki su içinde çalkalanan gübrelerden ayrıştırılır.

Not. Numune ampiriktir, nicel olsun olmasın.

4. Reaktifler

4.1.Sulandırılmış hidroklorik asit, yaklaşık olarak 6 M

Bir hacim hidroklorik asit (HCl, yoğunluğu $d_{20} = 1,18$) ve bir hacim su karıştırınız.

5. Aletler

5.1 Dakikada 35-40 dönüşe ayarlı döner çalkalama aleti

5.2 pH-metre

Not. Eğer numune üzerinde borun da tayini amaçlanırsa, borosilikatlı cam ürünler kullanmayınız. Teflon ve silis bu ayrıştırmayı kaynatmak için kullanılabilir. Eğer cam kapların temizlenmesi için bor içeren deterjan kullanılırsa ürünleri çok iyi durulayınız.

6. Numunenin hazırlanması
Metot 1'e bakınız.

7. Metot

7.1. Numunenin alınması

Ürün içinde element olarak beyan edilen miktara göre 2 ile 10 g arasında bir miktar numune tartınız. Aşağıdaki tablo, en son kullanılacak olan bir solüsyon elde etmek için kullanılır ve uygun bir sulandırılma işleminden sonra her metot için uygun olan bir ölçü aralığı bulunur. Numuneler 1 mg yanılma payı ile tartılır.

Gübreinin beyan edilen mikro element muhtevası (%)	<0,01	0,01 -<5	≥ 5-10
Numunenin ağırlığı (g)	10	5	2
Numunedeki element ağırlığı (mg)	1	0,5-250	100-200
Ekstraktın hacmi V (ml)	250	500	500
Ekstrakttaki elementlerin muhtevası (mg/l)	4	1-500	200-400

Numuneyi 250 ml'lik bir şişeye aktarınız.

7.2. Solüsyonun hazırlanması

250 ml'lik bir beher için 200 ml, 500 ml'lik bir beher için 400 ml su ekleyiniz.

Dikkatlice kapatınız. Elle kuvvetlice sallayınız ki ürün iyice karışsın. Şişeyi karıştırıcının üzerine koyunuz. Aleti 30 dakika süresince çalıştırınız.

Hacmi su ile tamamlayınız. Karıştırınız.

7.3. Test Solüsyonunun hazırlanması

Hemen kuru ve temiz bir şişeye süzünüz. Şişeyi kapatınız. Süzmeden hemen sonra tayine geçiniz.

Not. Eğer süzülen madde gittikçe bulanırsa, (7.1 ve 7.2)'yi takip ederek yeniden süzünüz(Ve).

Tam olarak ölçülmüş 5 ml sulandırılmış hidroklorik asit (4.1) içeren ve daha önceden de kurutulmuş olan (W) hacimli, dereceli bir şişe üzerine süzünüz. Derece çizgisine yetişildiği zaman süzme işlemi durdurunuz. Karıştırınız.

Bu şartlarda, sonuçların ifade edilmesinde görülen V değeri :

$$V = V_e \times W / (W - 5)$$

Sonuçların ifade edilmesinde görülen sulandırma işlemleri bu V değeri üzerinde yapılır.

8. Tayin

Her elementin tayini, bu elementlere özgü metotlara uygun olan numuneler üzerinden yapılacaktır.

Eğer varsa, numunenin içindeki şelatlı ya da organik tamamlayıcıları metot 9.3'e göre uzaklaştırınız. Hatırlatmak gerekir ki atomik absorpsiyon yöntemi ile çalışan spektrofotometre ile yapılan tayinler için böyle bir uzaklaştırma genellikle gereksizdir.

METOT 9.3

GÜBRE NUMUNELERİNİN İÇİNDEN ORGANİK BİLEŞİKLERİN UZAKLAŞTIRILMASI

1. Amaç

Bu metot, gübre numunelerinin içindeki organik bileşiklerin uzaklaştırılması için bir yöntem belirlemektedir.

2. Uygulama alanı

Bu metot, Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelik EK I-E'de İz elementli gübelerde öngörüldüğü şekilde toplam veya suda erir içeriği beyan edilen elementlerin bu Yönetmeliğin 9.1 ve 9.2 metotları ile ekstrakte edilen gübre numunelerinin analiz edilmesinde kullanılır.

Not : Az miktarda mevcut olan organik maddeler genellikle, atomik absorpsiyon yöntemi ile çalışan spektrofotometri tanımlamalarını etkilemez.

3. Prensipte

Numunenin içinde mevcut olan organik bileşiklerin hidrojen peroksit tarafından oksidasyonu prensibine dayanır.

4. Reaktifleri

4.1 Sulandırılmış hidroklorik asit solüsyonu, yaklaşık olarak 0,5 M
Bir hacim hidroklorik asit (HCl, $d_{20} = 1,18$) ve 20 hacim su karıştırınız.

4.2 Hidrojen peroksit solüsyonu (% 30 H_2O_2 , d_{20} : 1,11); mikro element içermeyen.

5. Aletler

Ayarlanabilir elektrikli ısıtıcı.

6. Metot

9.1 ya da 9.2 metodu ile elde edilen solüsyondan 25 ml alınız ve 100 ml'lik bir beher içine koyunuz. Eğer 9.2 metodu kullanıldı ise sulandırılmış hidroklorik asit (4.1) solüsyonundan 5 ml ekleyiniz. Daha sonra 5 ml hidrojen peroksit (4.2) ekleyiniz. Göstergeli bir kapak ile kapatınız. Yaklaşık olarak 1 saat boyunca soğuk ortamda oksidasyonun gerçekleştirilmesine izin veriniz. Daha sonra aşamalı olarak kaynama noktasına götürünüz ve yaklaşık olarak ½ saat kaynatınız. Eğer gerekli ise, ılık olan solüsyonun içine yeniden 5 ml hidrojen peroksit ekleyiniz ve organik bileşiklerin yıkımını takip ediniz ve fazla olan hidrojeni kaynama yöntemi ile uzaklaştırınız. Soğumaya bırakınız ve içeriği 50 ml'lik dereceli bir şişeye aktarınız. Hacmi su ile tamamlayınız. Karıştırınız. Eğer gerek görürseniz süzünüz.

Örneklerin alımında ve ürünün mikro elementlerinin yüzdesinin hesaplanmasında yarı yarıya olan bu sulandırma göz önünde bulundurulur.

METOT 9.4

ATOMİK ABSORPSİYON SPEKTROFOTOMETRİ YÖNTEMİ İLE GÜBRE NUMUNELERİNDEKİ MİKRO ELEMENTLERİN TAYİNİ

(GENEL İŞLEM MODU)

1. Amaç

Bu metot, gübre numunelerinin içindeki bazı mikro elementlerin atomik absorpsiyon spektrofotometri yöntemi ile miktarının tayini için genel olarak bir yöntem belirlemektedir.

2. Uygulama alanı

Bu metot, Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelikte öngörüldüğü şekilde toplam veya suda eriyen elementi beyan edilen ve bu Yönetmeliğin 9.1 ve 9.2 metotları ile elde edilen numunelerden mikro elementlerin belirlenmesi için kullanılır.

Değişik mikro elementlerin miktarının bu işlem moduna adaptasyonu, her elementin özel metotlarında belirtilmiştir.

Not. az miktarda mevcut olan organik maddeler genellikle, atomik absorpsiyon yöntemi ile çalışan spektrofotometri tanımlamalarını etkilemez.

3. Prensip

Numuneden istenmeyen kimyasal türleri uzaklaştırmak ya da azaltmak için yapılabilen işlemden sonra, numune, dalga uzunluğu tayini yapılacak elemente ayarlanmış olan spektrofotometrenin en uygun bölgesine cevap verebilecek konsantrasyonda sulandırılır.

4. Reaktifler

4.1 Sulandırılmış hidroklorik asit, yaklaşık olarak 6 M
Bir hacim hidroklorik asit (HCl, $d_{20} = 1,18$) ve bir hacim su

4.2 Sulandırılmış hidroklorik asit, yaklaşık 0,5 M
Bir hacim hidroklorik asit (HCl, $d_{20} = 1,18$) ve 20 hacim su

4.3 lantan tuzu solüsyonu, litrede 10 g La.
Bu reaktif kobalt, demir, mangan ve çinko tayini için kullanılır. Aşağıdaki şekilde gerçekleştirilebilir :

a) hidroklorik asit içinde lantan oksitinerilmesi :
1 litrelik dereceli şişeye, 11,73 g lantanoksit (La_2O_3) süspansiyonu ve 150 ml su koyunuz, daha sonra 120 ml 6 M (4.1) hidroklorik asit ekleyiniz. Eriyinceye kadar bırakınız ve daha sonra 1 litreye su ile tamamlayınız. Karıştırınız. Bu solüsyon yaklaşık olarak 0,5 M hidroklorik asittir.

b) lantan klorürü, lantan sülfatı yada lantan nitrati 1 litrelik dereceli bir şişeye, 26,7 g lantan klorür heptahidrat ($LaCl_3 \cdot 7 H_2O$) ya da 31,2 g lantan nitrat heksahidrat ($La(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$) ya da 26,2 g lantan sülfat nonahidrat ($La_2(SO_4)_3 \cdot 9 H_2O$) 150 ml su içine katınız daha sonra 85 ml 6 M (4.1) hidroklorik asit ekleyiniz, çözülmesine izin veriniz ve daha sonra 1 litreye kadar su ile tamalayınız. Karıştırınız. Bu solüsyon yaklaşık olarak 0,5 M hidroklorik asittir.

4.4 Şahit solüsyonlar
Hazırlanmaları için her mikro elemente has olan tayin metotları dikkate alınacaktır.

5. Aletler

Tayini gerçekleştirilen elementlerin karakteristik çizgilerini gösterebilecek kaynaklarla donatılmış olan atomik absorpsiyon spektrofotometre.

Rahat kullanımı için kimyacı, aleti yapan üreticinin kullanım şartlarına dikkat edecektir ve kullanımına alışık olması gerekir. Gereklik halinde, kullanılmadan önce aletin ince ayar yapılabilecek donanıma müsait olması gerekir (Co ve Zn). Bir elemente has durumlarda aksi belirtilmediği sürece, kullanılan gazlar hava ve asetilendir.

6. Analiz edilecek numunenin hazırlanması

6.1 Tayini yapılacak elementleri solüsyona koyunuz

9.1 veya 9.2 eğer uygunsa 9.3 metotlarına bakınız.

6.2 Numune solüsyonunun hazırlanması

9.1, 9.2 ya da 9.3 metotlarına göre hazırlanan örnekten bir parçayı su veya hidroklorik asit (4.1) ya da (4.2) ile öyle bir sulandırınız ki son haldeki solüsyonun konsantrasyonu kullanılan şahit solüsyon serisine (7.2) yakın bir halde olsun ve hidroklorik asit konsantrasyonu en az 0,5 M olsun ama 2,5 M'yi de geçmesin. Bu işlem bir ya da birden fazla ard arda yapılan sulandırma işlemi gerektirebilir.

Numunenin son haldeki solüsyonundan ml cinsinden hacmi (a) olan bir parça alınız, 100 ml dereceli bir şişeye dökünüz. Demir, kobalt, mangan ve çinko tayini için 10 ml seçilen lantan tuzu (4.3) solüsyonu ekleyiniz. Hacmi, 0,5 M hidroklorik asit (4.2) ile tamamlayınız ve karıştırınız. Bu solüsyon ölçüm için son halini almıştır. Sulandırma faktörü D olsun.

7. Metot

7.1.Boş solüsyonun hazırlanması

Gübre numunesinin alımı hariç ayırıştırma işleminde itibaren bütün prosesi boş bir deneme amacıyla uygulayınız.

7.2.Şahit solüsyonlarının hazırlaması

Her mikro element için tarif edilen metoda göre 100 ml dereceli şişede hazırlanan çalışma numunesinden yola çıkarak, aletin optimum dozaj çalışma bölgesine uygun olan en az 5 yükselme eğiliminde şahit konsantrasyon solüsyonu alınır. Aksi taktirde deneme için sulandırılmış (6.2) olan solüsyona mümkün olduğu kadar yakın konsantrasyonda hidroklorik asit ile sulandırınız. Kobalt, demir, mangan, çinko tayini için 6.2'de kullanılan lantan tuzundan (4.3) 10 ml katınız. Hacmi 0,5 M hidroklorik asit (4.2) solüsyonu ile tamamlayınız ve karıştırınız.

7.3.Ölçümler

Spektrofotometreyi (5) ölçümler için hazırlayınız ve dalga uzunluğunu tayini yapılan elemente has metotta belirtildiği gibi ayarlayınız.Şahit solüsyonu (7.2), deneme numunesini (6.2) ve boş solüsyonu (7.1) üç aşamalı olarak, her püskürtmeden sonra alein saf su ile yıkadığına dikkat ederek püskürtünüz ve sonuçları not ediniz.

Şahit solüsyonlardan (7.2) her biri için spektrofotometre tarafından verilen sonuçların ortalamasını not ederek şahit eğrisini çizin ve apsiste tayini yapılan her elemente denk gelen konsantrasyonları ml'ye mg olarak ifade ediniz.

Bu eğriden yola çıkarak, deneme numuneleri (6.2) ve boş deneme (7.1) ile tayini yapılan elementlerin konsantrasyonlarını belirleyiniz, bu konsantrasyonlar (Xs) ve (Xb) olarak not edilecektir ve ml'de mg olarak ifade edilecektir.

8. Sonuçların ifade edilmesi

Gübre elementi (E) yüzdesi eşittir :

$$\text{Gübre \% E} = [(X_s - X_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Eğer kullanılan metot (9.3) ise :

$$\text{Gübre \% E} = [(X_s - X_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

Burada

E ; yüzde olarak ifade edilen gübre tayin miktarı

Xs ; mg/ml olarak ifade edilen deneme solüsyonu (6.2) konsantrasyonu

Xb ; mg/ml olarak ifade edilen boş deneme solüsyonu (7.1) konsantrasyonu

V ; ml olarak ifade edilen ve 9.1 ya da 9.2 yöntemi ile elde edilen numune hacmi

D ; 6.2 ile gerçekleştirilen sulandırma işlemine denk gelen faktördür.

M ; gram olarak ifade edilen 9.1 ya da 9.2 yöntemi ile elde edilen numune kütlesi

D ; sulandırma faktörü hesabı

Eğer (a₁) (a₂) (a₃).....(a_i) ve (a) birer parça ise ve (V₁) (V₂) (V₃)....(V_i) ve (100) ml olarak ifade edilen ve söz konusu sulandırmalara uyan hacimler ise, D sulandırma faktörü eşittir :

$$D = (V_1/a_1) \times (V_2/a_2) \times (V_3/a_3) \dots (V_i/a_i) \times (100/a)$$

METOT 9.5

GÜBRE NUMUNELERİNDEN BOR TAYİNİ

AZOMETİNE-H SPEKTROFOTOMETRELİ METOT

1. Amaç

Bu metodun amacı, gübre numunelerinin içindeki Bor(B)'un tayini için bir yöntem belirlemektir.

2. Uygulama alanı

Bu metod, Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelikte öngörüldüğü şekilde toplam veya suda eriyen (bor) elementi beyan edilen ve bu Yönetmeliğin 9.1 ve 9.2 metotları ile elde edilen gübre numunelerinin analizlerinde kullanılır.

3. Prensip

Borat iyonu azomethine-H solüsyonu ile sarı bir kompleks oluşturur veya bunun konsantrasyonu da 410 nm moleküle ayarlı olan absorpsiyon spektrofotometri yöntemi ile tayin edilir. İç içe girme eğiliminde olan iyonlar EDTA tarafından kaplanır.

4. Reaktifler

4.1 EDTA tampon solüsyonu

İçinde 300 ml su olan 500 ml dereceli bir şişeye aşağıdakileri ekleyiniz :

-75g amonyum asetat ($\text{NH}_4\text{OOCCH}_3$)

-10 g etilen diamine tetrasetik asidi disodyum tuzu (Na_2EDTA)

-40 ml asetik asit (CH_3COOH , d_{20} : 1,05g/ml)

500 ml'ye su ile tamamlayınız. Dikkatlice karıştırınız. Kabın elektrodu tarafından kontrol edilen solüsyonun pH'sı $4,8 \pm 0,1$ arasında olmak zorundadır.

4.2 Azometin-H solüsyonu

200 ml dereceli bir şişeye :

-10 ml tampon solüsyonu (4.1)

-400 mg azometine-H ($\text{C}_{17}\text{H}_{12}\text{NNaO}_8\text{S}_2$)

-2 g askorbik asit ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$)

Hacmi su ile tamamlayınız ve karıştırınız. Bu reaktiften çok büyük miktarlar hazırlamayınız çünkü sadece birkaç gün kullanılabilir uygunluktur.

Bor şahit solüsyonu

4.3.1. 100 mg/ml bor çalışma solüsyonu

1 000 ml dereceli bir şişeye, su ile 0,5719 g borik asit (H_3BO_3) eritin ve 0,1 mg yanılma payı ile tartınız. 1 000 ml'ye kadar su ile tamamlayınız ve karıştırınız. Plastik bir şişeye aktarınız ve soğutucuda bekletin.

4.3.2. Bor çalışma solüsyonu (10 mg/ ml)

500 ml dereceli bir şişeye ana solüsyondan 50 ml (4.3.1) ekleyiniz. Hacmi su ile tamamlayınız ve karıştırınız.

5. Aletler

Dalga uzunluğu 410 nm'ye ayarlı ve 10 mm optik path' le donatılmış moleküler absorpsiyon için spektrofotometre.

6. Analiz edilecek numunenin hazırlanması

6.1 Borun solüsyon haline getirilmesi. 9.1 veya 9.2 ya da 9.3 metotlarına bakınız.

6.2 Numune solüsyonunun hazırlanması

Numuneden alınan bir parçayı (6.1), (7.2)'ye yakın bor konsantrasyonu elde edene kadar sulandırınız. Ard arda iki sulandırma gerekebilir. Sulandırma faktörü D olsun.

6.3 Düzeltme solüsyonunun hazırlanması

Eğer numune solüsyonu (6.2) renkli ise, uygun bir düzeltme solüsyonu hazırlayınız, bunun için plastik bir şişeye 5 ml numune solüsyonundan (6.2), 5 ml EDTA tampon solüsyonundan (4.1) ve 5 ml su koyunuz. Karıştırınız.

7. Metot

7.1 Boş denemenin hazırlanması

Gübre numune alımı hariç ayrıştırma işleminden itibaren bütün prosesi uygulayarak boş bir kontrol analizi yapınız.

7.2 Şahit solüsyonlarının hazırlanması

100 ml dereceli bir sıra şişelere, 0,5, 10, 15, 20 ve 25 ml şahit çalışma solüsyonundan (4.3.3) koyunuz. 100 ml'ye su ile tamamlayınız ve karıştırınız. Bu solüsyonlar 0 ile 2,5 mg/ml bor içerir.

7.3 Renk gelişimi

Bir sıra plastik şişelere 5 ml şahit solüsyonlarından (7.2), numune solüsyonundan (6.2) ve boş denemeden (7.1) koyunuz.

5 ml tampon EDTA (4.1) solüsyonundan ekleyiniz. 5 ml azomertine-H solüsyonundan (4.2) ekleyiniz.

Karıştırınız ve rengin 2,5 ile 3 saat arasında karanlık ortamda gelişmesine izin veriniz.

7.4 Ölçümler

Solüsyonların absorbansını (7.3) ve belki düzeltme solüsyonunun absorbansını (6.3) 410 nm dalga uzunluğunda referans olarak su kullanarak ölçünüz. Her yeni ölçümünden önce kapları durulayınız.

8. Sonuçların ifade edilmesi

(7.2) Şahit solüsyonların konsantrasyonunu apsiste kullanarak bir şahit eğrisi hazırlayınız ve spektrofotometre tarafından verilen uygun absorbans (7.4) değerlerini sıralayınız.

Şahit eğrisinden yola çıkarak, boş denemenin (7.1) bor (B) konsantrasyonunu, deneme solüsyonun (6.2) bor (B) konsantrasyonunu tayin ediniz ve eğer deneme solüsyonu renkli ise numune solüsyonunun düzeltme konsantrasyonunu. Bu sonuncusunu hesaplamak için, numune solüsyonu (6.2) absorbans değerinden düzeltme solüsyonunun (6.3) absorbans değerini çıkarınız ve düzeltme numunesinin konsantrasyonunun tayin ediniz. Numune solüsyonu (6.2) konsantrasyonu ya da düzeltme numunesi solüsyonunun konsantrasyonu (Xs) olarak not edilir. Boş numune konsantrasyonu (Xb) olarak not edilir.

Gübrenin bor yüzdesi eşittir :

$$\% B = [(Xs - Xb) \times V \times D] / M \times 10^4$$

Eğer kullanılan metot (9.3) ise :

$$\% B = [(Xs - Xb) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

Burada

B ; gübrede ağırlıkça yüzde olarak ifade edilen bor miktarı

Xs ; mg/ml olarak ifade edilen deneme solüsyonu konsantrasyonu (6.2) düzeltmeli ya da düzeltilmesiz

Xb ; mg/ml olarak ifade edilen boş denemenin konsantrasyonu (7.1)

V ; ml olarak ifade edilen ve 9.1 ya da 9.2 yöntemi ile elde edilen numunenin hacmi

D ; 6.2 ile gerçekleştirilen sulandırma işlemine denk gelen faktördür.

M ; gram olarak ifade edilen 9.1 ya da 9.2 yöntemi ile elde edilen numunenin ağırlığı

D ; sulandırma faktörü hesabı

Eğer (a_1) (a_2) ard arda gelen birer parça ise ve (V_1) (V_2) söz konusu sulandırmalara uyan hacimler ise, D sulandırma faktörü eşittir :

$$D = (V_1/a_1) \times (V_2/a_2)$$

METOT 9.6

GÜBRE NUMUNELERİNDEN KOBALT TAYİNİ

ATOMİK ABSORBSİYON SPEKTROFOTOMETRELİ METOT

1.Amaç

Bu metot, gübre numunelerinin içindeki kobalt tayini için bir yöntem belirlemektedir.

2. Uygulama alanı

Bu metot, Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelikte öngörüldüğü şekilde toplam veya suda eriyen (kobalt) elementi beyan edilen ve bu Yönetmeliğin 9.1 ve 9.2 metotları ile elde edilen gübre numunelerinin analizlerinde kullanılır.

3. Prensip

Numunelere uygun sulandırma işleminden sonra, kobalt atomik absorbsiyon spektrofotometri ile tayin edilir.

4. Reaktifler

4.1. hidroklorik asit solüsyonu yaklaşık 6 M, Metot 9.4. (4.1)'e bakınız

4.2. yaklaşık 0,5 M hidroklorik asit solüsyonu, Metot 9.4 (4.2)'e bakınız

4.3. Lalantan tuzu solüsyonu (10 g/l), Metot 9.4 madde(4.3)'e bakınız

4.4. kobalt şahit solüsyonu

4.4.1.kobalt ana solüsyonu (1000 µg/ml)

250 ml'lik bir beher içine 0,1 mg yanılma payı ile tartılan 1 g metal kobaltı 25 ml 6 M hidroklorik asit (4.1) içinde eritiniz. Tamamen eriyene dek elektrikli ısıtıcı üzerinde ısıtınız. İçeriği 1000 ml'lik bir şişeye aktararak soğumaya bırakınız. 1000 ml'ye dek su ile tamamlayınız. Karıştırınız.

4.4.2 kobalt çalışma solüsyonu (100 µg /ml)

100 ml dereceli bir şişeye 10 ml kobalt ana solüsyonundan (4.4.1) koyunuz. Hacmi, 0,5 M hidroklorik asit (4.2) ile tamamlayınız. Karıştırınız.

5. Aletler

Metot 9.4, (5)'de belirtilen atomik absorpsiyon spektrofotometre. Alet kobalta özgü (240,7 nm) iz kaynakları ile donatılmış olmalı. Alet, geçmiş düzeltmeyede izin vermemelidir.

6. Analiz numunesinin hazırlanması

6.1. kobaltın solüsyon haline getirilmesi, 9.1 veya 9.2 ya da 9.3 metotlarına bakınız.

6.2 numune solüsyonunun hazırlanması

9.4 metodunun 6.2 maddesine bakınız. Numune solüsyonu % 10 (v/v) lantan tuzu (4.3) içermesi gerekir.

7. Metot

7.1 Boş solüsyonun hazırlanması

9.4 metodunun (7.1) maddesine bakınız. Boş numune solüsyonu, (6.2)'de kullanılan lantan tuzu solüsyonundan % 10 (v/v)(hacimce) içermesi gerekir.

7.2 Şahit solüsyonlarının hazırlanması , 9.4 metot, (7.2)'ye bakınız.

0 ile 5 mg/ml kobalt arasındaki en uygun dozaj aralığı için, 100 ml dereceli bir sıra şişelere, 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ve 5 ml çalışma solüsyonundan (4.4.2) koyunuz. Gerekli olursa, numune solüsyonuna mümkün olduğunca yakın konsantrasyona sahip olması için hidroklorik asit katınız. Her şişeye 10 ml 6.2'de kullanılan lantan tuzu solüsyonu ekleyiniz. 100 ml'ye dek 0,5 M hidroklorik asit (4.2) ile tamamlayınız. Karıştırınız. Bu solüsyonlar 0, 0,5, 1, 2, 3, 4 ve 5 mg/ml kobalt içerir.

7.3 Ölçümler

Metot 9.4 (7.3)'e bakınız. 240,7 nm dalga uzunluğunda ölçüm yapmak için spektrofotometreyi (5) hazırlayınız.

8. Sonuçların ifade edilmesi, metot 9.4, (8)'e bakınız.

Gübredeki kobalt yüzdesi eşittir :

$$Co \% = [(Xs - Xb) \times V \times D] / M \times 10^4$$

Eğer kullanılan metot (9.3) ise :

$$Co \% = [(Xs - Xb) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

Burada

Co ; gübrede yüzde olarak ifade edilen miktar

Xs ; µg/ml olarak ifade edilen deneme solüsyonu konsantrasyonu (6.2) düzeltmeli ya da düzeltmesiz

Xb ; µg/ml olarak ifade edilen boş denemenin konsantrasyonu (7.1)

V ; ml olarak ifade edilen ve 9.1 ya da 9.2 yöntemi ile elde edilen numunenin hacmi

D ; 6.2 ile gerçekleştirilen sulandırma işlemine denk gelen faktördür.

M ; gram olarak ifade edilen 9.1 ya da 9.2 yöntemi ile elde edilen numunenin ağırlığı

D ; sulandırma faktörü hesabı

Eğer (a₁) (a₂) (a₃)..... (a_i) ve (a) ard arda gelen birer parça ise ve (V₁) (V₂) (V₃) (V_i) ve (100) söz konusu sulandırmalara uyan hacimler ise, D sulandırma faktörü eşittir :

$$D = (V_1/a_1) \times (V_2/a_2) \times (V_3/a_3) \times \dots \times (V_i/a_i) \times (100/a)$$

METOT 9.7

GÜBRE NUMUNELERİNDEN BAKIR TAYİNİ

ATOMİK ABSORBSİYON SPEKTROFOTOMETRELİ METOT

1. Amaç

Bu metot, gübre numunelerinin içindeki bakır tayini için bir yöntem belirlemektedir.

2. Uygulama alanı

Bu metot, Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelik EK I'de öngörüldüğü şekilde toplam (bakır) veya suda eriyen (bakır) elementi beyan edilen ve bu Yönetmeliğin 9.1 ve 9.2 metotları ile elde edilen gübre numunelerinin analizlerinde kullanılır.

3. Prensip

Numunelere uygun sulandırma işleminden sonra, bakır atomik absorbsiyon spektrofotometri ile tayin edilir.

4. Reaktifler

4.1 Yaklaşık 6 M hidroklorik asit solüsyonu, metot 9.4, (4.1)'e bakınız

4.2 Yaklaşık 0,5 M hidroklorik asit solüsyonu, metot 9.4, (4.2)'e bakınız

4.3 Hidrojen peroksit solüsyonu (% 30'luk, H_2O_2 , $d_{20} : 1,11$), mikro elementler hariç

4.4 Bakır şahit solüsyonları

4.4.1. 1000 mg/ml bakır ana solüsyonu

250 ml'lik bir beher içinde 0,1 mg yanılma payı ile tartılan 1 g metal bakır 25 ml 6 M hidroklorik asit (4.1) ile eritiniz ve buraya 5 ml hidrojen peroksit (4.3) ekleyiniz. Tamamen eriyene dek ısıtıcı plaka üzerinde ısıtınız. İçeriği 1000 ml'lik bir şişeye aktararak soğumaya bırakınız. 1000 ml'ye dek su ile tamamlayınız. Karıştırınız.

4.4.2 100 mg/ml bakır çalışma solüsyonu

200 ml dereceli bir şişeye 20 ml bakır ana solüsyonundan (4.4.1) koyunuz. Çözeltiyi 200 ml'ye dek 0,5 M hidroklorik asit (4.2) ile tamamlayınız. Karıştırınız.

5. Aletler

9.4 metot, 5 maddede belirtilen atomik absorbsiyon spektrofotometre. Alet, bakıra özgül (324,8 nm) iz kaynakları ile donatılmış olmalıdır.

6. Numunenin hazırlanması

6.1. Bakırın solüsyon haline getirilmesi, 9.1. veya 9.2 ya da 9.3 metotlarına bakınız.

6.2. Numune solüsyonunun hazırlanması, 9.4 Metodunun 6.2 maddesine bakınız.

7. Metot

7.1.Boş denemenin hazırlanması, 9.4 metodunun 7.1 maddesine bakınız.

7.2 Şahit solüsyon hazırlaması, 9.4 metot, 7.2 maddeye bakınız.

0 ile 5 mg/ml bakır arasındaki en uygun dozaj aralığı için, 100 ml dereceli sıra şişelere, 0, 0,5 , 1, 2, 3, 4 ve 5 ml çalışma solüsyonundan (4.4.2) koyunuz. Gerekli olursa, numune solüsyonuna (6.2) mümkün olduğunca yakın konsantrasyona sahip olması için hidroklorik asit katınız. 100 ml'ye kadar 0,5 M hidroklorik asit (4.2) ile tamamlayınız. Karıştırınız. Bu solüsyonlar 0, 0,5 , 1, 2, 3, 4 ve 5 mg/ml bakır içerir.

7.3 Ölçümler

9.4 metodunun 7.3 maddesine bakınız. 324,8 nm dalga uzunluğunda ölçüm yapmak için spektrofotometreyi (5) hazırlayınız.

8. Sonuçların ifade edilmesi, 9.4 metot, 8 maddeye bakınız.

Gübredeki bakır yüzdesi eşittir :

$$\text{Cu \%} = [(X_s - X_b) \times V \times D] / M \times 10^4$$

Eğer kullanılan metot (9.3) ise :

$$\text{Cu \%} = [(X_s - X_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

Burada

Cu ; gübrede yüzde olarak ifade edilen bakır miktarı

Xs ; µg/ml olarak ifade edilen deneme solüsyonu konsantrasyonu (6.2) düzeltilmeli ya da düzeltilmesiz

Xb ; µg/ml olarak ifade edilen boş denemenin konsantrasyonu (7.1)

V ; ml olarak ifade edilen ve 9.1 ya da 9.2 yöntemi ile elde edilen numunenin hacmi

D ; 6.2 ile gerçekleştirilen sulandırma işlemine denk gelen faktördür.

M ; gram olarak ifade edilen 9.1 ya da 9.2 yöntemi ile elde edilen numunenin ağırlığı

D ; sulandırma faktörü hesabı

Eğer (a₁) (a₂) (a₃)..... (a_i) ve (a) ard arda gelen birer parça ise ve (V₁) (V₂) (V₃) (V_i) ve (100) söz konusu sulandırmalara uyan hacimler ise, D sulandırma faktörü eşittir :

$$D = (V_1/a_1) \times (V_2/a_2) \times (V_3/a_3) \times \dots \times (V_i/a_i) \times (100/a)$$

METOT 9.8

GÜBRE NUMUNELERİNDEN DEMİR TAYİNİ

ATOMİK ABSORBSİYON SPEKTROFOTOMETRELİ METOT

1. Amaç

Bu metot, gübre numunelerinin içindeki demir tayini için bir yöntem belirlemektedir.

2. Uygulama alanı

Bu metot, Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelik EK I'de öngörüldüğü şekilde toplam (demir) veya suda eriyen (demir) elementi beyan edilen ve bu Yönetmeliğin 9.1 ve 9.2 metotları ile elde edilen gübre numunelerinin analizlerinde kullanılır.

3. Prensip

Numunelere uygun sulandırma işleminden sonra, demir atomik absorpsiyon spektrofotometri ile tayin edilir.

4. Reaktifleri

4.1. Yaklaşık 6 M hidroklorik asit solüsyonu, metot 9.4, (4.1)'e bakınız

4.2. Yaklaşık 0,5 M hidroklorik asit solüsyonu, metot 9.4, (4.2)'e bakınız

4.3. Hidrojen peroksit solüsyonu (H₂O₂, d₂₀ : 1,11) % 30, mikro elementler hariç

4.4. Litrede 10 g La, lantan tuzu solüsyonu, 9.4 , (4.3)'e bakınız

4.5 Demir şahit solüsyonu

4.5.1. 1000 mg/ml demir ana solüsyonu

500 ml'lik bir beher içine 0,1 mg yanılma payı ile tartılan 1 g saf demiri 200 ml 6 M hidroklorik asit (4.1) içinde eritiniz ve buraya 15 ml hidrojen peroksidi (4.3) ekleyiniz. Tamamen eriyene dek ısıtıcılı plaka üzerinde ısıtınız. İçeriği 1000 ml'lik bir şişeye aktararak soğumaya bırakınız. Hacmi su ile tamamlayınız. Karıştırınız.

4.5.2 100 mg/ml demir çalışma solüsyonu

200 ml dereceli bir şişeye 20 ml demir ana solüsyonundan (4.5.1) koyunuz. 200 ml'ye dek 0,5 M hidroklorik asit (4.2) ile tamamlayınız. Karıştırınız.

5. Aletler

9.4 metot, 5 maddede belirtilen atomik absorpsiyon spektrofotometre. Alet, demire özgü (248,3 nm) iz kaynakları ile donatılmış olmalı.

6. Numunenin hazırlanması

6.1 Demirin solüsyon haline getirilmesi, 9.1 veya 9.2 ya da 9.3 metotlarına bakınız.

6.2 Numune solüsyonunun hazırlanması, 9.4 metodunun 6.2 maddesine bakınız. Numune solüsyonu % 10 (v/v) lantan tuzu içermek zorundadır.

7. Metot

7.1 Boş denemenin hazırlanması

9.4 metodunun 7.1 maddesine bakınız. Boş deneme solüsyonu, 6.2'de kullanılan % 10 (V/V) lantan tuzu solüsyonu içermek zorundadır.

7.2 Şahit solüsyonunun hazırlanması, 9.4 metot, 7.2 maddeye bakınız.

0 ile 10 mg/ml demir arasındaki en uygun dozaj aralığı için, 100 ml dereceli bir sıra şişelere, 0, 2, 4, 6, 8 ve 10 ml çalışma solüsyonundan (4.5.2) koyunuz. Gerekli olursa, numune solüsyonuna mümkün olduğunca yakın konsantrasyona sahip olması için hidroklorik asit katınız. 6.2'de kullanılan lantan tuzu solüsyonundan 10 ml ekleyiniz. Hacmi 0,5 M hidroklorik asit (4.2) ile tamamlayınız. Karıştırınız. Bu solüsyonlar 0, 2, 4, 6, 8 ve 10 mg/ml demir içerir.

7.3. Ölçümler

9.4 metodunun 7.3 maddesine bakınız. 248,3 nm dalga uzunluğunda ölçüm yapmak için spektrofotometreyi (5) hazırlayınız.

8. Sonuçların ifade edilmesi, 9.4 metot, 8. maddeye bakınız.

Gübredeki demir yüzdesi : $Fe \% = [(X_s - X_b) \times V \times D] / M \times 10^4$

Eğer kullanılan metot (9.3) ise :

$Fe \% = [(X_s - X_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$

Burada

Fe ; gübrede yüzde olarak ifade edilen demir miktarı

Xs ; µg/ml olarak ifade edilen deneme solüsyonu konsantrasyonu (6.2) düzeltilmeli ya da düzeltilmesiz

Xb ; µg/ml olarak ifade edilen boş denemenin konsantrasyonu (7.1)

V ; ml olarak ifade edilen ve 9.1 ya da 9.2 yöntemi ile elde edilen numunenin hacmi

D ; 6.2 ile gerçekleştirilen sulandırma işlemine denk gelen faktördür.

M ; gram olarak ifade edilen 9.1 ya da 9.2 yöntemi ile elde edilen numunenin ağırlığı

D ; sulandırma faktörü hesabı

Eğer (a₁) (a₂) (a₃)..... (a_i) ve (a) ard arda gelen birer parça ise ve (V₁) (V₂) (V₃) (V_i) ve (100) söz konusu sulandırmalara uyan hacimler ise, D sulandırma faktörü eşittir :

$$D = (V_1/a_1) \times (V_2/a_2) \times (V_3/a_3) \times \dots \times (V_i/a_i) \times (100/a)$$

METOT 9.9

GÜBRE NUMUNELERİNDEN MANGAN TAYİNİ

ATOMİK ABSORBSİYON SPEKTROFOTOMETRELİ METOT

1. Amaç

Bu metot, gübre numunelerinin içindeki mangan tayini için bir yöntem belirlemektedir.

2. Uygulama alanı

Bu metot, Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelik EK I öngörüldüğü şekilde toplam (mangan) veya suda eriyen (mangan) elementi beyan edilen ve bu Yönetmeliğin 9.1 ve 9.2 metotları ile elde edilen gübre numunelerinin analizlerinde kullanılır.

3. Prensip

Numunelere uygun sulandırma işleminden sonra, mangan atomik absorbsiyon spektrofotometri ile tayin edilir.

4. Reaktifler

4.1 yaklaşık 6 M hidroklorik asit solüsyonu, metot 9.4 (4.1)'e bakınız

4.2 yaklaşık 0,5 M hidroklorik asit solüsyonu, metot 9.4 (4.2)'e bakınız

4.3 litreye 10 g La, lantan tuzu solüsyonu, metot 9.4 (4.3)'e bakınız

4.4 mangan şahit solüsyonu

4.4.1. 1000 mg/ml mangan ana solüsyonu

250 ml'lik bir beher içinde 0,1 mg yanılma payı ile tartılan 1 g toz manganı 25 ml 6 M hidroklorik asit (4.1) ile eritiniz. Tamamen eriyene dek ısıtıcı plaka üzerinde ısıtınız. İçeriği 1000 ml'lik bir şişeye aktararak soğumaya bırakınız. Hacmi su ile tamamlayınız. Karıştırınız.

4.4.2 100 mg/ml mangan çalışma solüsyonu

200 ml dereceli bir şişede 20 ml mangan ana solüsyonunu (4.4.1) 0,5 M hidroklorik asit (4.2) ile eritiniz. 200 ml'ye dek 0,5 M hidroklorik asit (4.2) ile tamamlayınız. Karıştırınız.

5. Aletler

Metot 9.4'ün 5. maddesinde belirtilen atomik absorpsiyon spektrofotometre. Alet, mangana özgül (279,6 nm) iz kaynakları ile donatılmış olmalı.

6. Numunenin hazırlanması

6.1. manganın solüsyon haline getirilmesi, 9.1 veya 9.2 ya da 9.3 metotlarına bakınız.

6.2. numune solüsyonunun hazırlanması, 9.4 metodunun 6.2 maddesine bakınız. Numune solüsyonu % 10 (V/V) lantan tuzu içermek zorundadır.

7. Metot

7.1 Boş denemenin hazırlanması, 9.4 metodunun 7.1 maddesine bakınız. Boş deneme solüsyonu, 6.2'de kullanılan % 10 (V/V) lantan tuzu içermek zorundadır.

7.2 Şahit solüsyon hazırlaması, 9.4 metot, 7.2 maddeye bakınız.

0 ile 5 mg/ml mangan arasındaki en uygun dozaj aralığı için, 100 ml dereceli bir sıra şişelere, 0, 0,5 , 1, 2, 3, 4 ve 5 ml çalışma solüsyonundan (4.4.2) koyunuz. Gerekli olursa, numune solüsyonuna mümkün olduğunca yakın konsantrasyona sahip olması için hidroklorik asit katınız. 6.2'de kullanılan lantan tuzu solüsyonundan 10 ml ekleyiniz. Hacmi 0,5 M hidroklorik asit (4.2) ile tamamlayınız. Karıştırınız. Bu solüsyonlar 0, 0,5 , 1, 2, 3, 4 ve 5 mg/ml demir içerir.

7.3 Ölçümler

9.4 metodunun 7.3 maddesine bakınız. 279,6 nm dalga uzunluğunda ölçüm yapmak için spektrofotometreyi (5) hazırlayınız.

8. Sonuçların ifade edilmesi

9.4 metot (8). maddeye bakınız.

Gübredeki mangan yüzdesi eşittir :

$$\text{Mn \%} = [(X_s X_b) \times V \times D] / M \times 104$$

Eğer kullanılan metot (9.3) ise :

$$\text{Mn \%} = [(X_s X_b) \times V \times 2D] / (M \times 104)$$

Burada

Mn ; gübrede yüzde olarak ifade edilen mangan miktarı

Xs ; µg/ml olarak ifade edilen deneme solüsyonu konsantrasyonu (6.2) düzeltilmeli ya da düzeltilmesiz

Xb ; µg/ml olarak ifade edilen boş denemenin konsantrasyonu (7.1)

V ; ml olarak ifade edilen ve 9.1 ya da 9.2 yöntemi ile elde edilen numunenin hacmi

D ; 6.2 ile gerçekleştirilen sulandırma işlemine denk gelen faktördür.

M ; gram olarak ifade edilen 9.1 ya da 9.2 yöntemi ile elde edilen numunenin ağırlığı

D ; sulandırma faktörü hesabı

Eğer (a₁) (a₂) (a₃)..... (a_i) ve (a) ard arda gelen birer parça ise ve (V₁) (V₂) (V₃) (V_i) ve (100) söz konusu sulandırmalara uyan hacimler ise, D sulandırma faktörü eşittir :

$$D = (V_1/a_1) \times (V_2/a_2) \times (V_3/a_3) \times \dots \times (V_i/a_i) \times (100/a)$$

METOT 9.10

GÜBRE NUMUNELERİNDEN MOLİBDEN TAYİNİ

BİR KOMPLEKSİN AMONYUM THİOSİNATE SPEKTROFOTOMETRİ METODU

1. Amaç

Bu metot, gübre numunelerinin içindeki molibden tayini için bir yöntem belirlemektedir.

2. Uygulama alanı

Bu metot, Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelikte öngörüldüğü şekilde toplam (molibden) veya suda eriyen (molibden) elementi beyan edilen ve bu Yönetmeliğin 9.1 ve 9.2 metotları ile elde edilen gübre numunelerinin ayrıştırmalarında kullanılır.

3. Prensip

Molibden (V), asitli ortamda SCN iyonları ile birlikte bir kompleks oluşturur. $[\text{MoO}(\text{SCN})_5]^{2-}$. Molibdenli kompleks n-butil asetatı tarafından ayrıştırılır. Demir gibi rahatsızlık verici olan iyonlar sulu aşamada uzaklaştırılır. Sarı- turuncu renk moleküler absorpsiyon spektrofotometri yöntemi ile 470 nm’de tayin edilir.

4. Reaktifleri

4.1. yaklaşık 6 M hidroklorik asit solüsyonu, metot 9.4 (4.1)’e bakınız

4.2. 1,5 M hidroklorik asit ortamında 70 mg/l bakır solüsyonu

1000 ml dereceli bir şişeye, 0,1 mg yanılma payı ile tartılan 275 mg bakır sülfatı ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) ve 250 ml 6 M hidroklorik asit (4.1) ile eritiniz. 1000 ml’ye kadar su ile tamamlayınız ve karıştırınız.

4.3. 50 g/l askorbik asit solüsyonu

1000 ml dereceli bir şişeye su ile beraber 50 g askorbik asit ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$) eritiniz. 1000 ml’ye su ile tamamlayınız, karıştırınız ve soğutucuda saklayınız.

4.4. n-butil asetat

4.5. 0,2 M Amonyum tiyosinat solüsyonu

1000 ml dereceli bir şişeye su ile 15,224 g NH_4SCN eritiniz. 1000 ml’ye kadar su ile tamamlayınız, karıştırınız ve renkli bir şişede saklayınız.

4.6. 2 M Hidroklorik ortamda 50 g/l kalay klorür solüsyonu

Solüsyon tamamen şeffaf olmalı ve kullanılmadan az önce hazırlanmalıdır. Çok saf olan kalay klorür solüsyonu kullanınız aksi takdirde solüsyon şeffaf olmaz.

100 ml solüsyon hazırlamak için 5 g kalay klorür ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 35 ml 6 M hidroklorik asit (4.1) içinde eritiniz. 10 ml bakır solüsyonundan (4.2) ekleyiniz. 100 ml’ye kadar su ile tamamlayınız ve karıştırınız.

4.7. molibden şahit solüsyonu

4.7.1. 500 µg /ml molibden ana solüsyonu

1000 ml'lik bir beher içinde 0,1 mg yanılma payı ile tartılan 0,920 g amonyum molibdat $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 6 M hidroklorik asit (4.1) içinde eritiniz. 1000 ml'yi aynı solüsyon ile tamamlayınız ve karıştırınız.

4.7.2. 25 mg/ml molibden ara solüsyonu

500 ml dereceli bir şişeye 25 ml ana solüsyondan (4.7.1) koyunuz. 500 ml'ye kadar 6 M hidroklorik asit (4.1) ile tamamlayınız ve karıştırınız.

4.7.3. 2,5 µg /ml molibden çalışma solüsyonu

100 ml dereceli bir şişeye 10 ml ara solüsyondan (4.7.2) koyunuz. 100 ml'ye kadar 6 M hidroklorik asit (4.1) ile tamamlayınız ve karıştırınız.

5. Aletler

5.1. moleküler absorbsiyon spektrofotometre 470 nm'ye ayarlı olup optik parkur boyunca 20 nm kaplarla donatılmıştır.

5.2. 200 ya da 250 ml'lik çöktürme hunileri

6. Analiz edilecek numunenin hazırlanması

6.1 Molibden solüsyonunun hazırlanması, 9.1 veya 9.2 ya da 9.3 metotlarına bakınız.

6.2. Test solüsyonunun hazırlanması

6 M hidroklorik asit (4.1) solüsyonu ile numunenin bir parçasını (6.1) yakın bir molibden konsantrasyonu elde edecek şekilde sulandırınız. Sulandırma faktörü D olsun. Son sulandırma solüsyonuna 1 ile 12 mg molibden içeren bir parça (a) katınız ve çöktürme ampulüne (5.2) koyunuz. 50 ml'ye kadar 6 M hidroklorik asit (4.1) ile tamamlayınız.

7. Metot

7.1 Boş solüsyonun hazırlanması

Gübre numunesinin alımı hariç analiz işleminden itibaren bütün prosesi uygulayarak boş bir deneme solüsyonu hazırlayınız.

7.2 Şahit solüsyon serisi için solüsyonların hazırlanması

Aletin optimum cevaplama bölgesine uygun olan ve büyüyen tenörlü en az 6 şahit solüsyondan oluşan bir seri hazırlayınız.

0 ile 12,5 mg molibden aralığı için 0, 1, 2, 3, 4 ve 5 ml çalışma solüsyonu (4.7.3) koyunuz ve çöktürme ampullüne (5.2) aktarınız. 50 ml 6 M hidroklorik asit (4.1) ekleyiniz. Ampuller : 0, 2,5 , 5, 7,5 10 ve 12,5 ml molibden içerir.

7.3 Kompleksin ayrılması ve geliştirilmesi

her bir ampulde (6.2, 7.1 7.2) aşamalı olarak sırasıyla aşağıdakileri ekleyiniz :

-10 ml bakır solüsyon (4.2)

-20 ml askorbik asit solüsyonu (4.3)

Karıştırınız ve 2 ile 3 dakika bekleyiniz. Daha sonra aşağıdakileri ekleyiniz :

-10 ml n-butil asetatı (4.4) tam ölçen bir pipet yardımı ile ekleyiniz.

-20 ml tiosinat solüsyonu (4.5)

Kompleksi organik bir halde iken ayrıştırabilmek için 1 dakika boyunca çalkalayınız ve çökmeye bırakınız; iki halin ayrılmasından sonra sulu hali tamamen ayırınız ve dökünüz. Daha sonra organik hali 10 ml etain klorür (II) (4.6) solüsyonu ile yıkayınız.

Bir dakika boyunca çalkalayınız. Çökmeye bırakınız ve sulu hali tamamen uzaklaştırınız. Organik hali bir deney tüpüne aktarınız, bu olay süspansiyon haldeki su damlalarını toplamak için elverişlidir.

7.4 Ölçümler

Solüsyonların (7.3) absorpsiyonunu 470 nm dalga uzunluğunda, serinin 0 µg/ml molibdenli (7.2) şahit solüsyonlarını referans olarak kullanarak ölçünüz.

8. Sonuçların ifade edilmesi

Şahit solüsyonların (7.2) mg olarak ifade edilen molibden kütlelerini absiste, spektrofotometre tarafından verilen absorbans (7.4) verilerine uygun olan değerlerinin karşılığında belirterek şahit eğrisini hazırlayınız.

Şahit eğrisinden yola çıkarak numune solüsyonundaki (6.2) ve boş denemedeki (7.1) molibden kütlelerini tayin ediniz. Bu kütleler (Xs) (Xb) olarak not edilecektir.

Gübredeki molibden yüzdesi eşittir :

$$Mo \% = [(Xs - Xb) \times V/a \times D] / (M \times 10^4)$$

Eğer kullanılan metot (9.3) ise :

$$Mo \% = [(Xs - Xb) \times V/a \times 2D] / (M \times 10^4)$$

Burada

M ; gübrede yüzde olarak ifade edilen molibden miktarı

a ; son sulandırma solüsyonundan alınan parçanın ml olarak ifade edilen kütlesi

Xs ; deneme solüsyonundaki (6.2) molibdenin mg olarak ifade edilen kütlesi

Xb ; numune parçasının (6.2) (a) kütlesine uygun olan ve mg olarak ifade edilen boş deneme solüsyonundaki (7.1) molibden kütlesi

V ; ml olarak ifade edilen ve 9.1 ya da 9.2 yöntemi ile elde edilen numunenin kütlesi

D ; 6.2 ile gerçekleştirilen sulandırma işlemine denk gelen faktördür.

M ; gram olarak ifade edilen 9.1 ya da 9.2 yöntemi ile elde edilen numune kütlesi

D ; sulandırma faktörü hesabı

Eğer (a₁), (a₂) ard arda gelen birer parça ise ve (V₁), (V₂) söz konusu sulandırmalara uyan hacimler ise, D sulandırma faktörü eşittir :

$$D = (V_1/a_1) \times (V_2/a_2)$$

METOT 9.11

ATOMİK ABSORPSİYON SPEKTROFOTOMETRİ YÖNTEMİ İLE GÜBRE NUMUNELERİNDEKİ ÇİNKO TAYİNİ

1. Amaç

Bu metot, gübre numunelerinin içindeki çinkonun atomik absorpsiyon spektrofotometri yöntemi ile tayinidir.

2. Uygulama alanı

Bu metot, Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelikte öngörüldüğü şekilde toplam (çinko) veya suda eriyen (çinko) elementi beyan edilen ve bu Yönetmeliğin 9.1 ve 9.2 metotları ile elde edilen gübre numunelerinin analizlerinde kullanılır.

3. Prensip

Numunelere uygun sulandırma işleminden sonra çinko atomik absorpsiyon spektrofotometri ile tayin edilir.

4. Reaktifler

4.1 yaklaşık 6 M hidroklorik asit solüsyonu, metot 9.4 (4.1)'e bakınız

4.2 yaklaşık 0,5 M hidroklorik asit solüsyonu, metot 9.4 (4.2)'e bakınız

4.3 litrede 10 g La, lantan tuzu solüsyonu, metot 9.4 (4.3)'e bakınız

4.4 çinko şahit solüsyonu

4.4.1. 1000 µg /ml çinko ana solüsyonu

1000 ml'lik dereceli bir şişe içine 0,1 mg yanılma payı ile tartılan 1 g çinkoyu 25 ml 6 M hidroklorik asit (4.1) içinde eritiniz. Tamamen eridikten sonra 1000 ml'ye dek su ile tamamlayınız. Karıştırınız.

4.4.2 100 mg/ml çinko çalışma solüsyonu

200 ml dereceli bir şişeye 20 ml çinko ana solüsyonunu (4.4.1) 0,5 M hidroklorik asit (4.2) ile sulandırınız. 200 ml'ye kadar 0,5 M hidroklorik asit (4.2) ile tamamlayınız. Karıştırınız.

5. Aletler

9.4 metot, (5)'de belirtilen atomik absorpsiyon spektrofotometre. Alet çinkoya özgü (213,8 nm) iz kaynakları ile donatılmış olmalı. Alet düzeltmelere izin verebilmelidir.

6. Numunenin hazırlanması

6.1 Çinkonun solüsyon haline getirilmesi, 9.1 veya 9.2 ya da 9.3 metotlarına bakınız.

6.2 Numune solüsyonunun hazırlanması, 9.4 metodunun (6.2) maddesine bakınız. Numune solüsyonu % 10 (V/V) lantan tuzu içermesi gerekir.

7. Metot

7.1 Boş denemenin hazırlanması, 9.4 metodunun 7.1 maddesine bakınız. Boş numune solüsyonu, 6.2'de kullanılan lantan tuzu solüsyonundan % 10 (V/V) içermesi gerekir.

7.2 Şahit solüsyon hazırlaması, 9.4 metot, 7.2 maddeye bakınız.

0 ile 5 mg/ml çinko arasındaki en uygun dozaj aralığı için, 100 ml dereceli bir sıra şişelere, 0, 0,5 , 1, 2, 3, 4 ve 5 ml çalışma solüsyonundan (4.4.2) koyunuz. Gerekli olursa, numune solüsyonuna mümkün olduğunca yakın konsantrasyona sahip olması için hidroklorik asit katınız. Her şişeye 10 ml 6.2'de kullanılan lantan tuzu solüsyonu ekleyiniz. 100 ml'ye dek 0,5 M hidroklorik asit (4.2) ile tamamlayınız. Karıştırınız.

Bu solüsyonlar 0, 0,5 , 1, 2, 3, 4 ve 5 mg/ml çinko içerir.

7.3 Ölçümler

9.4 metodunun 7.3 maddesine bakınız. 213,8 nm dalga uzunluğunda ölçüm yapmak için spektrofotometreyi (5) hazırlayınız.

8. Sonuçların ifade edilmesi: 9.4 metot, 8 maddeye bakınız.

Gübredeki çinko yüzdesi eşittir :

$$Zn \% = [(X_s - X_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Eğer kullanılan metot (9.3) ise :

$$Zn \% = [(X_s - X_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

Burada

Zn ; gübrede yüzde olarak ifade edilen çinko miktarı

X_s ; deneme solüsyonundaki (6.2) molibdenin mg olarak ifade edilen kütlesi

X_b ; numune parçasının (6.2) (a) kütlesine uygun olan ve mg olarak ifade edilen boş deneme solüsyonundaki (7.1) molibden kütlesi

V ; ml olarak ifade edilen ve 9.1 ya da 9.2 yöntemi ile elde edilen numunenin kütlesi

D ; 6.2 ile gerçekleştirilen sulandırma işlemine denk gelen faktördür.

M ; gram olarak ifade edilen 9.1 ya da 9.2 yöntemi ile elde edilen numune kütlesi

D ; sulandırma faktörü hesabı

Eğer (a₁), (a₂), (a₃)..... (a_i) ve (a) ard arda gelen birer parça ise ve (V₁), (V₂), (V₃), (V_i) ve (100) söz konusu sulandırmalara uyan hacimler ise, D sulandırma faktörü eşittir :

$$D = (V_1/a_1) \times (V_2/a_2) \times (V_3/a_3) \times \dots \times (V_i/a_i) \times (100/a)$$

METOT 10

MİKTARI % 10'DAN FAZLA OLAN MİKRO ELEMENTLER

METOT 10.1

TOPLAM MİKRO ELEMENTLERİN BELİRLENMESİ

1.Amaç

Bu metot, aşağıdaki mikro elementlerin belirlenmesi için bir yöntem ortaya koymaktadır : toplam bor, toplam kobalt, toplam bakır, toplam demir, toplam manganez, toplam molibden ve toplam çinko. Amaç, yukarıda anılan mikro elementlerin toplam tenörünü tespit etmek için mümkün olduğu sürece tek bir numune kullanmaktır.

2. Uygulama alanı

Bu metot, Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelikte belirtilen ve aşağıda sıralanan bir ya da birden fazla mikro elementi içeren EC gübrelerini kapsar : bor, kobalt, bakır, demir, manganez, molibden ve çinko. Beyan edilen tenörü % 10'dan fazla olan mikro elementlerin tanımlanabilmesi için kullanılır.

3. Prensip

Solüsyon sulandırılmış hidroklorik asit içinde kaynatılır.

Not. Numune ampiriktir ve ürün ile ya da gübrenin başka içerikleri ile tamamlanabilir. Özellikle bazı manganez oksitleri için ayrıştırılan miktarlar, ürünün içinde bulunan toplam manganezden net olarak çok daha düşük olabilirler. Bu metotla belirlenen miktarın, beyan edilen tenöre uygun olup olmadığını kontrol etmek üreticilerin sorumluluğu altındadır.

4. Reaktifler

4.1.Sulandırılmış hidroklorik asit, yaklaşık olarak 6 M

Bir hacim hidroklorik asit ($d_{20} = 1,18$) ve bir hacim su

4.2 konsantre amonyak (NH_4OH , $d_{20} = 0,9\text{g/ml}$)

5. Aletler

5.1 Elektrikli, ayarlanabilir ısıtıcı.

5.2 pH-metre

Not. Eğer numune üzerinde borun da tayini amaçlanırsa, borosilikatlı cam ürünler kullanmayınız. Teflon ve silis bu ayrıştırmayı kaynatmak için kullanılabilir. Eğer cam kapların temizlenmesi için bor içeren deterjan kullanılırsa ürünleri çok iyi durulayınız.

6.Numunenin hazırlanması

Metot 1'e bakınız.

7.Metot

7.1.Numunenin alınması

Ürün içinde element olarak beyan edilen tenöre göre 1 ile 2 g arasında bir miktar numune tartınız. Aşağıdaki tablo, en son kullanılacak olan bir solüsyon elde etmek için kullanılır ve uygun bir sulandırılma işleminden sonra her metot için uygun olan bir ölçü aralığında bulunur. Numuneler 1 mg yanılma payı ile tartılır.

Gübrenin beyan edilen mikro element muhtevası (%)	$>10<25$	≥ 25
Numunenin ağırlığı (g)	2	1
Numunedeki element ağırlığı (mg)	$>200<500$	≥ 250
Ekstraktın hacmi V (ml)	500	500
Ekstrakttaki elementlerin muhtevası (mg/l)	$>400<1000$	≥ 500

Numuneler 250 ml'lik şişelere aktarınız.

7.2.Solüsyonun hazırlanması

Eğer gerekli ise numuneyi biraz su ile nemlendiriniz, azar azar ve dikkatlice işleme konan her bir gübre gramı için 10 ml olarak bir hacim sulandırılmış hidroklorik asit (4.1) ekleyiniz daha sonra 50 ml su katınız. Beheri göstergeli bir kapak ile kapatınız ve karıştırınız. Isıtıcı plaka üzerinde kaynatınız ve kaynatmaya 30 dakika devam ediniz, zaman zaman karıştırarak soğumaya bırakınız. İçeriği 500 ml dereceli bir şişeye aktarınız. Hacmi su ile tamamlayınız. Karıştırınız. Kuru bir filtre ile kuru bir kaba süzünüz. Filtre edilen ilk bölümü dökünüz. Ayrıştırılan bölüm tamamen şeffaf olmalıdır.

Şeffaf olan numune üzerinden vakit kaybetmeden tayine geçilmesi uygundur. Aksi taktirde kabı kapatınız.

Not : bor tenörünün tespit edilmesi gereken numunelerin pH'sının konsantre amonyak (4.2) ile 4 ile 6 arasındaki bir pH'ya getirilmeleri gerekir.

8.Tayin

Her elementin tayini, bu elementlere özgü metotlara uygun olan numuneler üzerinden yapılacaktır.

10.5, 10.6, 10.7, 10.9 ve 10.10 sayılı metotlar şelatlı ya da kompleks halde bulunan elementleri tayin etmede kullanılamaz. Bu durumda, tayinden önce 10.3 metoda başvurmak gerekir.

Atomik absorpsiyon spektrofotometri yöntemi ile yapılan tayinlerde (10.8, ve 10.11 sayılı metotlar) böyle bir işleme gerek kalmaz.

METOT 10.2

SUDA ERIYEN MİKRO ELEMENTLERİN BELİRLENMESİ

1.Amaç

Bu metot, suda eriyen aşağıdaki mikro elementlerin ayrıştırılması için bir yöntem önermektedir : bor, kobalt, demir, mangan, molibden ve çinko. Amaç, yukarıda anılan mikro elementlerin toplam tenörünü tespit etmek için mümkün olduğu sürece tek bir numune kullanmaktır.

2. Uygulama alanı

Bu metot, Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelikte verilen ve aşağıda sıralanan bir ya da birden fazla mikro elementi içeren EC gübrelere uygulanır : bor, kobalt, bakır, demir, mangan, molibden ve çinko. Beyan edilen tenörü % 10'dan fazla olan mikro elementlerin tanımlanabilmesi için kullanılır.

3. Prensip

Elementler, 20±2°C'deki sıcaklıktaki su içinde çalkalanan gübrelere ayrıştırılır.

Not. Numune ampiriktir ve az ya da çok tam olabilir.

4. Reaktifleri

4.1 Sulandırılmış hidroklorik asit, yaklaşık olarak 6 M
Bir hacim hidroklorik asit (HCl, d₂₀ =1,18 g/ml) ve bir hacim su

5. Aletler

5.1 Dakikada 35-40 devirli çalkalama aleti

Not. Eğer numune üzerinde borun da tayini amaçlanırsa, borosilikatlı cam ürünler kullanmayınız. Teflon ve silis bu ayrıştırmayı kaynatmak için kullanılabilir. Eğer cam kapların temizlenmesi için bor içeren deterjan kullanılırsa ürünleri çok iyi durulayınız.

6. Numunenin hazırlanması

Metot 1'e bakınız.

7.Metot

7.1.Numunenin alınması

Ürün içinde element olarak beyan edilen tenöre göre 1 ya da 2 g arasında bir miktar numune tartınız. Aşağıdaki tablo, en son kullanılacak olan bir solüsyon elde etmek için kullanılır ve uygun bir sulandırılma işleminden sonra her metot için uygun olan bir ölçü aralığı bulunur. Numuneler 1 mg yanılma payı ile tartılır.

Gübrenin beyan edilen mikro element muhtevası (%)	>10<25	≥25
Numunenin ağırlığı (g)	2	1
Numunedeki element ağırlığı (mg)	>200<500	≥250
Ekstraktın hacmi V (ml)	500	500
Ekstrakttaki elementlerin muhtevası (mg/l)	>400<1000	≥500

Numuneyi 500 ml'lik bir karıştırma şişesine aktarınız.

7.2.Solüsyonun hazırlanması

400 ml su ekleyiniz.

Dikkatlice kapatınız. Elle kuvvetlice sallayınız ki ürün iyice karışsın. Şişeyi karıştırıcının (5.1) üzerine koyunuz. Aleti 30 dakika süresince çalıştırınız. Hacmi su ile tamamlayınız. Karıştırınız.

7.3.Test Solüsyonun hazırlanması

Hemen kuru ve temiz bir şişeye süzünüz. Şişeyi kapatınız. Süzmeden hemen sonra tayine geçiniz.

Not. Eğer süzülen madde gittikçe bulanırsa, 7.1 ve 7.2'yi takip ederek yeniden süzünüz.

Tam olarak ölçülmüş 5 ml hidroklorik asit (4.1) içeren ve daha önceden de kurutulmuş olan (W) hacimli, dereceli bir şişe üzerine süzünüz. Derece çizgisine yetişildiği zaman süzme işlemini durdurunuz. Karıştırınız.

Bu şartlarda, sonuçların ifade edilmesinde görülen V değeri :

$$V=V_e \times W / (W-5)$$

Sonuçların ifade edilmesinde görülen sulandırma işlemleri bu V değeri üzerinde yapılır.

8.Tayin

Her elementin tayini, bu elementlere özgü metotlara uygun olan numuneler üzerinden yapılacaktır.

10.5, 10.6, 10.7, 10.9 ve 10.10 sayılı metotlar şelatlı ya da kompleks halde bulunan elementleri tayin etmede kullanılamaz. Bu durumda, tayinden önce 10.3 metoda başvurmak gerekir.

Atomik absorbsiyon spektrofotometri yöntemi ile yapılan tayinlerde (10.8, ve 10.11 sayılı metotlar) böyle bir işleme gerek kalmaz.

METOT 10.3 GÜBRE NUMUNELERİNİN İÇİNDEN ORGANİK BİLEŞİKLERİN UZAKLAŞTIRILMASI

1. Amaç

Bu metot, gübre numunelerinin içindeki organik bileşiklerin uzaklaştırılması için bir yöntem belirlemektedir.

2. Uygulama alanı

Bu metot Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelik EK I-E’de İz elementli Gübrelere öngörüldüğü şekilde toplam veya suda eriyen elementi beyan edilen ve bu Yönetmeliğin 10.1 ve 10.2 metotları ile elde edilen numunelerinin ayrıştırılmasında kullanılır.

Not : az miktarda mevcut olan organik maddeler genellikle, atomik absorpsiyon yöntemi ile çalışan spektrofotometri tanımlamalarını etkilemez.

3. Prensip

Numunenin içinde mevcut olan organik bileşiklerin hidrojen peroksit tarafından oksitlenir.

4. Reaktifler

4.1. Sulandırılmış hidroklorik asit, yaklaşık olarak 6 M

Bir hacim hidroklorik asit ($d_{20}=1,18$ g/ml) ve 20 hacim su

4.2 Hidrojen peroksit solüsyonu (% 30 H_2O_2 , d_{20} : 1,11 g/ml); mikro elementler hariç

5. Aletler

Ayarlanabilir ısıtıcı elektrikli ısıtıcı

6. Metot

10.1 ya da 10.2 metodu ile elde edilen solüsyondan 25 ml alınız ve 100 ml’lik bir beher içine koyunuz. Eğer 10.2 metodu kullanıldı ise sulandırılmış hidroklorik asit (4.1) solüsyonundan 5 ml ekleyiniz. Daha sonra 5 ml hidrojen peroksit (4.2) ekleyiniz. Göstergeli bir kapak ile kapatınız. Yaklaşık olarak 1 saat boyunca soğuk ortamda oksidasyonun gerçekleştirilmesine izin veriniz daha sonra aşamalı olarak kaynama noktasına götürünüz ve yaklaşık olarak ½ saat kaynatınız. Eğer gerekli ise, ılık olan solüsyonun içine yeniden 5 ml hidrojen peroksit ekleyiniz ve organik bileşiklerin yıkımını takip ediniz ve fazla olan hidrojeni kaynama yöntemi ile uzaklaştırınız. Soğumaya bırakınız ve içeriği 50 ml’lik dereceli bir şişeye aktarınız. Hacmi su ile tamamlayınız. Karıştırınız. Eğer gerek görürseniz süzünüz.

Örneklerin alımında ve ürünün mikro elementlerinin yüzdesinin hesaplanmasında yarı yarıya olan bu sulandırma göz önünde bulundurulur.

METOT 10.4

ATOMİK ABSORPSİYON SPEKTROFOTOMETRİ YÖNTEMİ İLE GÜBRE NUMUNELERİNDEKİ MİKRO ELEMENTLERİN TAYİNİ

(GENEL METOT)

1.Amaç

Bu metot, gübre numunelerinin içindeki demir ve çinko elementlerinin atomik absorpsiyon spektrofotometri yöntemi ile miktarının tayini için genel olarak bir yöntem belirlemektedir.

2. Uygulama alanı

Bu metot, Tarımda kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelik EK I-E'de öngörüldüğü şekilde toplam veya suda eriyen demir ve çinko elementleri beyan edilen ve bu Yönetmeliğin 10.1 ve 10.2 metotları ile elde edilen numunelerde kullanılır.

Değişik mikro elementlerin miktarının bu işlem moduna adaptasyonu, her elementin özel metotlarında belirtilmiştir.

Not. az miktarda mevcut olan organik maddeler genellikle, atomik absorpsiyon yöntemi ile çalışan spektrofotometri tanımlamalarını etkilemez.

3. Prensiptir

Numuneden istenmeyen kimyasal türleri uzaklaştırmak ya da azaltmak için yapılabilen işlemten sonra, numune, dalga uzunluğu tayini yapılacak elemente ayarlanmış olan spektrofotometrenin en uygun bölgesine cevap verebilecek konsantrasyonda sulandırılır.

4. Reaktifler

4.1.Sulandırılmış hidroklorik asit, yaklaşık olarak 6 M

Bir hacim hidroklorik asit ($d_{20}=1,18$ g/ml) ve bir hacim su

4.2. Sulandırılmış hidroklorik asit, yaklaşık 0,5 M

Bir hacim hidroklorik asit ($d_{20}=1,18$ g/ml) ve 20 hacim su

4.3.Lantan tuzu solüsyonu, litrede 10 g La.

Bu reaktif demir ve çinko tayini için kullanılır. Aşağıdaki şekilde gerçekleştirilebilir :

a)Hidroklorik asit içinde lantan oksit eritilmesi :

1 litrelik dereceli şişeye, 11,73 g lantanoksit (La_2O_3) süspansiyonu ve 150 ml su koyunuz, daha sonra 120 ml 6 M (4.1) hidroklorik asit ekleyiniz. Eriyinceye kadar bırakınız ve daha sonra 1 litreye su ile tamamlayınız. Karıştırınız. Bu solüsyon yaklaşık olarak 0,5 M hidroklorik asittir.

b)Lantan klorürü, lantan sülfatı ya da lantan nitratı,1 litrelik dereceli bir şişede, 26,7 g lantan klorür heptahidrat ($LaCl_3 \cdot 7 H_2O$) ya da 31,2 g lantan nitrat heksahidrat ($La(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$) ya da 26,2 g lantan sülfat nonahidrat ($La_2(SO_4)_3 \cdot 9 H_2O$) 150 ml su içine katınız daha sonra 85 ml 6 M (4.1) hidroklorik asit ekleyiniz ve 1 litreye kadar su ile tamamlayınız. Karıştırınız. Bu solüsyon yaklaşık olarak 0,5 M hidroklorik asittir.

4.4.Şahit solüsyonlar

Hazırlanmaları için her mikro elemente has olan tayin metotları dikkate alınacaktır.

5. Aletler

Tayini gerçekleştirilen elementlerin karakteristik çizgilerini gösterebilecek kaynaklarla donatılmış olan atomik absorpsiyon spektrofotometre.

Rahat kullanımı için kimyacı, aleti yapan üreticinin kullanım şartlarına dikkat edecektir ve kullanımına alışık olması gerekir. Gereklik halinde, kullanılmadan önce alet ince ayar yapılabilecek donanıma müsait olması gerekir (Örneğin Zn). Bir elemente has durumlarda aksi belirtilmediği sürece, kullanılan gazlar hava ve asetilendir.

6. Numunenin hazırlanması

6.1 Tayini yapılacak elementleri solüsyona koyunuz, 10.1 veya 10.2 ya, eğer uygunsa 10.3 metotlarına bakınız.

6.2 Numune solüsyonunun hazırlanması

10.1, 10.2 ya da 10.3 metotlarına göre hazırlanan örnekten bir parçayı su veya hidroklorik asit (4.1) ya da (4.2) ile öyle bir sulandırınız ki son haldeki solüsyonun konsantrasyonu kullanılan şahit numune serisine (7.2) yakın bir halde olsun ve hidroklorik asit konsantrasyonu en az 0,5 M olsun ama 2,5 M'yi de geçmesin. Bu işlem bir ya da birden fazla ardarda yapılan sulandırma işlemi gerektirebilir.

Son haldeki solüsyonu elde etmek için numuneden sulandırılmış bir parça olarak 100 ml dereceli bir şişeye dökünüz. Bu parçanın hacmi (a) ml cinsindendir. Seçilen 10 ml lantan tuzu (4.3) solüsyonu ekleyiniz. Hacmi, 0,5 M hidroklorik asit (4.2) ile tamamlayınız ve karıştırınız. Bu solüsyon ölçüm için son halini almıştır. Sulandırma faktörü D olsun.

7. Metot

7.1. Boş solüsyonun hazırlanması

Gübre numunesinin alımı hariç ayrıştırma işleminden itibaren bütün prosesi uygulayarak boş bir deneme solüsyonu hazırlayınız.

7.2. Şahit solüsyonların hazırlanması

Her mikro element için tarif edilen metoda göre 100 ml dereceli şişede hazırlanan çalışma numunesinden yola çıkarak, aletin optimum dozaj çalışma bölgesine uygun olan en az 5 yükselme eğiliminde şahit konsantrasyon solüsyonu alınır. Aksi taktirde deneme için sulandırılmış (6.2) olan solüsyona mümkün olduğu kadar yakın konsantrasyonda hidroklorik asit ile sulandırınız. Kobalt, demir, manganez, çinko tayini için 6.2’de kullanılan lantan tuzundan (4.3) 10 ml katınız. Hacmi 0,5 M hidroklorik asit (4.2) solüsyonu ile tamamlayınız ve karıştırınız.

7.3. Ölçümler

Spektrofotometreyi (5) ölçümler için hazırlayınız ve dalga uzunluğunu tayini yapılan elemente has metotta belirtildiği gibi ayarlayınız.

Şahit numuneyi (7.2), deneme numunesini (6.2) ve boş solüsyonu (7.1) üç aşamalı olarak, her püskürtmeden sonra aletin saf su ile yıkandığına dikkat ederek püskürtünüz ve sonuçları not ediniz.

Şahit numunelerden (7.2) her biri için spektrofotometre tarafından verilen sonuçların ortalamasını not ederek şahit eğrisini çizin ve apsiste tayini yapılan her elemente denk gelen konsantrasyonları ml’ye mg olarak ifade ediniz.

Bu eğriden yola çıkarak, deneme numuneleri (6.2) ve boş deneme (7.1) ile tayini yapılan elementlerin konsantrasyonlarını belirleyiniz, bu konsantrasyonlar (Xs) ve (Xb) olarak not edilecektir ve ml’ye mg olarak ifade edilecektir.

8. Sonuçların ifade edilmesi

Gübre elementi (E) yüzdesi eşittir :

$$\text{Gübre \% E} = [(X_s - X_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Eğer kullanılan metot (10.3) ise :

$$\text{Gübre \% E} = [(X_s - X_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

Ya da

E ; yüzde olarak ifade edilen gübre tayin miktarı

Xs ; mg/ml olarak ifade edilen deneme solüsyonu (6.2) konsantrasyonu

Xb ; mg/ml olarak ifade edilen boş deneme solüsyonu (7.1) konsantrasyonu

V ; ml olarak ifade edilen ve 10.1 ya da 10.2 yöntemi ile elde edilen numune hacmi

D ; 6.2 ile gerçekleştirilen sulandırma işlemine denk gelen faktördür.

M ; gram olarak ifade edilen 10.1 ya da 10.2 yöntemi ile elde edilen numune kütlesi

D ; sulandırma faktörü hesabı

Eğer (a₁) (a₂) (a₃).....(a_i) ve (a) birer parça ise ve (V₁) (V₂) (V₃)....(V_i) ve (100) ml olarak ifade edilen ve söz konusu sulandırmalara uyan hacimler ise, D sulandırma faktörü eşittir :

$$D = (V_1/a_1) \times (V_2/a_2) \times (V_3/a_3) \times \dots \times (V_i/a_i) \times (100/a)$$

METOT 10.5

ASİDİMETRİK TİTRASYON METODU İLE GÜBRE NUMUNELERİNDEN BOR TAYİNİ

1.Amaç

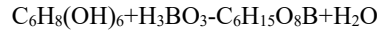
Bu metot, gübre numunelerinin içindeki bor tayini için bir yöntem belirlemektedir.

2. Uygulama alanı

Bu metot, Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelik EK I-E’de öngörüldüğü şekilde toplam veya suda eriyen (bor) elementi beyan edilen ve bu Yönetmeliğin 10.1 ve 10.2 metotları ile elde edilen gübre numunelerinin analizlerinde kullanılır.

3. Prensip

Borat iyonu mannitol ile birlikte bir mannitoborik kompleksini aşağıdaki reaksiyona göre oluşturur :



Kompleks sodyum hidroksit solüsyonu ile 6,3 pH’ya kadar titre edilir.

4. Reaktifler

4.1. Metil kırmızısı ayıraç solüsyonu

100 ml dereceli bir şişeye 0,1 g metil kırmızısını ($C_{15}H_{15}N_3O_2$) % 95’lik 50 ml etanol içinde eritiniz. 100 ml’ye dek su ile tamamlayınız. Karıştırınız.

4.2.Sulandırılmış klorhidrik asit solüsyonu, yaklaşık olarak 0,5 M

1 hacim hidroklorik asit (HCL, d_{20} : 1,18 g/ml) ve 20 hacim su karıştırınız.

4.3.Sodyum hidroksit solüsyonu, yaklaşık olarak 0,5 M.

Karbondioksitsiz olmak zorundadır. 800 ml kaynamış su içeren 1 litre dereceli bir şişeye, tablet halde bulunan 20 g sodyum hidroksit (NaOH) sulandırınız. Solüsyon soğuduğunda, 1000 ml’ye kaynamış su ile tamamlayınız ve karıştırınız.

4.4. Standart sodyum hidroksit solüsyonu, yaklaşık olarak 0,025 M.

Karbondioksitsiz olmak zorundadır. Yaklaşık olarak 0,5 m sodyum hidroksit solüsyonunu (4.3) kaynamış su ile 20 kez sulandırınız ve karıştırınız. Bor (B) değeri tayin dilecektir (paragraf 9)

4.5. 100 mg/ml Bor (B) şahit solüsyonu

1 000 ml dereceli bir şişeye, 0,1 mg yanılma payı ile tartılan 0,5719 g borik asidi (H_3Bo_3) su ile eritiniz. Hacmi su ile tamamlayınız ve karıştırınız. Plastik bir şişeye aktarınız ve soğutucuda bekletiniz.

4.6. Pudra halde D-Mannitol ($C_6H_{14}O_6$)

4.7 . Sodyum klorür (NaCl)

5. Aletler

5.1. Cam elektrotlu pH-metre

5.2. mıknatıslı karıştırıcı

5.3.Teflon kenarlı 400 ml’lik beher.

6. Numunenin hazırlanması

6.1. Borun solüsyon haline getirilmesi, 10.1 veya 10.2 ya da 10.3 metotlarına bakınız.

7. Metot

7.1.Deneme

Numuneden (6.1) 2 ile 4 mg bor (B) içeren bir (a) parça alınız ve 400 ml'lik (5.3) bir behere boşaltınız. 150 ml su ekleyiniz. Renkli (4.1) endikatör solüsyonundan birkaç damla ekleyiniz. Eğer belirleme işlemi 10.2 metodu ile yapılmış ise, renk endikatörü renk değiştirene kadar 0,5 ml (4.2) hidroklorik asit ekleyerek asitleştiriniz ve fazladan 0,5 ml 0,5 M (4.2) hidroklorik asit ekleyiniz. Daha sonra 3 g sodyum klorürü (4.7) ekleyiniz, karbon dioksiti uzaklaştırmak için kanatınız. Soğutmaya bırakınız. Beheri mıknaatıslı karıştırıcının (5.2) üzerine koyunuz ve daha önceden işaretlenmiş olan pH metre (5.1) elektrotlarını uzatınız. Önce 0,5 M sodyum hidroksit ile daha sonra da 0,025 M solüsyonu ile pH'yi tam olarak 6,3'e düzenleyiniz. 20 g D-mannitol (4.6) ekleyiniz, tam olarak eritiniz ve karıştırınız.pH 6,3'e kadar (en az 1 dakika durağan olacak şekilde) 0,025 M (4.4) sodyum hidroksit solüsyonu ile titre ediniz. Gerekli olan hacim X_1 olsun

8. Boş deneme

Gübre hariç, solüsyon haline getirildiğinden itibaren aynı şartlarda boş bir deneme gerçekleştiriniz. Gerekli hacim X_0 olsun.

9. Sodyum hidroksit solüsyonunun (4.4) bor (B) değeri.

Bir pipet yardımı ile şahit numuneden (4.5) 20 ml (2,0 mg Bor olsun) alınız ve 400 ml'lik bir behere boşaltınız, birkaç damla renkli endikatör (4.1) ekleyiniz. Renk endikatörü solüsyonu (4.1) renk değiştirene kadar sodyum klorür (4.7) ve hidroklorik asit solüsyonundan (4.2) 3 g ekleyiniz. Hacmi 150 ml'ye dek tamamlayınız ve karbon dioksiti uzaklaştırmak için kaynatınız. Soğumaya bırakınız. Beheri mıknaatıslı karıştırıcının (5.2) üzerine koyunuz ve pH metre (5.1) elektrotlarını uzatınız. Önce 0,5 M sodyum hidroksit ile daha sonra da 0,025 M solüsyonu ile pH'yi tam olarak 6,3'e düzenleyiniz. 20 g D-mannitol (4.6) ekleyiniz, tam olarak eritiniz ve karıştırınız.pH 6,3'e kadar (en az 1 dakika durağan olacak şekilde) 0,025 M (4.4) sodyum hidroksit solüsyonu ile titre ediniz. Gerekli olan hacim V_1 olsun

Şahit numuneye 20 ml su katarak aynı şekilde boş bir deneme gerçekleştiriniz. Gerekli hacim V_0 olsun.

StandartNaOH (4.4) solüsyondaki (F)'nin (B) bor denkliği aşağıdaki şekildedir :

$$F \text{ (mg/ml)} = 2/(V_1 - V_0)$$

Tam olarak 0,025 M sodyum hidroksit solüsyonunun 1 ml'si 0,27025 mg bora (B) denktir.

10. Sonuçların ifade edilmesi

Gübredeki bor (B) yüzdesi :

$$B \text{ (\%)} = ((X_1 - X_0) \times F \times V) / 10 \times a \times M$$

B gübredeki bor yüzdesi

X_1 ; ml olarak ifade edilen ve denemede kullanılacak olan 0,025 M sodyum hidroksiti solüsyonunun (4.4) hacmi

X_0 ; ml olarak ifade edilen ve boş denemede kullanılan 0,025 M (4.4) sodyum hidroksit solüsyonu hacmi

F ; mg/ml olarak ifade edilen 0,025 M (4.4) sodyum hidroksit solüsyonundaki bor (B) değeri

V ; ml olarak ifade edilen 10.1 ya da 10.2 yöntemi ile elde edilen numune hacmi

a ; ml olarak ifade edilen ve numuneden (6.1) alınan parçanın (7.1) temsili hacmi

M ; gr. olarak ifade edilen ve 10.1 ya da 10.2 yöntemi tarafından kullanılacak olan numunenin ağırlığı.

METOT 10.6

GÜBRE NUMUNELERİNDEN KOBALT TAYİNİ

1-NITROSO– 2-NAPHTOL’lu GRAVİMETRİK METOT

1.Amaç

Bu metot, gübre numunelerinin içindeki kobalt tayini için bir yöntem belirlemektedir.

2. Uygulama alanı

Bu metot Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelik EK I-E’de öngörüldüğü şekilde toplam veya suda eriyen (kobalt) elementi beyan edilen ve bu Yönetmeliğin 10.1 ve 10.2 metotları ile elde edilen gübre numunelerinin analizlerinde kullanılır.

3. Prensip

Kobalt III 1-nitroso-2-naphtol ile beraber kırmızı bir $\text{Co}(\text{C}_{10}\text{H}_6\text{ONO})_3, 2\text{H}_2\text{O}$ çökeltisi verir. Numune uygun şekilde işlem gördükten sonra mevcut olan kobalt, kobalt III haline gelecek şekilde oksitlenir, daha sonra 1-nitroso-2-naphtol solüsyonu ile asetik ortamda çökeltilir. Süzildükten sonra, çökelti yıkanır ve sabit ağırlıklarda kurutulur, daha sonra $\text{Co}(\text{C}_{10}\text{H}_6\text{ONO})_3, 2\text{H}_2\text{O}$ halde tartılır.

4. Reaktifler

4.1 % 30’luk Hidrojen peroksit solüsyonu ($\text{H}_2\text{O}_2, d_{20} = 1,11 \text{ g/ml}$)

4.2 Yaklaşık 2 M sodyum hidroksit solüsyonu.

Tablet haldeki 8 g sodyum hidroksit 100 ml su ile eritiniz.

4.3 yaklaşık 6 M sulandırılmış hidroklorik asit solüsyonu.

Bir hacim hidroklorik asit ($d_{20} = 1,18 \text{ g/ml}$) ile bir hacim su karıştırınız.

4.4 % 99,7 asetik asit ($\text{CH}_3\text{CO}_2\text{H}, d_{20} = 1,05 \text{ g/ml}$)

4.5.Yaklaşık 6 M asetik asit solüsyonu (1:2).

Bir hacim asetik asit (4.4) ile iki hacim su karıştırınız.

4.6.Asetik asit içinde 1-nitroso-2-naphtol solüsyonu. Bir beher içine 4 g 1-nitroso-2-naphtol asetik asit içinde eritiniz. Bir beher içine 4 g 1-nitroso-2-naphtol 100 ml asetik asit (4.4) içinde eritiniz. 100 ml ılık su ekleyiniz. Karıştırınız. Süzünüz. Elde edilen solüsyon hemen kullanılmalıdır.

5. Aletler

5.1. Gözenekliliği 4 olan, 30 ya da 50 ml sıgallı P 16/ISO 4793 süzme potası.

5.2 $130 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ dereceye ayarlanabilir kurutma fırını.

6. Numunenin hazırlanması

6.1 Kobaltın solüsyon haline getirilmesi, 10.1 veya 10.2 metotlarına bakınız.

6.2 Numune solüsyonunun hazırlanması

20 mg Co'tan fazla içermeyen bir parça numuneyi 400 ml'lik bir behere koyunuz. Eğer numune 10.2 yöntemi ile elde edilirse 5 damla hidroklorik asit (4.3) ile asitlendiriniz. Yaklaşık olarak 10 ml hidrojen peroksit solüsyonu (4.1) ekleyiniz. 15 dakika boyunca oksidanın soğukta işlemesine izin veriniz ve yaklaşık olarak 100 ml'ye kadar su ile tamlayınız. Beher üzerine göstergeli bir kapak koyunuz. Yaklaşık olarak 10 dakika kaynatınız. Soğumaya bırakınız. Alkalın ortamda, sodyum hidroksit solüsyonunu (4.2) siyah kobalt hidroksiti çökelinceye kadar damla damla ekleyiniz.

7. Metot

10 ml asetik asit (4.4) ekleyiniz ve su ile birlikte solüsyonu yaklaşık olarak 200 ml'ye tamamlayınız. Kaynamaya başlayıncaya kadar ısıtınız. Bürete, sürekli karıştırarak damla damla 20 ml 1-nitroso-2-naphtol (4.6) solüsyonu katınız. Güçlü bir karıştırma ile bitiriniz ki çökelti pıhtılaşsın. Daha önce dara edilmiş ve potadan taşmamasına dikkat ederek süzgeçli bir pota üzerine (5.1) süzünüz. Bunun için, süzme işlemi süresince çökeltinin üzerine solüsyon akıtmaya dikkat ediniz. Çökeltiyi uzaklaştırmak için beheri sulandırılmış asetik asit (4.5) ile yıkayınız, daha sonra süzgeç üzerinde çökeltiyi sulandırılmış asetik asit (4.5) ile yıkayınız; sonra da 3 kez sıcak su ile yıkayınız. Etüv içinde (5.2) $130 \pm 2^{\circ} \text{C}$ 'de sabit bir ağırlığa kadar kurutunuz

8. Sonuçların ifade edilmesi

$\text{Co}(\text{C}_{10}\text{H}_6\text{ONO})_3, 2\text{H}_2\text{O}$ çökeltisinden 1 mg 0,096381 mg Co'ya denktir.

Gübredeki kobalt (Co) yüzdesi eşittir :

$$\text{Co \%} = X \times 0,0096381 \times (V \times D / a \times M)$$

Burada;

X ; mg olarak ifade edilen çökelti kütlesi.

V ; ml olarak ifade edilen ve 10.1 ya da 10.2 yöntemi ile elde edilen numune hacmi

a ; ml olarak ifade edilen ve son sulandırmadan sonra alınan numune parçası

D ; bu parçanın sulandırma faktörü

M ; gram olarak ifade edilen numune kütlesi

METOT 10.7

TİTRİMETRİK METOT İLE

GÜBRE NUMUNELERİNDEN BAKIR TAYİNİ

1.Amaç

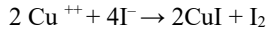
Bu metot, gübre numunelerinin içindeki bakır tayini için bir yöntem belirlemektedir.

2. Uygulama alanı

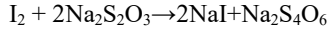
Bu metot, Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelikte öngörüldüğü şekilde toplam (bakır) veya suda eriyen (bakır) elementi beyan edilen ve bu Yönetmeliğin 10.1 ve 10.2 metotları ile elde edilen gübre numunelerinin analizlerinde kullanılır.

3. Prensip

Bakırımsı iyonlar asitli ortamda potasyum iyodür ile azaltılır.



Bu şekilde serbest kalan iyot, Standart sodyum tiyosülfat şahit solüsyonu ile titre edilir.



4. Reaktifleri

4.1. Nitrik asit (HNO_3 , $d_{20}=1,40$ g/ml)

4.2. Üre $[(\text{NH}_2)_2 \text{C=O}]$

4.3. % 10 (w/v) amonyum biflorürlü (NH_4HF_2) sulu solüsyon. Solüsyonu plastik bir kapta saklayınız.

4.4. Amonyum hidroksit solüsyonu(1 + 1)

Bir hacim amonyak (NH_4OH , $d_{20}:0,9$ g/ml) ve bir hacim suyu karıştırınız.

4.5. sodyum tiyosülfat standart solüsyonu.

1000 ml dereceli bir şişeye 7,812 g sodyum pentahidrat thiosülfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) su ile eritiniz. Bu solüsyon bu solüsyon öyle bir hazırlanmalı ki, 1 ml = 2 mg Cu olmalı. Sabitleştirmek için birkaç damla kloroform damlatınız. Solüsyon cam bir kapta ve ışıktan uzakta saklanmak zorundadır.

4.6. Potasyum iyodür (KI)

4.7.potasyum tiosinat (KSCN) solüsyonu (% 25 (w/v)). Bu solüsyonu plastik bir kapta saklayınız.

4.8. 2,5 g Nişastayı. 600 ml'lik bir behere koyunuz. Yaklaşık olarak 500 ml su ekleyiniz. Karıştırarak kaynatınız. Oda sıcaklığında soğutunuz. Solüsyon çok uzun zaman bekletilmemelidir. 10 mg civa klorür ilave edilerek biraz daha korunabilir.

5. Numunenin hazırlanması

5.1 Bakırın solüsyon haline getirilmesi, 10.1 veya 10.2 metotlarına bakınız.

6. Metot

6.1 Deneme solüsyonunun hazırlanması

500 ml'lik bir erlen 20 ile 40 mg Cu'dan az içermeyen bir parça solüsyon koyunuz. Kısa bir kaynama ile olası fazla oksijeni uzaklaştırınız. Hacme yaklaşık olarak 100 ml su katınız. 5 ml nitrik asit (4.1) ekleyiniz ve yaklaşık olarak yarım dakika kaynatınız.

Erleni ısıtıcı aletten çıkarınız ve 3 g üre (4.2) katınız, tekrar kaynatmaya koyunuz ve yaklaşık olarak yarım dakika kaynatınız. Isıtıcıdan çıkarınız ve 200 ml soğuk su ekleyiniz. Aksi takdirde erleni oda sıcaklığında soğutunuz.

Yavaş yavaş biraz amonyak (4.4) mavi bir solüsyon elde edilene kadar ekleyiniz ve daha sonra fazladan 1 ml daha koyunuz.

50 ml amonyum biflorür solüsyonu (4.3) ekleyiniz ve karıştırınız.

10 g potasyum iyodür (4.6) alınız ve solüsyona ekleyiniz.

6.2 Solüsyonun titrasyonu

Erleni mıkmatışlı karıştırıcının üzerine koyunuz. Ucu erlenin içine koyunuz ve karıştırıcının hızını isteğinize göre ayarlayınız.

Solüsyondan serbest kalan kahverengi iyot renginin yoğunluğu azalana kadar bir büret yardımı ile sodyum tiyosülfat şahit numunesini (4.5) dökünüz.

Amidon solüsyonundan 10 ml ekleyiniz (4.8)

Kırmızı renk neredeyse kaybolana kadar sodyum tiyosülfat (4.5) solüsyonu ile titre etmeye devam ediniz.

20 ml potasyum tiosianat solüsyonu (4.7) ekleyiniz ve mavi-mor renk tamamen kaybolana kadar titrasyon işlemine devam ediniz.

Kullanılan tiosülfat solüsyon hacmini kayıt ediniz.

7. Sonuçların ifade edilmesi

1 ml standart sodyum tiosülfat solüsyonu (4.5) 2 mg Cu'a denktir.

Gübredeki bakır yüzdesi eşittir :

$$\text{Cu \%} = X \times (V / a \times M \times 5)$$

X ; ml olarak ifade edilen ve kullanılan sodyum tiosülfat solüsyonunun hacmi

V ; ml olarak ifade edilen ve 10.1 ya da 10.2 yöntemi ile elde edilen numune hacmi

a ; ml olarak ifade edilen ve kullanılan numune parçası hacmi

M ; gram olarak ifade edilen ve 10.1 ya da 10.2 yöntemi ile elde edilen numune kütlesi

METOT 10.8

GÜBRE NUMUNELERİNDEN DEMİR TAYİNİ

ATOMİK ABSORBSİYON SPEKTROFOTOMETRELİ METOT

1.Amaç

Bu metot, gübre numunelerinin içindeki demir tayini için bir yöntem belirlemektedir.

2. Uygulama alanı

Bu metot, Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelikte öngörüldüğü şekilde beyan edilen toplam veya suda çözünür demir elementi ve bu Yönetmeliğin 10.1 ve 10.2 metotları ile elde edilen gübre numunelerinin analizlerinde kullanılır.

3. Prensip

Numunelere uygun sulandırma işleminden sonra, demir atomik absorbsiyon spektrofotometri ile tayin edilir.

4. Reaktifleri

4.1 yaklaşık 6 M hidroklorik asit solüsyonu, 10.4 madde 4.1'e bakınız

4.2 yaklaşık 0,5 M hidroklorik asit solüsyonu ,10.4 madde 4.2'e bakınız

4.3 hidrojen peroksit solüsyonu (% 30'luk H₂O₂, d₂₀ =1,11 g/ml), mikro elementler hariç

4.4 Lantan tuzu solüsyonu (litrede 10 g La), 10.4 madde 4.3'e bakınız

4.5 Demir şahit numunesi

4.5.1. Demir ana solüsyonu ,(1000 µg/ml)

500 ml'lik bir beher içine 0,1 mg yanılma payı ile tartılan 1 g saf demiri 200 ml 6 M hidroklorik asit (4.1) içinde eritiniz ve buraya 15 ml hidrojen peroksidi (4.3) ekleyiniz. Tamamen eriyene dek ısıtıcı plaka üzerinde ısıtınız. İçeriği 1000 ml'lik bir şişeye aktararak soğumaya bırakınız. Hacmi su ile tamamlayınız. Karıştırınız.

4.5.2. Demir çalışma solüsyonu (1000 mg/ml)

200 ml dereceli bir şişeye 20 ml demir ana solüsyonundan (4.5.1) koyunuz. 200 ml'ye dek 0,5 M hidroklorik asit (4.2) ile tamamlayınız. Karıştırınız.

5. Aletler

10.4 metot, 5 maddede belirtilen atomik absorpsiyon spektrofotometre. Alet, demire özgü (248,3 nm) iz kaynakları ile donatılmış olmalı.

6. Numunenin hazırlanması

6.1 Demirin solüsyon haline getirilmesi ,10.1 veya 10.2 ya da 10.3 metotlarına bakınız.

6.2 numune solüsyonunun hazırlanması, 10.4 metodunun 6.2 maddesine bakınız. Numune solüsyonu % 10 (V/V) lantan tuzu içermek zorundadır.

7. Metot

7.1.Boş solüsyonun hazırlanması

10.4 metodunun 7.1 maddesine bakınız. Boş deneme solüsyonu, 6.2'de kullanılan % 10 (v/v) lantan tuzu içermek zorundadır.

7.2 Şahit numunenin hazırlaması, 10.4 metot, 7.2. maddeye bakınız.

0 ile 10 mg/ml demir arasındaki en uygun dozaj aralığı için, 100 ml dereceli bir sıra şişelere, 0, 2, 4, 6, 8 ve 10 ml çalışma solüsyonundan (4.5.2) koyunuz. Gerekli olursa, numune solüsyonuna mümkün olduğunca yakın konsantrasyona sahip olması için hidroklorik asit katınız. 6.2'de kullanılan lantan tuzu solüsyonundan 10 ml ekleyiniz. Hacmi 0,5 M hidroklorik asit (4.2) ile tamamlayınız. Karıştırınız. Bu solüsyonlar 0, 2, 4, 6, 8 ve 10 mg/ml demir içerir.

7.3 Ölçümler

10.4 metodunun 7.3 maddesine bakınız. 248,3 nm dalga uzunluğunda ölçüm yapmak için spektrofotometreyi (5) hazırlayınız.

8. Sonuçların ifade edilmesi

10.4 metot, 8 maddeye bakınız.

Gübredeki demir yüzdesi eşittir :

$$\text{Fe \%} = [(X_s - X_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Eğer kullanılan metot (10.3) ise :

$$\text{Fe \%} = [(X_s - X_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

Ya da

Fe ; gübrede yüzde olarak ifade edilen demir miktarı

Xs ; mg/ml olarak ifade edilen deneme solüsyonu (6.2) solüsyonu konsantrasyonu

Xb ; mg/ml olarak ifade edilen boş deneme solüsyonu (7.1) konsantrasyonu

V ; ml olarak ifade edilen ve 10.1 ya da 10.2 yöntemi ile elde edilen numune hacmi

D ; 6.2 ile gerçekleştirilen sulandırma işlemine denk gelen faktördür.

M ; gram olarak ifade edilen 10.1 ya da 10.2 yöntemi ile elde edilen numune kütlesi

D ; sulandırma faktörü hesabı

Eğer (a₁) (a₂) (a₃)..... (a_i) ve (a) ard arda gelen birer parça ise ve (V₁) (V₂) (V₃) (V_i) ve (100) söz konusu sulandırmalara uyan hacimler ise, D sulandırma faktörü eşittir :

$$D = (V_1/a_1) \times (V_2/a_2) \times (V_3/a_3) \times \dots \times (V_i/a_i) \times (100/a)$$

METOT 10.9

GÜBRE NUMUNELERİNDEN MANGANEZ TAYİNİ

PERMANGANAT TİTRASYONLU METOT

1.Amaç

Bu metot, gübre numunelerinin içindeki manganez tayini için bir yöntem belirlemektedir.

2.Uygulama alanı

Bu metot, Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelikte öngörüldüğü şekilde beyan edilen toplam veya suda çözünür manganın analizlerinde bu Yönetmeliğin 10.1 ve 10.2 metotları ile elde edilen gübre numuneleri kullanılır.

3. Prensip

Eğer numunede klorür iyonları mevcut ise bunlar, numuneye sülfürik asit katarak ve kaynatılarak uzaklaştırılırlar. Manganez, nitrik asit ortamda bismutat sodyum tarafından oksitlenir. Oluşan permanganat fazladan konan demir sülfat tarafından azaltılır. Bu fazlalık potasyum permanganat solüsyonu tarafından titre edilir.

4. Reaktifler

4.1 konsantre sülfürik asit (H₂SO₄, d₂₀ : 1,84 g/ml)

4.2 yaklaşık 9 M sülfürik asit. Bir hacim konsantre sülfürik asit (4.1) ile bir hacim suyu dikkatle karıştırınız.

4.3 3 hacim nitrik asit (HNO₃, d₂₀ :1,40 g/ml) ve 4 hacim su karıştırınız.

4.4 0,3 M nitrik asit. 6 M nitrik asitten 1 hacim ve 19 hacim su karıştırınız.

4.5 % 85 Sodyum bismutat (NaBiO₃)

4.6 Kieselguhr

4.7 15 M ortofosforik asit (H₃PO₄, d₂₀ :1,71 g/ml)

4.8 0,15 M Demir sülfat solüsyonu. 1 000 ml dereceli bir şişede 41,6 g demir sülfat heptahidrat eritiniz (FeSO₄, 7H₂O). Konsantre 25 ml sülfürik asit (4.1) ve 25 ml fosforik asit (4.7) katınız. 1000 ml'ye su ile tamamlayınız. Karıştırınız.

4.9 0,020 M potasyum permanganat solüsyonu. 0,1 mg yanılma payı ile 3,160 g potasyum permanganat (KMnO₄) tartınız. Eritiniz ve 1000 ml'ye kadar su ile tamamlayınız.

4.10 0,1 M gümüş nitrat solüsyonu. 1,7 g gümüş nitratı (AgNO₃) eritiniz ve 100 ml'ye kadar su ile tamlayınız.

5. Aletler

5.1 Gözenekliliği 4 olan, 50 ml sığalı P 16/ISO 4793 süzme potası 500 ml'lik bir süzme aracının üzerine konmuştur.

5.2 Mıknatıslı karıştırıcı.

6. Numunenin hazırlanması

6.1 Manganın solüsyon haline getirilmesi

10.1 veya 10.2 metotlarına bakınız, eğer klorür iyonlarının olup olmadığı bilinmiyorsa bir damla nitrat solüsyonu ile bir test yapınız(4.10)

6.2 Klorür iyonların eksikliğinde 400 ml'lik bir behere 10 ile 20 mg manganer içeren bir parça numune koyunuz. İster buharlama ister su katarak yaklaşık olarak 25 ml'lik bir hacme getiriniz. 2 ml konsantre sülfürik asit (4.1) kayınız.

6.3 Klorür iyonları mevcut ise, aşağıdaki şekilde uzaklaştırmak gerekir.

Yüksek şekilli bir behere 10 ile 20 mg manganer içeren bir parça numune koyunuz. 5 ml 9 M sülfürik asit (4.2) katınız. Bir ocak eteği altında, ısıtıcı plaka üzerinde bolca beyaz dumanlar yükselene kadar kaynatınız. Hacim 2 ml'ye inene kadar kaynatmaya devam ediniz (beherin altında ince şurupumsu bir sıvı katmanı oluşur). Beheri oda sıcaklığında bırakınız. Dikkatle 25 ml su ekleyiniz ve yeniden bir damla gümüş nitratı solüsyonu (4.10) ile klorürlerin eksikliğini kontrol ediniz. Eğer klorür kalırsa, 5 ml 9 M sülfürik asit (4.2) ekledikten sonra işlemi yeniden tekrarlayınız.

7. Metot

Tayin edilecek olan solüsyon içeren 400 ml'lik bir behere, 25 ml 6M nitrik asit (4.3) ve 2,5 g sodyum bismutat (4.5) katınız. Mıknatıslı karıştırıcı (5.2) üzerinde 3 dakika boyunca hızlı karıştırınız. 50 ml 0,3 M nitrik asit (4.4) katarak yeniden karıştırınız. Daha önce dibi kieselguhr (4.6) ile kaplanmış olan bir potaya (5.1) havasız ortamda süzünüz. Renksiz bir süzme elde edene kadar potayı birkaç kez 0,3 M nitrik asit (4.4) ile yıkayınız.

Süzüleni ve yıkama solüsyonunu 500 ml'lik bir behere aktarınız. Karıştırınız ve 0,15 M demirli sülfat solüsyonundan (4,8) 25 ml ekleyiniz. Eğer süzülen madde, demirli sülfat eklendikten sonra sarı bir renk alırsa, 3 ml 15 M ortofosforik asit (4.7) ekleyiniz.

Büret yardımı ile demirli sülfat fazlalığını 0,05 M permanganat potasyum (4.9) yardımı ile 1 dakika boyunca sabit bir pembe renk elde edene kadar titre ediniz.

Numune alımı hariç aynı şartlarda boş bir tayin gerçekleştiriniz.

Not. : okside olan solüsyon kauçuk ile temas etmemeli.

8. Sonuçların ifade edilmesi

1 ml 0,02 M potasyum permanganat solüsyonu 1,099 mg manganerze (Mn) eşittir.

Gübredeki manganer yüzdesi eşittir :

$$\text{Mn \%} = (\text{Xb} - \text{Xs}) \times 0,1099 \times (\text{V/a} \times \text{M})$$

Xb ; ml olarak ifade edilen ve boş denemede kullanılan permanganat hacmi

Xs ; ml olarak ifade edilen ve numune alımında kullanılan permanganat hacmi

V ; ml olarak ifade edilen ve 10.1 ya da 10.2 yöntemi ile elde edilen solüsyon hacmi

a ; ml olarak ifade edilen ve numuneden alınan parçanın hacmi

M ; gram olarak ifade edilen numune kütlesi

GÜBRE NUMUNELERİNDEN MOLİBDEN TAYİNİ
8-HİDROKSİKİNOLEİN ARACILIĞI İLE GRAVİMETRİK METOT

1.Amaç

Bu metot, gübre numunelerinin içindeki molibden tayini için bir yöntem belirlemektedir.

2.Uygulama alanı

Bu metot, Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelikte öngörüldüğü şekilde molibden elementi beyan edilen ve bu Yönetmeliğin 10.1 ve 10.2 metotları ile elde edilen gübre numunelerinin ayırtırmalarında kullanılır.

3. Prensip

Molibden tayini, belirtilen şartlar altında çöktürülen molibden oksinat ile gerçekleştirilir.

4. Reaktifler

4.1 yaklaşık 1 M sülfürik asit solüsyonu.

800 ml su içeren 1 litre dereceli bir şişeye dikkatle 55 ml sülfürik asit (H_2O_4 , $\rho = 1,84$ g/ml) ekleyiniz. Karıştırınız. soğuduktan sonra 1 litreye tamamlayınız. Karıştırınız.

4.2 .Sulandırılmış amonyak solüsyonu (1:3). Bir hacim konsantre amonyak (NH_4OH , $\rho=0,9$ g/ml) ile 3 hacim su karıştırınız.

4.3. Sulandırılmış asetik asit solüsyon (1:3).

Bir hacim % 99,7 konsantre asetik asit (CH_3COOH , $d_{20}=1,049$ g/ml) ile 3 hacim suyu karıştırınız.

4.4. İki sodyumlu etilen diamin tetra asetik asit(EDTA)

100 ml dereceli bir şişeye 5 g Na_2 EDTA su içinde eritiniz. Derece çizgisine kadar getiriniz ve karıştırınız.

4.5. Tampon solüsyonu.

100 ml dereceli bir şişeye 15 ml konsantre asetik asit ile 30 g amonyum asetatı su ile eritiniz. 100 ml'ye tamamlayınız..

4.6. 7 – hidroksikinolein (oksin) solüsyonu.

100 ml dereceli bir şişeye 3 g hidroksikinoleini 5 ml konsantre asetik asit içinde eritiniz. 80 ml su ekleyiniz. Solüsyon bulanana kadar damla damla amonyak solüsyonu (4.2) ekleyiniz, daha sonra solüsyonberrak hale gelene kadar asetik asit (4.3) katınız. 100 ml'ye kadar su ile tamamlayınız.

5. Aletler

5.1 Gözenekliliği 4 olan, 30 ml sıgılı P 16/ISO 4793 süzme potası.

5.2 Cam elektrotlu pH-metre

5.3 130 – 135 °C dereceye ayarlanabilir kurutma fırını.

6. Numunenin hazırlanması

6.1 Molibden solüsyonunun hazırlanması, 10.1 veya 10.2 metotlarına bakınız.

7. Metot

7.1.Deneme solüsyonunun hazırlanması

25 25-100 mg Mo içerecek şekilde numuneden 250 ml'lik dereceli bir behere bir parça koyunuz. 50 ml'ye kadar su ile tamamlayınız.

Bu solüsyonu, damla damla sülfürik asit (4.1) solüsyonu ekleyerek 5'lik bir pH'ye ayarlayın.

15 ml EDTA solüsyonu (4.4), daha sonra 5 ml tampon solüsyonunu ekleyiniz (4.5). Yaklaşık olarak 80 ml'ye kadar su ile tamamlayınız.

7.2 Çökeltinin elde edilmesi ve yıkanması. Çökeltinin elde edilmesi. Solüsyonu hafifçe ısıtınız. Sürekli karıştırarak oksin solüsyonu ekleyiniz (4.6). Rüşup oluşmamaya başlayıncaya kadar çökeltiye devam ediniz. Üstte kalan su solüsyon hafif sarıya dönene kadar reaktif ekleyiniz. 20 ml'lik bir miktar normal olarak yetmesi gerekir. Çökeltiyi 2 ile 3 dakika arası hafifçe ısıtmaya devam ediniz.

Süzme ve yıkama. Pota yardımı ile süzünüz (5.1). 20 ml'lik sıcak su hacimleri ile bir çok kez durulayınız. Durulama suyu aşamalı olarak şeffaf hale gelecektir, bu durum ise oksin yokluğunu gösterir.

7.3 çökeltinin tartılması. Çökeltiyi 130-135 °C'de sabit ağılığa kadar kurutunuz (en azından 1 saat).

Bir kurutma aletinde soğumaya bırakınız daha sonra tartınız.

8. Sonuçların ifade edilmesi

1 mg molibdenil oksinat $\text{MoO}_2 (\text{C}_9\text{H}_6\text{ON})_2$, 0,2305 mg Mo'ya denktir.

Gübredeki molibden yüzdesi eşittir :

$$\text{Mo \%} = X \times 0,02305 \times V \times D / (a \times M)$$

X ; mg olarak ifade edilen molibdenil oksinat çökeltisi kütlesi

V ; ml olarak ifade edilen ve 10.1 ya da 10.2 yöntemi ile elde edilen numune solüsyonu hacmi.

a ; ml olarak ifade edilen ve son sulandırmadan alınan parça hacmi.

D ; bu parçanın sulandırma işleminde kullanılan sulandırma faktörüdür.

M ; gram olarak ifade numune kütlesi

METOT 10.11

ATOMİK ABSORBSİYON SPEKTROFOTOMETRİ YÖNTEMİ İLE GÜBRE NUMUNELERİNDEKİ ÇİNKO TAYİNİ

1.Amaç

Bu metot, gübre numunelerinin içindeki çinkonun atomik absorbsiyon spektrofotometri yöntemi ile tayinini amaçlar.

2. Uygulama alanı

Bu metot, Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelik EK I-E'de öngörüldüğü şekilde beyan edilen toplam veya suda çözünür çinkonun bu Yönetmeliğin 10.1 ve 10.2 metotları ile elde edilen gübre numunelerinin analizlerinde kullanılır.

3. Prensip

Numunelere uygun sulandırma işleminden sonra çinko atomik absorbsiyon spektrofotometri ile tayin edilir.

4. Reaktifleri

4.1 yaklaşık 6 M hidroklorik asit solüsyonu, 10.4 madde 4.1'e bakınız

4.2 yaklaşık 0,5 M hidroklorik asit solüsyonu .10.4 madde 4.2'e bakınız

4.3 Lantan tuzu solüsyonu, litrede 10 g La, 10.4 madde 4.3'e bakınız

4.4 Çinko şahit numunesi

4.4.1. 1000 mg/ml çinko ana solüsyonu

1000 ml'lik dereceli bir şişe içine 0,1 mg yanılma payı ile tartılan 1 g çinkoyu 25 ml 6 M hidroklorik asit (4.1) içinde eritiniz. Tamamen eridikten sonra 1000 ml'ye dek su ile tamamlayınız. Karıştırınız.

4.4.2 100 mg/ml çinko çalışma solüsyonu

200 ml dereceli bir şişeye 20 ml çinko ana solüsyonunu (4.4.1) 0,5 M hidroklorik asit (4.2) ile sulandırınız. 200 ml'ye kadar 0,5 M hidroklorik asit (4.2) ile tamamlayınız. Karıştırınız.

5. Aletler

10.4 metot, 5'inci maddede belirtilen atomik absorpsiyon spektrofotometre. Alet çinkoya özgü (213,8 nm) iz kaynakları ile donatılmış olmalı. Alet, alev düzelticisi ile de donatılmış olmalıdır.

6. Numunenin hazırlanması

6.1 Çinkonun solüsyon haline getirilmesi, 10.1 veya 10.2 metotlarına bakınız.

6.2 Numune solüsyonunun hazırlanması

10.4 metodunun 6.2 maddesine bakınız. Numune solüsyonu % 10 (V/V) lantan tuzu içermesi gerekir.

7. Metot

7.1 Boş denemenin hazırlanması

10.4 metodunun 7.1 maddesine bakınız. Boş numune solüsyonu, 6.2'de kullanılan lantan tuzu solüsyonundan % 10 (v/v) içermesi gerekir.

7.2 Şahit deneme hazırlaması

10.4 metot, 7.2 maddeye bakınız.

0 ile 5 mg/ml çinko arasındaki en uygun dozaj aralığı için, 100 ml dereceli bir sıra şişelere, 0, 0,5 , 1, 2, 3, 4 ve 5 ml çalışma solüsyonundan (4.4.2) koyunuz. Gerekli olursa, numune solüsyonuna mümkün olduğunca yakın konsantrasyona sahip olması için hidroklorik asit katınız. Her şişeye 10 ml 6.2'de kullanılan lantan tuzu solüsyonu ekleyiniz. 100 ml'ye dek 0,5 M hidroklorik asit (4.2) ile tamamlayınız. Karıştırınız.

Bu solüsyonlar 0, 0,5 , 1, 2, 3, 4 ve 5 mg/ml çinko içerir.

7.3 Ölçümler

10.4 metodunun 7.3 maddesine bakınız. 213,8 nm dalga uzunluğunda ölçüm yapmak için spektrofotometreyi (5) hazırlayınız.

8. Sonuçların ifade edilmesi

10.4 metot, 8 maddeye bakınız.

Gübredeki çinko yüzdesi eşittir :

$$\text{Zn \%} = [(X_s - X_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Eğer kullanılan metot (10.3.) ise :

$$\text{Zn \%} = [(X_s - X_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

Ya da

Zn ; gübrede yüzde olarak ifade edilen çinko miktarı

Xs ; mg/ml olarak ifade edilen deneme solüsyonunun (6.2) konsantrasyonu

Xb ; mg/ml olarak ifade edilen boş deneme solüsyonu (7.1) konsantrasyonu

V ; ml olarak ifade edilen ve 10.1 ya da 10.2 yöntemi ile elde edilen numune hacmi

D ; 6.2 ile gerçekleştirilen sulandırma işlemine denk gelen faktördür.

M ; gram olarak ifade edilen 9.1 ya da 9.2 yöntemi ile elde edilen numune kütlesi

D ; sulandırma faktörü hesabı

Eğer (a₁), (a₂), (a₃)..... (a_i) ve (a) ard arda gelen birer parça ise ve (V₁), (V₂), (V₃), (V_i) ve (100) söz konusu sulandırmalara uyan hacimler ise, D sulandırma faktörü eşittir :

$$D = (V_1/a_1) \times (V_2/a_2) \times (V_3/a_3) \times \dots \times (V_i/a_i) \times (100/a)$$

METOT 11

ŞELATLAMA MADDELERİ

Metot 11.1- Şelatlı Mikro Bitki Besin Maddesi Muhtevasının ve Mikro Bitki Besin Maddelerinin Şelatlı Kısımlarının Tayini

EN 13366:Gübreler-Şelatlı Mikro Bitki Besin Maddesi Muhtevasının ve Mikro Bitki Besin Maddelerinin Şelatlı Kısımlarının Katyon Değişim Reçinesi Muamelesiyle Tayini

Bu metot ring-test'e tabii tutulmuştur.

METOT 11.2

EDTA, HEDTA VE DTPA TAYİNİ

EN 13368-1:Gübreler-Gübrelerdeki şelatlama maddelerinin iyon kromatografi yöntemi ile tayini
Bölüm 1: EDTA, HEDTA ve DTPA

Bu metot ring-test'e tabii tutulmuştur

METOT 11.3

o,o EDDHA VE O,O EDDHMA İLE ŞELATLANMIŞ DEMİR'İN TAYİNİ

EN 13368-2: 2007 Gübeler- Gübrelerdeki şelatlama maddelerinin kromatografi yöntemi ile tayini – Bölüm 2: o,o EDDHA ve o,o EDDHMA ile şelatlanmış Demir(Fe)'in çift iyon - kromatografi ile tayini

Bu metot ring-test'e tabii tutulmuştur.

METOT 11.4

EDDHA İLE ŞELATLANMIŞ DEMİR'İN TAYİNİ

EN 15451: Gübeler- şelatlama maddelerinin tayini – EDDHA ile şelatlanmış Demir(Fe)'in çift iyon -kromatografi ile tayini

Bu metot ring-test'e tabii tutulmuştur.

METOT 11.5

o,p EDDHA İLE ŞELATLANMIŞ DEMİR'İN TAYİNİ.

EN 15452:Gübreler-Şelatlama maddelerinin tayini-o,p EDDHA ile şelatlı Demir'in Ters Fazlı HPLC ile Tayini

Bu Metot ring-test'e tabii tutulmuştur.

METOT 12

NİTRİFİKASYON VE ÜREAZ İNHİBİTÖRLERİ

METOT 12.1

DİSİYANAMİD TAYİNİ

EN 15360: Gübeler- Diciyanamid tayini – Yüksek performanslı likid kromatografi (HPLC) Metodu kullanarak

Bu metod ring-test'e tabii tutulmuştur.

METOT 12.2

NBPT TAYİNİ

EN 15688: Gübeler- Üreaz inhibitör N-(n-bütıl) tiyofosforik triamid (NBPT)'nin Yüksek performanslı likid kromatografi (HPLC) kullanarak tayini

Bu metod ring-test'e tabii tutulmuştur.

METOT 13

AĞIR METALLER

METOT 13.1

KADMIYUM MUHTEVASININ TAYİNİ

EN 14888: Gübreler ve kireçleme maddeleri- Kadmiyum muhtevasının tayini

Bu metod ring-test'e tabii tutulmuştur.

METOT 14

KARBONDİOKSİT

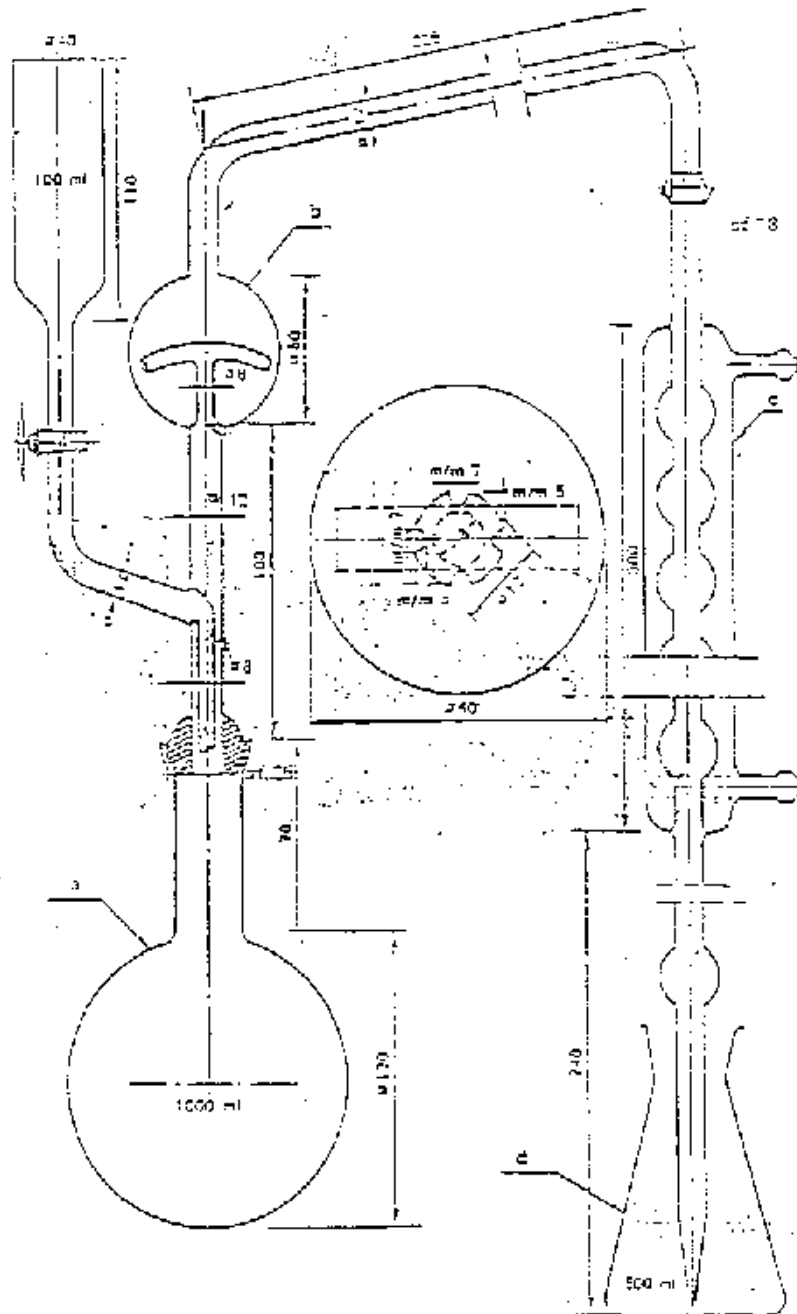
METOT 14.1

KARBONDİOKSİTİN TAYİNİ- BÖLÜM 1: KATI GÜBRELER İÇİN METOT

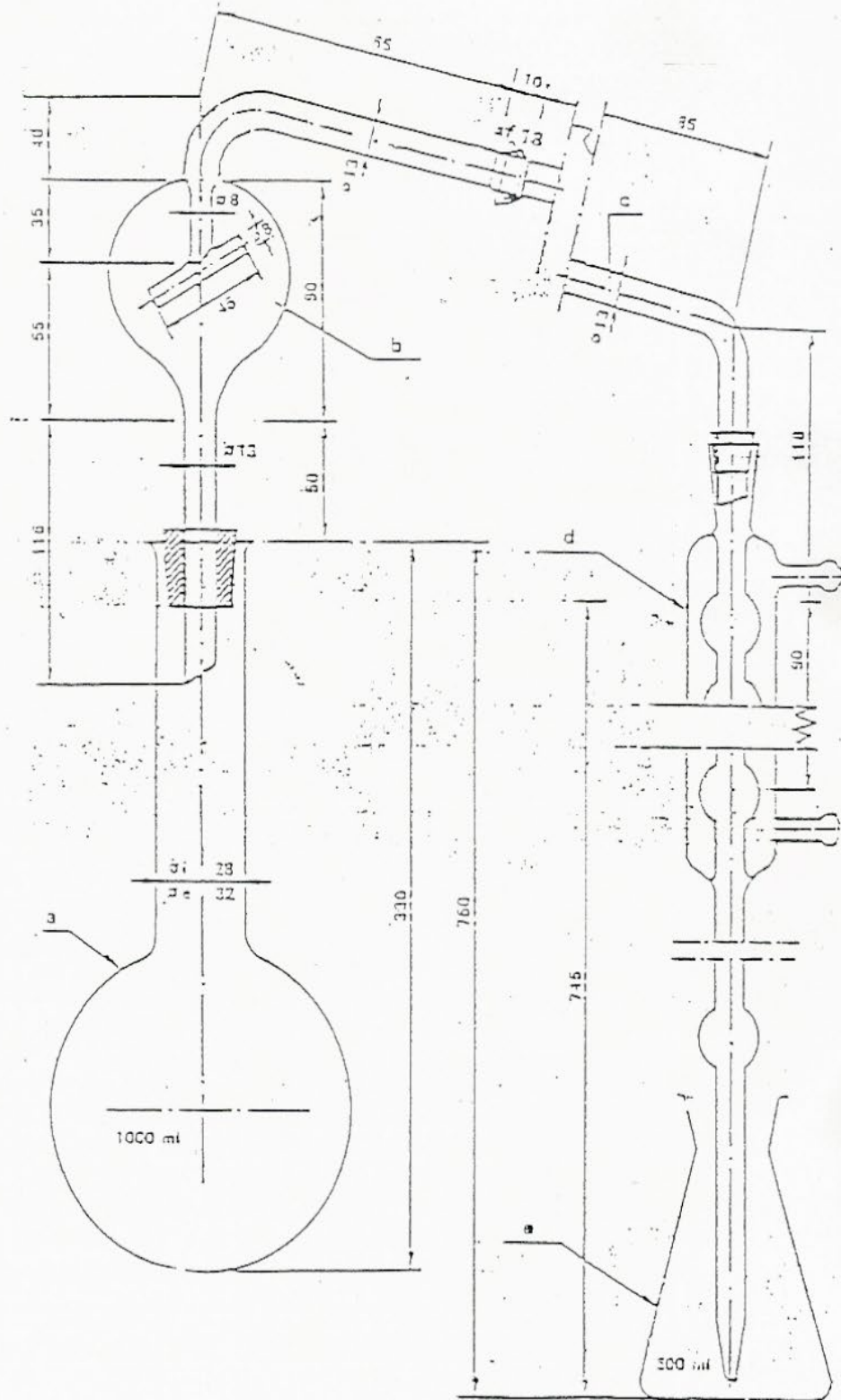
EN 14397-1:Gübreler ve kireçli materyaller. Karbondioksitin tayini. Bölüm 1: Katı gübreler için metot.

Bu metot ring-test'e tabii tutulmuştur.

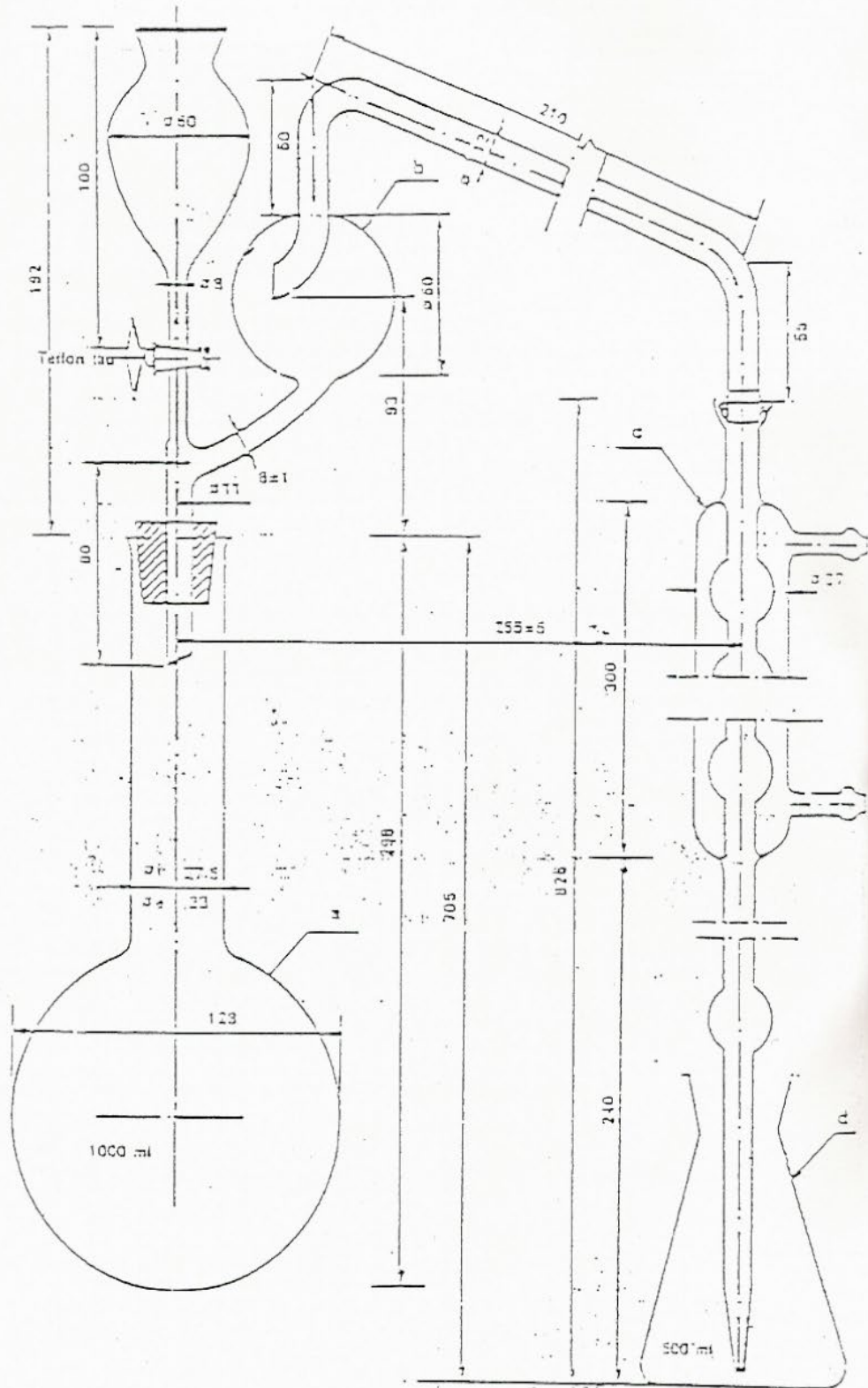
Şekil 2.



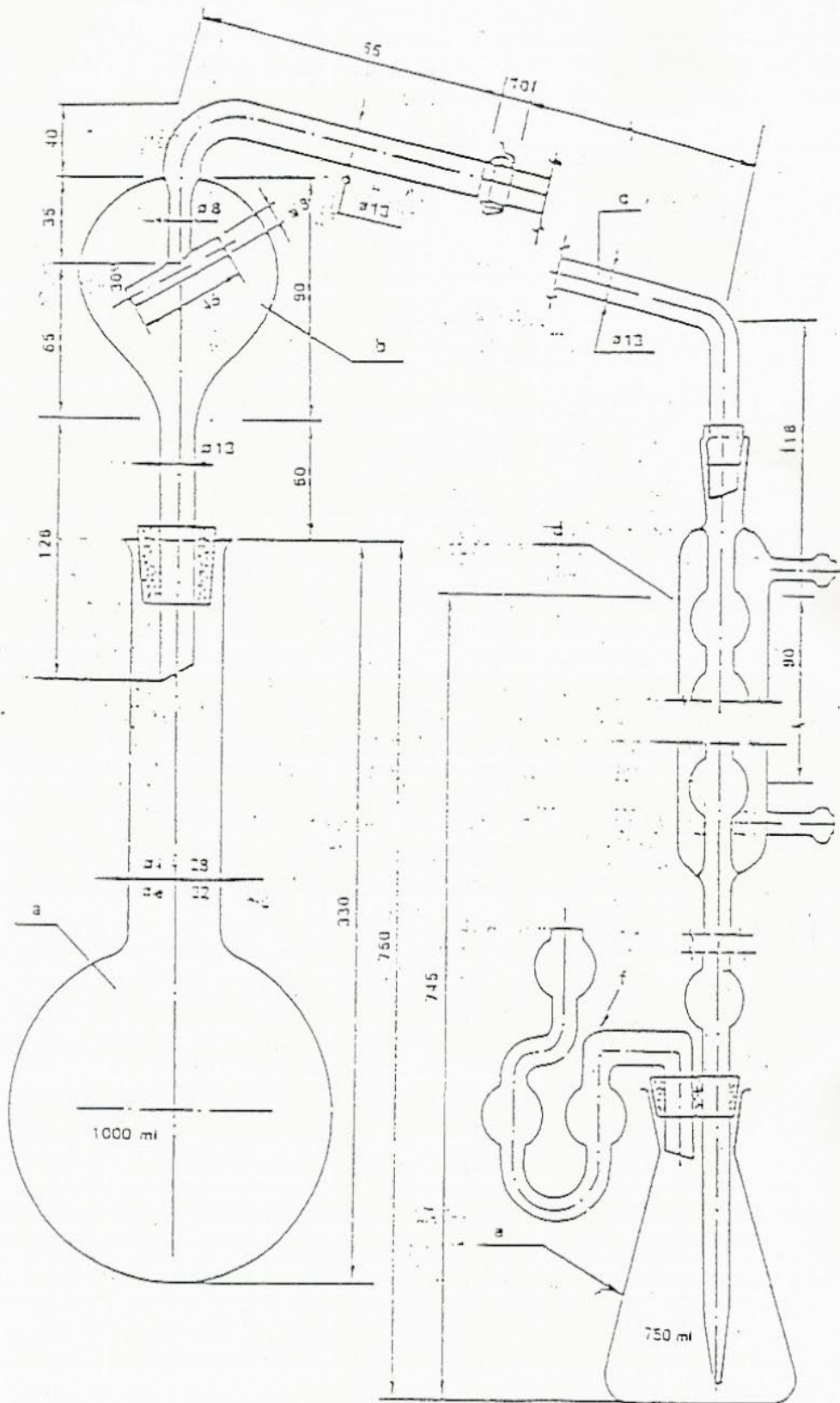
Şekil 3.

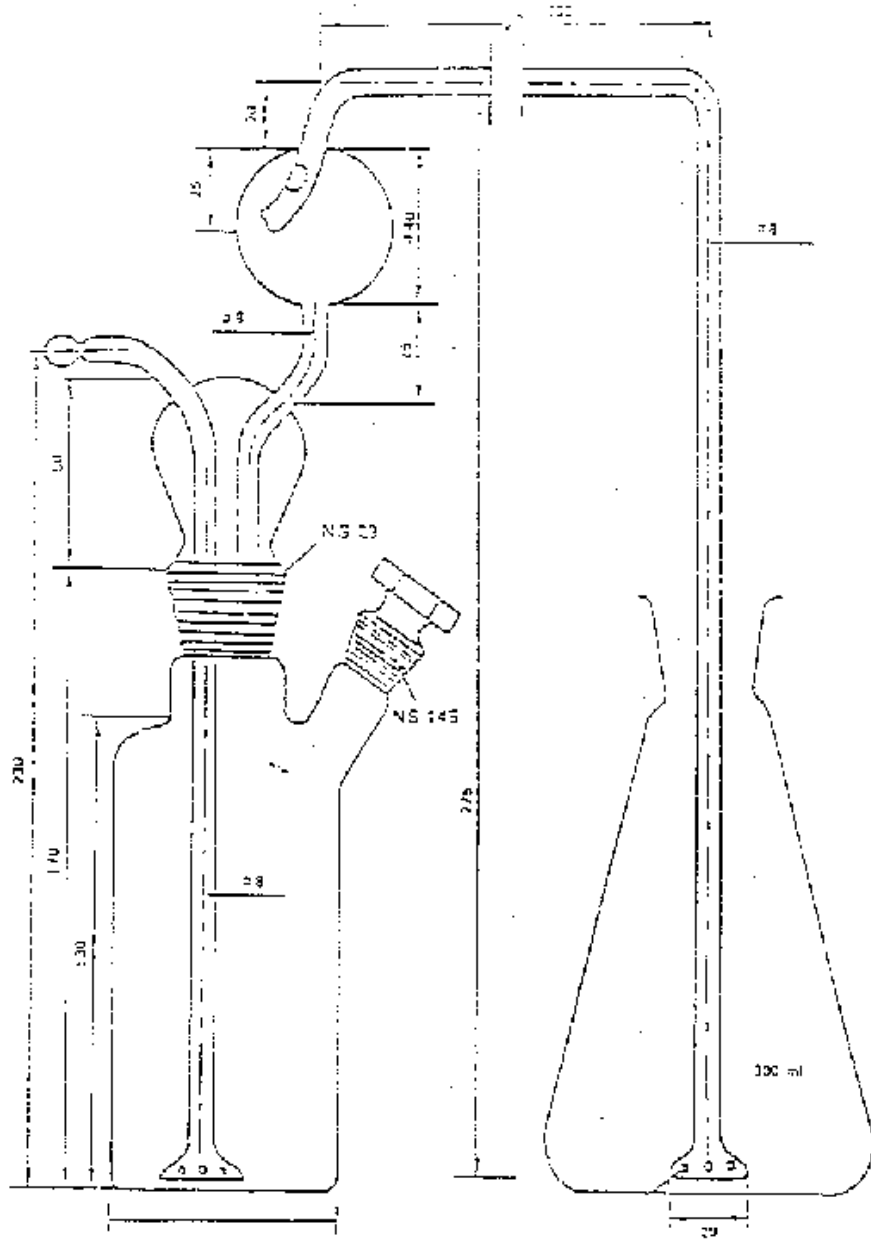


Şekil 4.



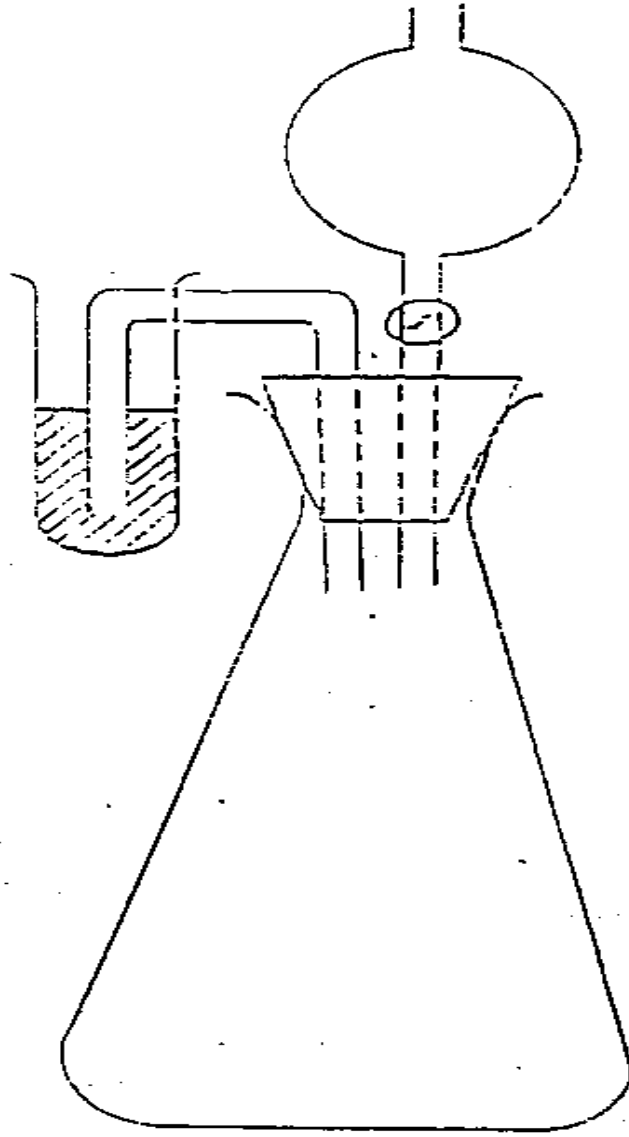
Şekil 5.





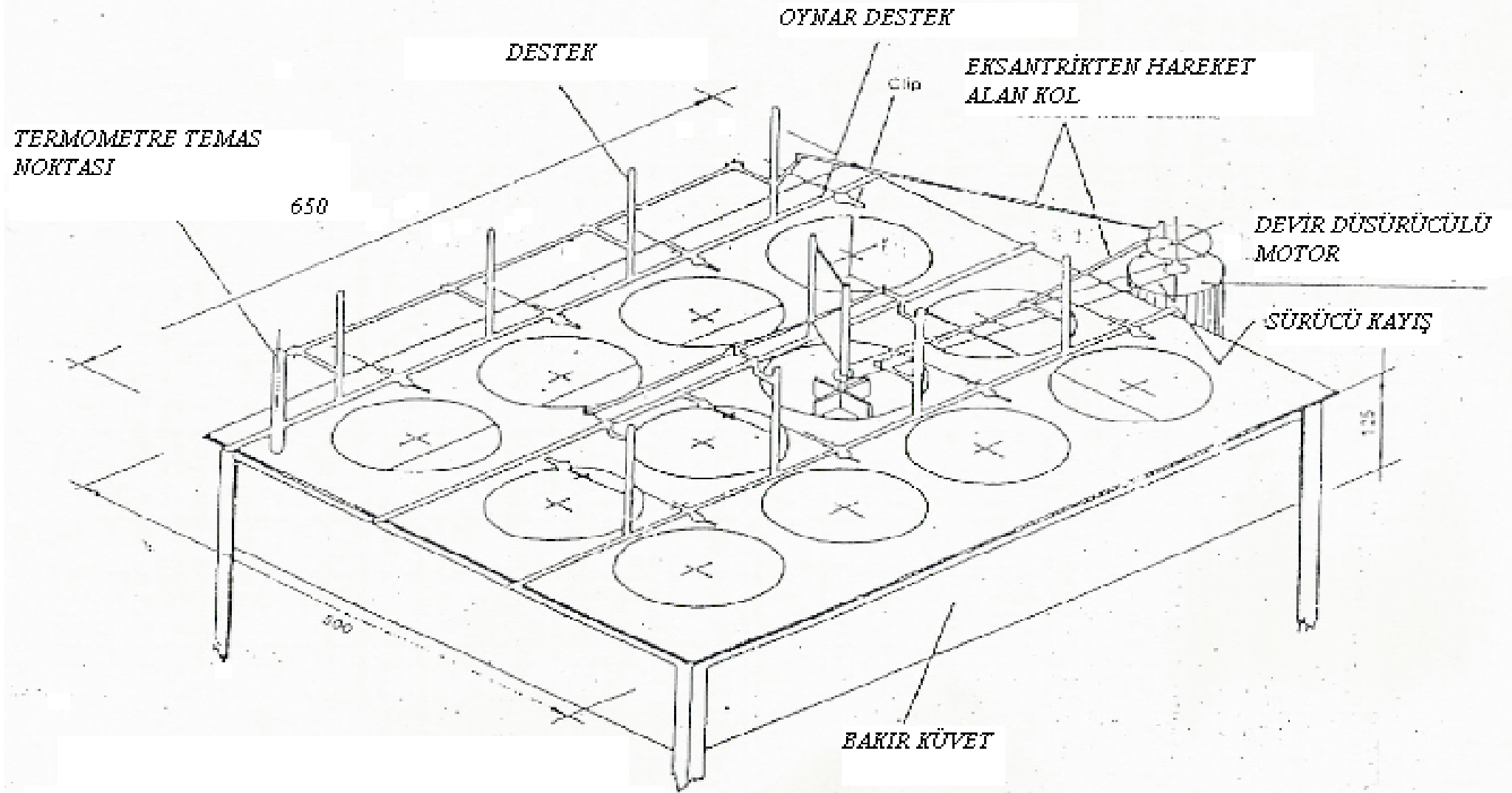
Şekil 6.

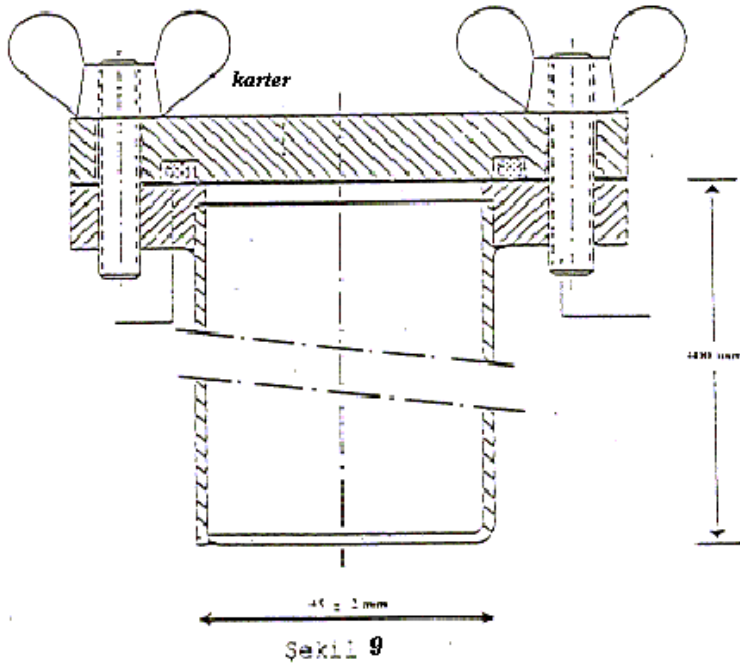
Amonyak azotu sapınnası aletı
(7.2.5.3.)



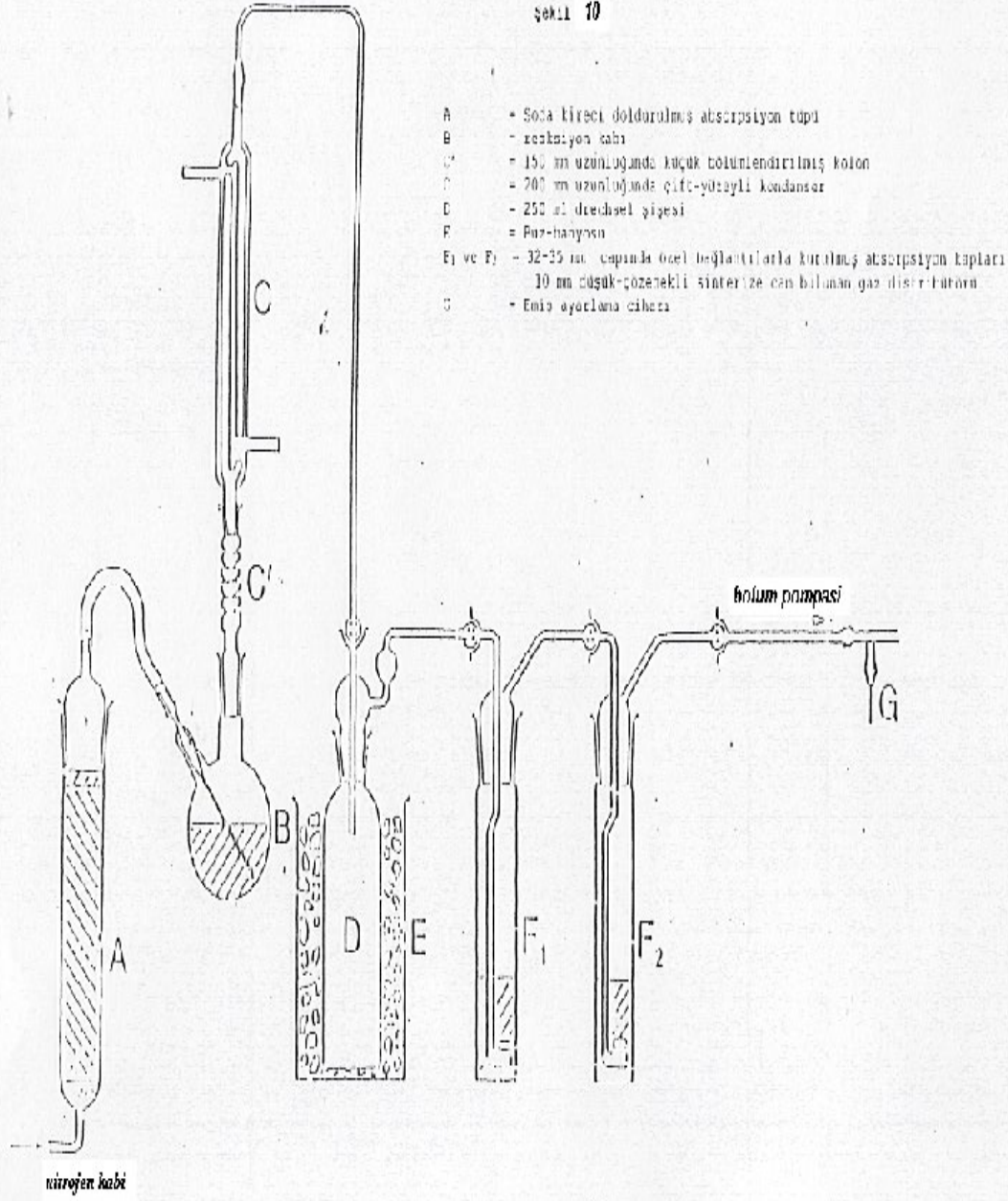
Şekil 7.

Üre azotu saptanması aleti
(7.2.6.1.)



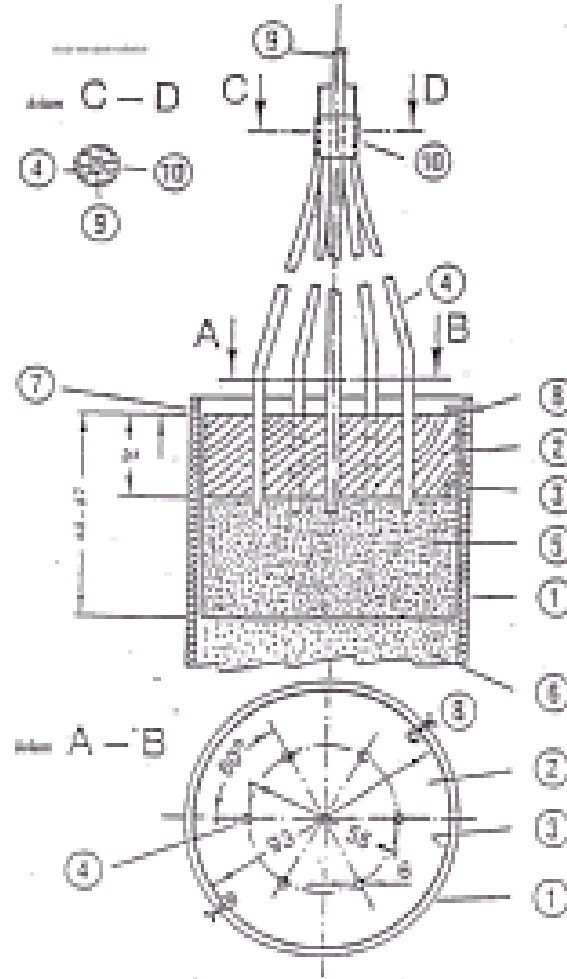


Şekil 10



Şekil IV

7 delikli ateşleme garji



1. Çelik tep
2. 7 delikli tepin disk
3. Elastik yata mukavve sarılı silindirik
4. Ateşleyici teller
5. Elastik pastajı
6. Test maddesi
7. 4 cm çapında içme parçığı için açılmış delikler
8. İçme parçığı için delikler
9. Tepin çanak (No. 8 ile çevrilmiş)
10. No. 9'un çevresindeki No. 4'ün enliyi için yapıştırıcı kase

10



1. Çelik tüp
2. Tahta disk
3. Plastik yada mukavva silindir
4. Tahta çubuk
5. Plastik parlayıcı
6. Sıkıştırılmış sacma tanecekleri
7. Test numunesi
8. İğne yarığı için 4 mm çapında açılmış delikler
9. İğne yarığı için delik
10. No.5 için gerekli tahta

