

YÖNETMELİK

Gıda, Tarım ve Hayvancılık Bakanlığından:

GÜBRELERİN PİYASA GÖZETİMİ VE DENETİMİ YÖNETMELİĞİ

BİRİNCİ BÖLÜM

Amaç, Kapsam, Dayanak ve Tanımlar

Amaç

MADDE 1 – (1) Bu Yönetmelik; ürünlerin üretimi, ithalatı, ihracatı ve piyasaya arzı veya dağıtımı aşamasında veya ürünler piyasada iken ilgili teknik düzenlemelerine uygun ve güvenli olup olmadığının gözetimi ve denetimi, bunun sonucunda alınacak önlemler ve piyasa gözetimi ve denetimi konularına ilişkin usul ve esasları belirlemek amacıyla hazırlanmıştır.

Kapsam

MADDE 2 – (1) Bu Yönetmelik; 18/3/2004 tarihli ve 25406 sayılı Resmî Gazete’de yayımlanan Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelik ile 29/3/2014 tarihli ve 28956 sayılı Resmî Gazete’de yayımlanan Tarımda Kullanılan Organik, Organomineral Gübreler ve Toprak Düzenleyiciler ile Mikrobiyal, Enzim İçerikli ve Organik Kaynaklı Diğer Ürünlerin Üretimi, İthalatı, İhracatı ve Piyasaya Arzına Dair Yönetmelik kapsamında yer alan ürünlerin piyasa denetimi, denetimine ilişkin işlemler ile bu ürünlerin üretimi, ithali, ihracatı, alım ve satımıyla uğraşan gerçek ve tüzel kişilerle ilgili hususları kapsar.

Dayanak

MADDE 3 – (1) Bu Yönetmelik; 3/6/2011 tarihli ve 639 sayılı Gıda, Tarım ve Hayvancılık Bakanlığının Teşkilat ve Görevleri Hakkında Kanun Hükmünde Kararnamenin 28 inci maddesi, 26/6/2001 tarihli ve 4703 sayılı Ürünlerle İlişkin Teknik Mevzuatın Hazırlanması ve Uygulanmasına Dair Kanunun 10 uncu maddesi, 30/3/2005 tarihli ve 5326 sayılı Kabahatler Kanunu ve 13/11/2001 tarihli ve 2001/3529 sayılı Bakanlar Kurulu Kararı ile yürürlüğe konulan Ürünlerin Piyasa Gözetimi ve Denetimine Dair Yönetmeliğe dayanılarak hazırlanmıştır.

Tanımlar

MADDE 4 – (1) Bu Yönetmelikte yer alan;

a) Bakanlık: Gıda, Tarım ve Hayvancılık Bakanlığını,

b) Bitki besin maddesi: Bitkilerin beslenmesi için gerekli olan azot, fosfor, potasyum gibi birincil, kalsiyum, magnezyum, kükürt ve sodyum gibi ikincil, demir, çinko, bakır, mangan, bor, molibden ve kobalt gibi üçüncül veya iz olan elementleri,

c) Dağıtıcı: Ürünlerin tedarik zincirinde yer alan ve faaliyetleri ürünün güvenliğine ilişkin özelliklerini etkilemeyen gerçek veya tüzel kişiyi,

ç) Denetçi: Bakanlık merkez teşkilatı ilgili birimi ve il müdürlüklerinde, denetim yapma konusunda eğitim görmüş, Bakanlıkça “Gübre Denetçi Kimlik Kartı” verilmiş personeli,

d) Etiket: Ambalajı üzerinde veya içerisinde yapışık veya basılı olarak bulunan veya ürünün ambalajı ile birlikte sembol, işaret, resim veya yazılmış, basılmış desenlenmiş, işaretlenmiş kabartılmış, tanımlanmış nesneyi,

e) Genel Müdürlük: Bitkisel Üretim Genel Müdürlüğünü (BÜGEM),

f) Gübre: Asıl amacı bitkiyi beslemek olan materyali,

g) Güvenli ürün: Kullanım süresi içinde, normal kullanım şartlarında risk taşımayan veya kabul edilebilir ölçülerde risk taşıyan ve insan, hayvan, bitki sağlığı ve çevre ile toprağa etkisi bakımından yüksek düzeyde koruma sağlayan ürünü,

ğ) İl müdürlüğü: İl gıda, tarım ve hayvancılık müdürlüğünü,

h) İlçe müdürlüğü: İlçe gıda, tarım ve hayvancılık müdürlüğünü,

ı) Kullanıcı: Bu Yönetmelik kapsamındaki ürünleri bedelli veya bedelsiz alarak kullanan kişi ve kuruluşu,

i) Lisans belgesi: Ürünleri üreten veya ithal eden gerçek ve tüzel kişilere Bakanlıkça verilen belgeyi,

j) Özellik: Teknik düzenlemesi bulunan ürünlerin teknik düzenlemede, teknik düzenlemesi bulunmayan ürünlerin Türk standartlarında veya uluslararası kabul gören kriterlerinde, ambalaj veya etiket üzerindeki işaretlemelerinde veya Bakanlıkça onaylanmış tescil belgelerinde belirtilen kimyasal ve fiziksel nitelikleri,

k) Parti/Seri/Şarj: Aynı seri veya kod numaralı, aynı üretim tarihini taşıyan, aynı boy ambalajlı, bir defada muayeneye sunulan ve aynı sınıf, aynı tür, aynı çeşit, aynı cins olan ürünü,

l) Piyasaya arz: Ürünlerin tedarik veya kullanım amacıyla bedelli veya bedelsiz olarak piyasada yer alması için yapılan faaliyeti,

m) Piyasa gözetimi ve denetimi: Ürünlerin piyasaya arzı veya dağıtımı aşamasında veya ürünler piyasada iken; ilgili teknik düzenlemeye uygun olarak üretilip üretilmediğinin ve güvenli olup olmadığının denetlenmesi veya denetlettirilmesini,

n) Standart: Üzerinde mutabakat sağlanmış olan, kabul edilmiş bir kuruluş tarafından onaylanan, mevcut şartlar altında en uygun seviyede bir düzen kurulmasını amaçlayan, ortak ve tekrar eden kullanımlar için ürünün özellikleri, işleme ve üretim yöntemleri, bunlarla ilgili terim ve tarifleri, sembol, ambalajlama, işaretleme, etiketleme ve uygunluk değerlendirmesi işlemleri hususlarından biri veya birkaçını belirten ve uyulması ihtiyari olan düzenlemeyi,

o) Şikayet denetimi: Yurt içinde satılan ürünlerin; özellikleri ve işaretlemeleri hakkında yapılan şikayet/ihbar üzerine, sadece şikayete/ihbara konu olan ürünlerin, üretim, dağıtım veya satışının yapıldığı yer ve depolarında yapılan denetimi,

ö) Tağşiş: Ürünlere, başka maddeler eklemek, karıştırmak, katmak veya aynı değeri taşımayan başka bir ürünün, o ürün yerine aynı ürünü gibi sunulmasını,

p) Taklit ürün: Üretici firmanın bilgisi dışında üretici firmanın adı, ambalajı ve sembolleri kullanılmak suretiyle, Bakanlıktan herhangi bir izin veya belge almadan piyasaya arz edilen ürünü,

r) Teknik düzenleme: Ürünlerin ilgili idari hükümler de dahil olmak üzere, özellikleri, işleme ve üretim yöntemleri, bunlarla ilgili terminoloji, sembol, ambalajlama, işaretleme, etiketleme ve uygunluk değerlendirmesi işlemleri hususlarından biri veya birkaçını belirleyen ve uyulması zorunlu olan her türlü düzenlemeyi,

s) Tescil belgesi: Ürünleri üreten veya ithal eden gerçek ve tüzel kişilere piyasaya sunacakları her bir ürün için Bakanlıkça verilen belgeyi,

ş) Tolerans : Ürünlerin garanti edilen değerleri ile tespit edilen değerleri arasında teknik düzenlemelerinde belirtilen kabul edilebilir farkları,

t) Tüketici: Tarımsal faaliyet kapsamındaki ürünleri bedelli veya bedelsiz alıp kullanan gerçek veya tüzel kişiyi,

u) Uygunluk deęerlendirmesi: Ürünün, ilgili teknik düzenlemeye uygunluęunun test edilmesi, muayene edilmesi ve/veya belgelendirilmesine ilişkin her türlü faaliyeti,

ü) Uygun ürün: İlgili teknik düzenlemelerinde ve Bakanlıkça onaylanmış tescil ve etiket belgelerinde garanti edilen içerik ve özellikler bakımından tolerans sınırları içerisinde kalan ürünü,

y) Üretici: Ürünleri üreten, ithal eden, imal, ıslah eden veya ürüne adını, ticari markasını veya ayırt edici işaretini koymak suretiyle kendini üretici olarak tanıtan gerçek veya tüzel kiři, üreticinin Türkiye dışında olması halinde, üretici tarafından yetkilendirilen temsilci ve/veya ithalatçı ve ürünün tedarik zincirinde yer alan, faaliyetleri ürünün güvenlięine ilişkin özelliklerini etkileyen gerçek veya tüzel kiřiyi,

y) Ürün: Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelik ve Tarımda Kullanılan Organik, Organomineral Gübreler ve Toprak Düzenleyiciler ile Mikrobiyal, Enzim İçerikli ve Diğer Ürünlerin Üretimi, İthalatı ve Piyasaya Arzına Dair Yönetmelik kapsamında yer alan ürünleri,

ifade eder.

İKİNCİ BÖLÜM

Üretim ve Satıř Yerleri ile İlgili Hususlar

Üretim ve satıř yerlerinde aranan řartlar

MADDE 5 – (1) Üreticilerin üretim yerlerinde aranan řartlar ařaęıda belirtilmiřtir.

a) Üretim tesislerinin bina ve ekipman bakımından uygun ve yeterli olup olmadıęı ürünün özellięine göre belirlenir ve Ek-5 düzenlenir.

b) Çevre kirlilięi yaratılmaması için gerekli önlem alınır.

c) Gübre üreticileri teknik sorumlu olarak ziraat mühendisi ve/veya kimya mühendisi ve/veya kimyager çalıştırmak ve çalıştırdıklarını belgelemekle yükümlüdür. Üreticinin bu vasıflardan birini taşıması halinde bu řart aranmaz.

ç) Gübre üreticileri, lisans belgesi, tescil belgesi ve onaylı etiket örneęini denetçilere ibraz etmekle yükümlüdür.

(2) Satıř yerlerinde aranan řartlar ařaęıda belirtilmiřtir.

a) Satıř yerleri nem almayan kuru, yağmur ve güneřin etkilerinden korunmuř, temiz, gerektiğinde ısıtma, soęutma ve havalandırma imkânına sahip alanlardır.

b) Pencereler, yığma yükseklięinin üzerinde olur ve muntazam havalandırma saęlanır.

c) Yığın yükseklięi altta kalan ambalajlardaki gübrelerin fiziksel özelliklerini bozmayacak řekilde olur ve yangın söndürme tertibatı bulundurulur.

ç) Gübreler, gıda maddeleri ile birlikte satılamaz. Yem ve tohum ile beraber satılması halinde ise birbirlerini etkilemeyecek řekilde ayrılır.

(3) Bünyesinde % 28'den fazla nitrat ihtiva eden gübrelerin piyasaya arz edildięi ve depolandıęı yerlerde aranan ilave řartlar ařaęıda belirtilmiřtir.

a) Torbalı gübre yığın yükseklięi kiřiř, saçak veya aydınlatma teçhizatından en az bir metre ařaęıda olur. Ayrıca acil durumlarda yardım saęlanmasıya yönelik olarak yığınların arasında en az bir metre geçiř mesafesi bulundurulur.

- b) Bu tür gübreler gübre dışında herhangi bir madde ile beraber depolanmaz.
- c) Gübrelerin kanalizasyon ve su kanallarına karışmaması için gerekli tedbir alınır.
- ç) Sigara içilmeyeceğine dair levha kolayca görülebilecek yerlere asılır.

ÜÇÜNCÜ BÖLÜM

Üretici ve Dağıtıcıların Sorumlulukları

Üreticilerin denetim ile ilgili sorumlulukları

MADDE 6 – (1) Üreticinin denetim ile ilgili sorumlulukları aşağıda belirtilmiştir.

- a) Üreticiler, faaliyetlerini belgelemek amacıyla lisans belgesi ve piyasaya arz edecekleri her ürün için tescil belgesi alır.
- b) Üreticiler, gübre denetçisine denetim ve kontrol sırasında yardımcı olur, lisans belgesi, tescil belgesi ve onaylı etiket örneğini ibraz eder.
- c) Üreticiler denetim görevinin gereği gibi yürütülmesi için denetimle görevli personele görevi süresince uygun bir çalışma yeri sağlar; talep edilen tüm bilgi ve belgeleri sunar ve üretim yerleri ile depolarının adreslerini bildirir.
- ç) Üreticiler, ürettikleri ve sevk ettikleri ürün miktarlarını Genel Müdürlüğe, ithal ettikleri ürünleri şirket merkezlerinin bulunduğu ildeki il müdürlüklerine, dağıtıcı tanıtım bilgilerini dağıtıcının yerleşik olduğu ildeki il müdürlüklerine bildirir.
- d) Üreticiler piyasaya arzın geçici olarak durdurulması halinde tüm satış ve dağıtım noktalarını bilgilendirerek, piyasada mevcut bulunan ürünlerin adet/miktar, parti/seri numaralarını ve dağıtılan yerlere dair bilgileri il müdürlüklerine bildirir ve bu bildirimlerden Genel Müdürlüğü haberdar eder.
- e) Üreticiler denetim sonucunda, Bakanlık tarafından verilen her türlü yaptırım kararının gereklerinin yerine getirildiğinin belgelenmesinden ve bu faaliyetten doğan her türlü masrafın karşılanmasından sorumludur, üreticinin tespit edilemediği durumlarda, üreticinin ya da malı tedarik ettiği kişinin kimliğini bildirmeyen dağıtıcı, 4703 sayılı Kanunun 5 inci maddesinin dokuzuncu fıkrası gereği üretici olarak kabul edilir. Üreticinin yurt dışında yerleşik olması halinde yetkili temsilci ve/veya ithalatçı muhatap alınır ve bunlar da üretici ile aynı sorumluluğu taşır.
- f) Üreticiler satış durdurulan ürünlerini piyasadan geri çeker.

Dağıtıcıların denetim ile ilgili sorumlulukları

MADDE 7 – (1) Dağıtıcıların denetim ile ilgili sorumlulukları aşağıda belirtilmiştir.

- a) Dağıtıcılar, işyeri ve depo bilgileri ile hangi firmaların ürünlerini piyasaya sunacaklarını il ve ilçe müdürlüklerine bildirir.
- b) Dağıtıcılar, Bakanlıkça tescil belgesi düzenlenmemiş, etiketsiz ve kullanma süresi geçmiş ürünler ile taklit ve taşış ürünleri bulunduramaz ve satamaz.
- c) Dağıtıcılar, Ek-13'te yer alan işyeri denetim tutanağından oluşturulacak ve sayfaları il müdürlüğüne numaralanmış ve mühürlenmiş kontrol defteri tutar.
- ç) Dağıtıcılar, Gübre denetçilerine; işyeri ve depolarını gezdirmek, gübrelerini göstermek, gerektiği zaman lisans, tescil belgelerini ve onaylı etiket örneğini ibraz etmek, kontrol defterlerini göstermek ve istenilen bilgi ve belgeleri zamanında ve eksiksiz olarak temin etmek ve numune alma işlemleri sırasında yardım ve rehberlik etmekle

yükümlüdür.

d) Dağıtıcılar, Bakanlıkça yediemine alınan gübrelerini ikinci bir emre kadar uygun depolama şartlarında muhafaza eder.

e) Dağıtıcılar, İl müdürlüğünün tamim ve emirlerini, iş yerlerinde saklar ve gereğini yerine getirir.

f) Dağıtıcılar, gübre kapsamında olmayan, etiketinde gübreyi çağrıştıracak ifadeler yer alan ürün, afiş, broşür ve benzeri tanıtım materyallerini bulundurmaz.

Üretici ve dağıtıcıların ürünlerle ilgili sorumlulukları

MADDE 8 – (1) Üretici ve dağıtıcıların ürünlerle ilgili sorumlulukları aşağıda belirtilmiştir.

a) Üretici, teknik düzenlemelerde belirtilen özellikleri taşıyan ürünleri piyasaya arz eder.

b) Üretici/dağıtıcı, piyasada kullanılamayacak derecede bozulan ürünleri piyasadan geri çeker.

c) Üretici, ambalaj üzerinde beyan ettiği ağırlık/hacimle (kilogram, litre) uyumlu ürünleri piyasaya arz eder.

ç) Üretici, güvenli olmayan ürünler ile ağır metal ve/veya sağlık parametreleri bakımından teknik düzenlemeye uygun olmayan ürünleri piyasaya arz edemez.

d) Üretici/dağıtıcı; taklit ve/veya tağşiş ürünleri piyasaya arz edemez.

e) Üretici, gübrenin öngörülen kullanım süresi içinde, yeterli uyarı olmadan fark edilemeyecek nitelikteki riskleri hakkında, kullanıcılara gerekli bilgiyi sağlar, özelliklerini belirtecek şekilde işaretler, gerektiğinde piyasaya arz edilmiş ürünlerden numuneler alarak muayene ve deneylerini yaptırır, şikayetleri soruşturur, yapılan denetim sonuçlarından dağıtıcıları haberdar eder ve riskleri önlemek amacı ile ürünlerin piyasadan geri çekilmesi, toplatılması, bertaraf edilmesi ve riskten etkilenecek kişi ve kuruluşları bilgilendirmek de dâhil olmak üzere gerekli önlemleri alır.

f) Üretici, ilgili teknik düzenlemede belirtilen tüm belgeleri; bu belgeler kapsamındaki son ürünün yurt içinde üretiliyor ise üretildiği, ithal ise ithal edildiği tarihten itibaren ilgili teknik düzenlemelerde belirtilen süre, bu sürenin belirtilmemesi halinde Bakanlıkça belirlenecek süre boyunca, muhafaza eder ve istenilmesi halinde denetçilere ibraz eder.

g) Dağıtıcı, güvenli olmadığını bildiği ürünleri piyasaya arz edemez ve faaliyetleri çerçevesinde ürünlerin taşıdığı riskler ve bu risklerden korunmak için alınması gereken önlemler hakkında ilgililere bilgi verir.

DÖRDÜNCÜ BÖLÜM

Lisans ve Tescil Belgesi

Lisans belgesi

MADDE 9 – (1) Gübre üreten, ithal eden gerçek ve tüzel kişiler, lisans belgesini almak ve kendileri tarafından onaylanmış birer fotokopisini dağıtıcılarına göndermekle yükümlüdürler.

(2) Lisans belgesi almak isteyen gerçek ve tüzel kişiler aşağıdaki belgelerle birlikte Genel Müdürlüğe müracaat eder.

a) Ek-6'da yer alan gübre lisans müracaat formu,

b) Kimyevi gübre üreticileri için üretim tesislerinin bulunduğu il müdürlüğünden alınan Ek-5'te yer alan uygunluk raporu,

c) Kayıtlı olduğu meslek kuruluşundan müracaat tarihi itibarı ile son altı ay içerisinde alınmış kayıt belgesinin

aslı veya noter onaylı bir örneği,

- ç) Vergi dairesi adı ve numarası beyanı,
- d) Fason üretimlerde, il müdürlüğünce onaylı fason üretim sözleşmesi,
- e) Firmayı temsile yetkili kişilerin imza sirküleri.

(3) Organik ürünlerin lisans belgesi işlemleri, ilgili yönetmelik hükümlerine göre düzenlenir.

Tescil belgesi

MADDE 10 – (1) Gübre imalatı ve ithalatını yapan gerçek ve tüzel kişiler; ürettikleri, ürettirdikleri veya ithal ederek piyasaya arz edecekleri her bir ürün için tescil belgesi almak ve kendileri tarafından onaylanmış birer fotokopisini dağıtıcılarına göndermekle yükümlüdürler.

(2) Tescil belgesi almak isteyen gerçek ve tüzel kişiler aşağıdaki belgeleri ibraz etmek zorundadır.

a) Ek-7’de yer alan, firma tarafından onaylı gübre tescil müracaat formunu.

b) Gübre ithal ise ithal edildiği ülkeden temin edilen analiz raporunun/sertifikasının aslı, yerli üretim ise yapılacak analiz konusunda akredite olmuş veya bu Yönetmelik gereğince Bakanlık tarafından hazırlanan ilgili mevzuatta yer alan muayene ve deney kuruluşları veya referans kuruluşlarından birinden müracaat tarihi itibarı ile son altı ay içerisinde düzenlenmiş analiz raporunu.

c) Teknik düzenlemeye uygun olarak düzenlenmiş ve piyasaya arz edeceği şekliyle ambalaj ve/veya etiket örneğini.

ç) İthal edilen ürünlere ait Gümrük Beyannamesinin ve beyannameyi destekleyen faturanın bir örneğini.

(3) Organik ürünlerin tescil belgesi işlemleri, ilgili mevzuat hükümlerine göre düzenlenir.

Lisans ve tescil belgelerinin yenilenmesi ve iptali

MADDE 11 – (1) Lisans ve tescil belgeleri, geçerlilik süresi bitimi itibarıyla yenilenir. Herhangi bir nedenle faaliyeti son bulan veya faaliyet alanını değiştirenler Organik/Kimyevi Gübre Lisans ve Tescil belgelerinin asıllarını Genel Müdürlüğe iade etmekle yükümlüdürler.

(2) Lisans ve tescil belgelerinin süresinin bitiminde, yenilenmesi için bu Yönetmeliğin 9 uncu ve 10 uncu maddelerinde belirtilen belgelerle birlikte Genel Müdürlüğe müracaat edilir.

(3) Lisans ve tescil belgeleri devredilemez, ticari amaçla kullanılamaz ve satılamaz. İsim, adres, faaliyet alanını değiştiren veya faaliyeti son bulanlar otuz gün içinde değişikliğin işlendiği evraklarla birlikte lisans ve tescil belgesinin yeniden düzenlenmesi veya iptal edilmesi hususunu Genel Müdürlüğe bildirir. Bildirilmediğinin tespiti halinde lisans ve tescil belgesi iptal edilir.

(4) Lisans ve tescil belgesi iptal edilen, ettirilen veya süresi geçmiş olduğu halde tescil belgesi yenilenmeyen kişilerin piyasaya arz edilmiş ürünlerinin satışına kullanım süresi bitimine kadar izin verilir.

BEŞİNCİ BÖLÜM

İthalat

İthalat izni

MADDE 12 – (1) Gübre ithali, ilgili mevzuatta belirtilen usul ve esaslar çerçevesince yapılır.

(2) Nitrat Azotu içeren ürünlere ve AB ülkeleri dışından gelen ürünlere Ek-11’de yer alan ithalat uygunluk belgesi düzenlenirken aşağıda belirtilen belgeler istenir.

a) İthal edilecek madde ile ilgili analiz sertifikasının aslı veya firmaca onaylı sureti.

b) İthal edilecek madde ile ilgili fatura/proforma faturanın aslı veya firmaca onaylı sureti.

c) Menşei ülke adı, sanayi ya da tarımsal amaçlı olup olmadığı, ithal edilecek maddenin proformada belirtilmiş miktarının yer aldığı isim, imza ve kaşeli müracaat dilekçesi.

(3) Tarımda Kullanılan Organik, Organomineral Gübreler ve Toprak Düzenleyicileri ile Mikrobiyal, Enzim İçerikli ve Diğer Ürünlerin Üretimi, İthalatı ve Piyasaya Arzına Dair Yönetmelik kapsamında yer alan ürünlerin ithalatına ilişkin işlemler hususunda söz konusu yönetmelik hükümleri esastır.

(4) Sanayinin çeşitli dallarının ve kimyevi gübre üreten fabrikaların hammadde ihtiyaçlarının karşılanmasına yönelik olarak ithal edilecek kimyevi gübreler için, üretim tesisinin kapasite raporunun ithalatçı firma tarafından ibraz edilmesi halinde, laboratuvar, deneme, demonstrasyon amaçlı veya elli kilogram/litrenin altında olan ve parti teşkil etmeyen kimyevi gübre ithalatlarında Ek-11’de yer alan uygunluk belgesinin 4 üncü maddesindeki şart aranmaz.

ALTINCI BÖLÜM

Denetimde Yetki ve Sorumluluklar

Denetimin amacı

MADDE 13 – (1) Bu Yönetmeliğin 2 nci maddesinde belirtilen ürünlerin denetimleri; ürünlerin özelliklerinin, işaretlemelerinin ve ilgili teknik düzenlemelerine uygunluğunun kontrolü amacıyla yapılır.

Denetim şekilleri

MADDE 14 – (1) Bu Yönetmelik kapsamındaki ürünlerin piyasa gözetimi ve denetimi, Bakanlık tarafından re’sen veya şikayet/ihbarlar üzerine şikayet denetimleri şeklinde yapılır. Re’sen yapılacak denetimlerde yıllık denetim programları esas alınır.

Denetim zamanı

MADDE 15 – (1) Piyasa denetimleri, il müdürlükleri tarafından hazırlanan yıllık "Gübre Denetim Programı" çerçevesinde, şikâyet denetimleri ise şikayet/ihbar ile ilgili müracaatların il müdürlüğüne iletildiği tarihinden itibaren yedi iş günü içerisinde yapılır. Bu Yönetmelik kapsamına giren konularda bilgi veya şikâyet amaçlı müracaatlar Bakanlık Bilgi Edinme Merkezine veya Bakanlığın ilgili birimlerine yazılı olarak yapılır.

(2) İl müdürlükleri tarafından Gübre Denetim Programı, her yıl Ocak ayı sonuna kadar Genel Müdürlükte olacak şekilde yılda bir defa Ek-23’e işlenerek gönderilir. Gübre Denetim Programı Bakanlığın internet sitesinde yayımlanır.

Denetimi yapacak kuruluş

MADDE 16 – (1) Ürün gözetim ve denetimleri il müdürlüklerince yapılır. Ancak, il müdürlüğünce bu konuda ilçe müdürlüklerine yetki verilebilir. Gerektiğinde, genel müdürlük ve il müdürlüklerince birlikte denetim yapılabilir.

Denetimde görevlendirilecek kişiler

MADDE 17 – (1) Denetimler il müdürlüklerince, Ek-1’de yer alan Gübre Denetçi Kimlik Kartı verilmiş en az iki denetçi tarafından yapılır. Ancak, yapılan denetimler sonucunda yaptırım kararı verilmiş ürünlere ilişkin toplatma, satış durdurma, yedimeine alma, ürünlerin üreticisine iadesi gibi iş ve işlemler il müdürünün veya ilçe müdürünün görevlendireceği iki teknik eleman tarafından da uygulanabilir.

Denetçilerin görev ve yetkileri

MADDE 18 – (1) Denetçinin görev ve yetkileri aşağıda belirtilmiştir.

- a) Piyasa gözetimi ve denetimini yapmak, gerekli tutanak ve raporları hazırlamak ve ilgili yerlere sunmak.
- b) Denetim faaliyeti sırasında, ilgililerin cezai sorumluluk gerektiren eylemleri saptadığında, gerekli işlemleri yaparak, durumu ilgili makamlara iletmek.
- c) Görev alanına giren konularla ilgili inceleme ve araştırma yapmak.
- ç) Denetlenecek ürünlerden numune almak.
- d) Yürüttüğü denetim görevi için gerekli gördüğü dosya ve belgelerin gizliliği saklı kalmak kaydıyla, denetim yaptığı kuruluş ve kişilerden istemek, bunları incelemek, bunların yetkili merciler tarafından onaylanmış örneklerini almak, denetime konu olan diğer yerlerde inceleme ve araştırma yapmak.
- e) Üretici veya dağıtıcının piyasa gözetimi ve denetimi faaliyetini engellemesi durumunda, güvenlik güçlerinden yardım istemek ve onların nezaretinde denetim yapmak.
- f) Piyasa gözetimi ve denetimi sırasında işin niteliğine göre, gerekli gördüğü durumlarda, ilgili Genel Müdürlük veya il müdürlüğü onayıyla, refakat etmek üzere uzman kişileri davet etmek, bunların görüş ve önerilerinden yararlanmak.
- g) Denetimin her aşamasında risk değerlendirmesi yapmak suretiyle risk derecesine göre, kontrol yapılınca kadar, ürünlerin satışını geçici olarak durdurmak, il müdürlüğünü bilgilendirmek.

Denetçilerin sorumlulukları

MADDE 19 – (1) Denetçilerin sorumlulukları aşağıda belirtilmiştir.

- a) Bakanlık tarafından verilen gübre denetçi kimliğini, denetimden önce üretici veya dağıtıcıya ibraz etmek.
- b) Piyasa gözetimi ve denetimi görevini, mevzuata uygun ve tarafsız olarak yürütmek.
- c) Piyasa gözetimi ve denetimi sırasında elde ettiği her türlü bilgi ve belgeyi, denetim işlemleri sonuçlanıncaya ve bu sonuçların ilgililere yazılı olarak tebliğine kadar gizli tutmak.
- ç) Tutanak ya da raporla tespit edilen iş ve işlemleri takip etmek ve sonuçlandırmak.

YEDİNCİ BÖLÜM

Denetimde Yapılacak İşler

Ürün denetimi

MADDE 20 – (1) Ürün denetimi iş ve işlemleri aşağıda belirtilmiştir.

- a) Etiket ve belge kontrolü,
- b) Ambalaj işaretlemelerinin kontrolü için ambalaj veya etiket örneğinin alınması,
- c) Ürün kontrolü için numunelerinin alınması,
- ç) Ürün numunelerinin muayene ve deneylerinin yaptırılması,

d) Muayene ve deney sonuçlarının rapor ettirilmesi.

Etiket kontrolü

MADDE 21 – (1) Etiket kontrolü esasları aşağıda belirtilmiştir.

a) Dağıtıcılar, Bakanlıkça tescil belgesi ve etiketi bulunmayan ürünleri bulunduramaz ve satamaz.

b) Dağıtıcılar, kullanım süresi geçmiş ve Türkçe etiketlendirme yapılmamış ürünleri satamaz.

c) Bir ürünün tanıtılması amacı ile hazırlanan ve/veya yayımlanan her türlü reklam ve tanıtım dökümanı, ürünün onaylı etiketindeki bilgilerden farklı ve tüketiciyi yanıltıcı bilgi içeremez.

ç) Üreticiler, tescil belgesi ve onaylı etiket örneği bilgileriyle uyumlu olmayan ambalaj veya etiketle piyasaya ürün arz edemez.

d) Kimyevi gübre etiketinde organik gübreleri çağrıştırmaya ifadeler bulunamaz.

e) Etiket üzerinde “Bitki Koruma ve Bitki Gelişim Düzenleyicisi” ifadesi bulunamaz.

(2) Birinci fıkranın (ç) bendinde belirtilen hususlardan, kullanıcıyı yanıltıcı ve haksız rekabete neden olmayan, baskı ve alfabetik hatalardan kaynaklanan etiket bilgileri farklılıklarının tespiti halinde ürün satışı durdurularak, öncelikle etiket bilgilerinin düzeltilmesi için onbeş gün süre verilerek üretici uyarılır. Farklılıkların düzeltilmemesi halinde (ç) bendi için uygulanan idari yaptırımlar uygulanır.

Numune alma

MADDE 22 – (1) Piyasa ve şikâyet denetimlerinde, üretim tesislerinden, üretici ve dağıtıcıların ürünü piyasaya arz ettiği yerler ve bunlara ait depolardan numune alınır.

(2) Şikâyet denetimlerinde numuneler; şikâyete konu olan ürünlerin piyasaya arz edildiği yerden veya aynı parti malın bulunduğu depodan alınır.

(3) Lisans, tescil belgesi, Genel Müdürlükçe onaylı etiket örneği ve ürün ambalajı üzerindeki bilgiler kontrol edildikten sonra numune alınır.

Numune alma metodu

MADDE 23 – (1) Kimyevi ve organik gübre denetimlerinde numuneler, Ek-2’de yer alan "Gübrelerin Denetimi İçin Numune Alma Metoduna" göre alınır.

(2) Denetim için alınan numunelere bedel ödenmez. Numune alınan ürünün bedelini, dağıtıcının üreticiden tazmin edebilmesi amacıyla Ek-14’te yer alan tutanak düzenlenerek denetlenen işyerine verilir.

(3) Piyasa denetimlerinde numuneler; üretim tesislerinden, toptan ve perakende satış yerlerinden veya bunların depolarından alınır.

Numune alınmasında düzenlenecek belgeler ve uygulamaya ilişkin esaslar

MADDE 24 – (1) Numune alınmasında düzenlenecek belgeler ve uygulamaya ilişkin esaslar aşağıda belirtilmiştir.

a) Numune alınırken Ek-14 ve Ek-15’te yer alan belgelerin beş nüshası; firma adı, ürün adı, lisans no, tescil no, denetlenen işyeri ve yetkilisinin adı yazılmamak şartıyla kodlu olarak, her bir ürün için ayrı ayrı düzenlenir ve işyeri yetkilisi ile denetim elemanlarınca imzalanır, ancak denetlenen işyeri tarafından kaşelenmez. Numune alındığını belgelemek amacıyla iki nüsha ve aynı kod numarası ile ürünle ilgili tüm ayrıntıları içeren Ek-14 düzenlenir.

b) Lisans ve tescil belgesi ile Bakanlık onaylı etiket örneği fotokopileri alınır.

c) Numune sonuçlarının değerlendirilmesinde kullanılmak üzere denetim elemanlarınca bu belgelerden bir dosya oluşturulur.

ç) Numune alınacak ürünle ilgili tüm belgeler tamamlandıktan sonra bu Yönetmelik hükümleri gereği, cins, ürün miktarı ve ambalaj büyüklüğüne göre, her ürün için en az beş adet olacak şekilde numune oluşturulur.

d) Numune alınırken, tespit edilen ürünlerin hepsi aynı parti numaralı olur. Denetimin etkinliğinin sağlanması açısından ürün kolisi içerisinde aynı parti numaralı ürünler paketlenir, farklı parti numaralı ürünlerin aynı kolide paketlenmesine izin verilmez.

e) Numune alınan ambalajların üzerine düzenlenen Ek-21 numune alma etiketi yapıştırılır.

f) Numune kavanozları, düzenlenen Ek-14'ün birer nüshası ile birlikte numune torbalarına konularak, torbaların ağzı bağlanır ve mühürlenir.

g) Numunelerin iki adedi analiz kuruluşuna gönderilmek üzere tekrar bir torbaya konularak ağzı mühürlenir ve torbanın ağzına düzenlenen Ek-15 bağlanır.

ğ) Kalan şahit numune torbalarının ağzına düzenlenen Ek-15'in birer nüshası bağlanarak, bir adedi saklanmak üzere yediemin olarak işyerine teslim edilir, iki adedi de il müdürlüğüne saklanır.

Numunelerin analize gönderilmesi

MADDE 25 – (1) Analiz kuruluşuna gönderilecek numune torbaları, yedi iş günü içerisinde ilgili mevzuatta yer alan analizci kuruluş laboratuvarlarından birisine resmi yazı ekinde gönderilir.

(2) Numune alınan ürün için verilen kod numarası kullanılmak suretiyle, ürün etiketinde beyan edilen içerikler ve ilgili teknik düzenlemeye göre istenilen analizler yazılır.

Muayene ve deney işleri

MADDE 26 – (1) Muayene ve deneyi yapacak kuruluşça; piyasa veya şikayet denetimini yapan il müdürlüğü tarafından gönderilen temsili numunenin bulunduğu mühürlü torba açılarak, gerekli muayene ve deneyler, Ek-3'te yer alan "Gübrelerin Analizi İçin Öngörülen Metotlar" ve Tarımda Kullanılan Organik, Organomineral Gübreler ve Toprak Düzenleyicileri ile Mikrobiyal, Enzim İçerikli ve Diğer Ürünlerin Üretimi, İthalatı ve Piyasaya Arzına Dair Yönetmelik ekinde belirtilen analiz metotları kullanılarak yapılır.

(2) Gübre numunelerinin deneylerinde; gübrenin teknik düzenlemeye uygun olup olmadığına, teknik düzenlemesi bulunmayan gübrelerde Türk Standardına veya Türk Standardına denk AB veya uluslararası standartlar dikkate alınıp uygun metotlar kullanılarak özelliklere, ambalaj muayenelerinde ise işaretlemelere bakılır.

Muayene ve deneyde öncelik

MADDE 27 – (1) Şikâyet konu olan ürünlerin muayene ve deneyleri, il müdürlüğünün yazılı bildirimi üzerine öncelikle yapılır.

Muayene ve deney süresi

MADDE 28 – (1) Muayene ve deneyler, numunelerin muayene ve deney yapacak kuruluşa tesliminden itibaren en geç otuz gün içinde sonuçlandırılır. Sağlık parametreleri ise teslimden itibaren doksan gün içinde sonuçlandırılır.

(2) Muayene ve deneylerin yapılamaması veya gecikmesi halinde, durum sebepleri ile birlikte on gün içinde,

muayeneyi ve/veya deneyi yapacak kuruluş tarafından ilgili il müdürlüğüne yazılı olarak bildirilir.

Muayene ve deney kuruluşları ile referans kuruluşlar

MADDE 29 – (1) Ürünlerin muayene ve deneylerini yapacak kuruluşlarla, bu kuruluşların yaptığı muayene ve deney sonuçlarına itiraz halinde, incelemeleri yapacak olan referans kuruluşlar, her yıl 16/12/2011 tarihli ve 2011/2621 sayılı Bakanlar Kurulu Kararı ile yürürlüğe konulan Uygunluk Değerlendirme Kuruluşları ve Onaylanmış Kuruluşlar Yönetmeliğinde belirtilen şartları taşıyan kuruluşlar arasından Bakanlıkça belirlenir ve uygun görülenlerle protokol yapılır.

(2) Protokol yapılan kuruluşların adları, Bakanlık tarafından yayımlanır.

(3) Uygunluk Değerlendirme Kuruluşları ve Onaylanmış Kuruluşlar Yönetmeliğinin 4 üncü maddesinin yedinci fıkrası çerçevesinde akredite edilmiş bir uygunluk değerlendirme kuruluşundan alınmış uygunluğu gösteren belgeler ile test raporlarının sunulması halinde, Bakanlıkça bu belge ve raporlar dikkate alınır. Ülkemizde veya karşılıklılık ilkesi saklı kalmak kaydıyla, Avrupa Birliği üyesi bir ülkede yerleşik bir uygunluk değerlendirme kuruluşunca verilmiş belgeler ve test raporları, kuruluşun yeterliliğine ilişkin gerekçelerle reddedilemez.

Muayene ve deney ücretleri

MADDE 30 – (1) Gübre piyasa ve şikâyet denetimleriyle ilgili olarak, denetim sırasında alınan numunelerin muayene ve deney yapan kuruluşa gönderilme ücretleri ile muayene ve deney ücretlerinin ödenmesi aşağıdaki esaslara göre yapılır.

a) Piyasa denetimi esnasında alınan numunelerin analizi sonucunda, gübrenin ilgili teknik düzenlemeye veya standartlara uygun olmadığına tespiti halinde, deney ve muayene ücretleri üretici tarafından ödenir. İtiraz halinde söz konusu ücretin tahsili için referans kuruluşun analiz sonucu beklenir.

b) Muayene ve deney ücretleri ile denetim sonuçlarına itiraz halinde gidilecek referans kuruluşlarının ücretleri her yıl Şubat ayı sonuna kadar Bakanlıkça düzenlenir.

c) Bakanlıkça belirlenen ücretler ödemelerde esas alınır. Bu giderlerin üretici veya dağıtıcıdan tahsilini gerektiren hallerde 21/7/1953 tarihli ve 6183 sayılı Amme Alacaklarının Tahsil Usulü Hakkında Kanun hükümleri uygulanır.

Muayene ve deney sonuçları

MADDE 31 – (1) Bu Yönetmeliğin 29 uncu maddesine göre belirlenen muayene ve deney kuruluşları, deney ve/veya muayene sonuçlarını; ilgisine göre, Ek-3 ile Tarımda Kullanılan Organik, Organomineral Gübreler ve Toprak Düzenleyicileri ile Mikrobiyal, Enzim İçerikli ve Diğer Ürünlerin Üretimi, İthalatı ve Piyasaya Arzına Dair Yönetmelikte belirtilen analiz metodlarını kullanarak, teknik düzenlemesi olmayan gübrelerde ise kullanılan deney metodlarının adlarını da Ek-22’de yer alan ve üç nüsha olarak düzenlenmesi gereken "Gübre Muayene ve Deney Raporu"nda belirtirler.

Muayene ve deney sonuçlarının gönderilmesi

MADDE 32 – (1) Muayene ve deney kuruluşu ile referans kuruluşlar; düzenledikleri gübre muayene ve deney raporlarının aslını ilgili il müdürlüğüne gönderirler. Raporun bir nüshasını da, arşivlerinde muhafaza ederler. Raporlarda, analiz sonucunda bulunan değerlerin ilgili teknik düzenlemeye uygun olup olmadığı mutlaka belirtilir. Raporlara, muayene ve/veya deneyi yapılan gübrenin numune torbası ile birlikte gönderilen ve bir örneği Ek-14’te yer alan “Gübre Numune Alma Tutanağı”nın fotokopisi de eklenir.

Muayene sonuçlarının tebliğ edilmesi

MADDE 33 – (1) Muayene ve deney kuruluşlarından alınan, gübre muayene ve deney raporlarındaki değerler, teknik özellikler ve tolerans değerleri açısından, ilgili il müdürlüğü tarafından değerlendirilir. İlk analiz raporunun ürüne ait teknik düzenlemeye göre olumsuz çıkması halinde, geçici olarak satışı durdurma kararı alınır ve ürün yedimeine alınarak, Genel Müdürlüğe bildirilir. Muayene ve deney raporları en geç bir hafta içerisinde,

ilgili üreticinin merkez adresine ivedi ibaresi ile tebliğ edilir ve dağıtıcı kuruluşa bilgi verilir. İtiraz süresinin dolması beklenir, sürenin bitiminde itiraz edilmediği takdirde, ilk analiz sonucuna göre yaptırım uygulanır. Ürünlerin teknik düzenlemeye uygun hale getirilmesi veya piyasadan geri çekilmesi için tebliğ tarihinden itibaren otuz gün süre verilerek üreticiye ve Genel Müdürlüğe bildirilir.

Muayene ve deney sonuçlarına itiraz

MADDE 34 – (1) Üretici, muayene ve deney sonuçlarını bildiren yazı eline geçtiği tarihten itibaren, yedi iş günü içinde, itiraza konu olan parametrelerin deney ücretlerini bildirilen banka hesap numarasına yatırdığını gösteren banka dekontu ile birlikte ilgili il müdürlüğüne itiraz etme hakkına sahiptir.

(2) Muayene ve deney sonuçlarına itirazla ilgili usul ve esaslar aşağıda belirtilmiştir.

a) İl müdürlüğü, itiraza konu olan ürüne ait şahit numuneyi, tutanak düzenleyerek almak üzere denetçileri görevlendirir. Denetçi, alınan bu şahit numune ile il müdürlüğünde muhafaza edilen şahit numuneyi bir torbaya koyarak ağzını mühürler, üstüne düzenlenen Ek-15 numune tanıtım belgesini bağlar veya yapıştırır.

b) İtiraz yazısı ile birlikte banka dekontunu alan il müdürlüğü, itiraza konu olan özellikleri belirten yazı ekinde şahit numunelerin bulunduğu torbayı referans kuruluşa gönderir. İl müdürlüğü bu işlemleri yedi iş günü içinde tamamlar.

c) Referans kuruluş; aldığı şahit numunelerden birini saklar ve diğerini itiraza konu olan özelliklerin deneylerinde kullanır. Sağlık parametreleri hariç olmak üzere, deneyleri en geç otuz gün içinde yapar, deney sonuçlarını içeren üç nüsha rapor düzenler ve raporun aslı ile birlikte ikinci nüshasını ilgili il müdürlüğüne gönderir, bir nüshasını da kendi arşivinde saklar.

ç) Referans kuruluş, herhangi bir nedenle deneyleri yapamayacaksa, durumu on gün içinde ilgili il müdürlüğüne yazılı olarak bildirir.

d) İl müdürlüğü, referans kuruluşun deney sonuçlarını ve uygulanacak yaptırımları denetlenen üretici/dağıtıcıya yazılı olarak bildirir.

e) Referans kuruluş tarafından yapılan deney sonuçlarına itiraz edilemez.

Teknik düzenlemeye uygunluk ve risk değerlendirmesi

MADDE 35 – (1) Referans/Analiz laboratuvarlarından alınan muayene ve deney raporları ürün güvenliği ve toleranslar dikkate alınarak ilgili yönetmeliklerine uygunluk ve insan, hayvan, bitki sağlığı ile toprak ve çevreye verebileceği zararlar açısından da risk değerlendirmesine tabi tutulur.

Değerlendirmede tolerans

MADDE 36 – (1) Üretimde, numune almada ve deneylerde olması muhtemel hataların giderilmesi amacı ile teknik düzenlemelerde belirtilen özelliklere tanınan, teknik düzenlemelerin kapsamadığı alanlarda Türk standartlarındaki, standardın da bulunmaması halinde uluslararası kabul gören toleranslar uygulanır.

Değerlendirme sonuçlarının bildirilmesi

MADDE 37 – (1) İl müdürlüğünce yaptırım kararı alınmadan önce üreticiye görüşlerini almak üzere ivedi ibaresi ile tebligat yapılır ve dağıtıcı konu hakkında bilgilendirilir. İl müdürlüğü tarafından alınan önlemlere ilişkin kararların üreticiye yapılan tebligatında, kararın dayandığı gerekçeler, karara karşı itiraz yolları ve yasal süreler belirtilir. Tebligatın alınmasını müteakip üreticiye cevap verebilmesi için, en az on gün süre tanınır ve bu süre tebligatta belirtilir. İl müdürlüğünce alınması planlanan veya alınan önlem kararı, üreticinin cevabı veya sağlayacağı bilgi ve belge neticesinde gözden geçirilir. İnsan sağlığı ve güvenliğinin veya mevzuatla korunan diğer bir kamu yararının tehlikede olduğu acil hallerde bu sürenin dolması beklenemeyebilir. Tebligat yapılmadan bir karar alınması halinde, üreticiye cevap verebilmesi için sonradan süre verilebilir.

SEKİZİNCİ BÖLÜM

Yaptırımlar

Üretim ve satış yerleri ile ilgili yaptırımlar

MADDE 38 – (1) 5 inci maddede belirtilen hususlardan herhangi birine aykırı davrandığı tespit edilen üretici ve dağıtıcılar hakkında denetim elemanlarınca tutanak düzenlenir ve denetlenen işyeri il müdürlüğünce yazılı olarak uyarılır. Uyarıya konu olan eksikliklerin düzeltilmesi için süre verilir. Bu süre üreticiler için uyarıya esas olan hususun özelliğine göre en fazla altı ay olmak üzere bir ay ile altı ay arasında, dağıtıcılar için en fazla bir ay olarak uygulanır. Uyarıya konu olan eksikliklerin giderilmemesi halinde üreticilerin üretim izni, lisans ve tescil belgelerinin iptalinin sağlanması için bu husus Genel Müdürlüğe bildirilir. Dağıtıcıların ürünleri ise yediemine alınarak eksiklikler giderilinceye kadar satışı durdurulur.

(2) 6 ncı ve 7 nci maddelerde belirtilen hususlardan herhangi birine aykırı davrandığı tespit edilen üreticilerin üretimi ve dağıtıcıların ise satışı tutanak düzenlenerek geçici olarak durdurulur ve işyeri il müdürlüğünce yazılı olarak uyarılır. Uyarıya konu olan eksikliklerin düzeltilmesi için en fazla otuz gün süre verilir. Üretimin veya satışın durdurulmasına neden olan hususların düzeltilmesi halinde üretime veya satışa izin verilir. Bu süre sonunda eksikliklerin giderilmemesi halinde üreticilerin üretim izni, lisans ve tescil belgelerinin iptalinin sağlanması hususu Genel Müdürlüğe bildirilir. Dağıtıcıların ürünleri ise yediemine alınarak eksiklikler giderilinceye kadar satışı durdurulur.

(3) 9 uncu ve 10 uncu maddelerin birinci fıkralarında belirtilen hususlara aykırı hareket ettiği tespit edilenlerin, piyasaya arzı ve satış faaliyeti durdurulur. Ürünler yediemin olarak işyerine teslim edilir ve il müdürlüğünce yazılı olarak uyarılır. Eksikliklerin giderilmesi halinde faaliyetlerine izin verilir, giderilmemesi halinde ise yediemindeki tüm ürünlerin tedarikçisine iadesi sağlanır.

(4) Üretim izni, lisans ve tescil belgeleri satılamaz, devredilemez, ticari bir faaliyete konu olamaz. Bu belgeler 24/6/1995 tarihli ve 551 sayılı Patent Haklarının Korunması Hakkında Kanun Hükmünde Kararname ile 9/4/2005 tarihli ve 556 sayılı Markaların Korunması Hakkında Kanun Hükmünde Kararname kapsamında değerlendirilemez. Bu maddeye aykırı hareket edenlerin belgeleri iptal edilir.

Etiket ve ürün ambalajı ile ilgili yaptırımlar

MADDE 39 – (1) Etiket ve ambalaj denetimleri sonucunda;

a) 21 inci maddenin birinci fıkrasının (a) ve (b) bentlerine aykırı hususların tespiti halinde satışa sunulan ürünlerin satışları durdurulur ve ürünler tutanakla denetlenen işyerine yediemin olarak teslim edilir.

b) 21 inci maddenin birinci fıkrasının (c), (ç), (d) ve (e) bentlerine aykırı hususların tespiti halinde satışa sunulan ürünlerin satışları durdurulur ve ürünler tutanakla denetlenen işyerine yediemin olarak teslim edilir. 4703 sayılı Kanunun 12 nci maddesinin (f) bendine göre, üretici firmaya idari para cezası uygulanır.

c) 21 inci maddenin birinci fıkrasının (c) bendine aykırı hususların tespiti halinde internet, görsel ve yazılı basın yoluyla yapılan yayınların durdurulması için ilgili kurumlar nezdinde gerekli girişimlerde bulunulur.

ç) 9 uncu, 10 uncu ve 12 nci maddelere göre verilen belgelerin tahrif veya taklit edilmesi, usulüne uygun olmadan kullanılması yasaktır. Aksine davranışlar hakkında 4703 sayılı Kanunun 12 nci maddesinin (f) bendine göre işlem yapılır.

(2) Birinci fıkranın (a) ve (b) bentlerine göre yediemine alınan ürünlerin, ambalajları üzerindeki uygunsuzluğun giderilmesi için otuz gün süre verilerek firma yazılı olarak uyarılır. Uygunsuzluk giderilene kadar satışına izin verilmez. Süresi içerisinde düzeltilmeyen ürünlerin tedarikçisine iadesi sağlanır.

Ürünler ile ilgili yaptırımlar

MADDE 40 – (1) Piyasa gözetimi ve denetimi çalışmaları sonucunda yapılan değerlendirmelerde;

a) 8 inci maddenin birinci fıkrasının (a), (b) ve (c) bentlerine aykırı hareket eden üretici firmaya 4703 sayılı Kanunun 12 nci maddesinin (a) bendine göre,

b) 8 inci maddenin birinci fıkrasının (ç) ve (d) bentlerine aykırı hareket eden üretici firmaya 4703 sayılı Kanunun 12 nci maddesinin (b) bendine göre,

c) 8 inci maddenin birinci fıkrasının (e) bendine aykırı hareket eden üretici firmaya 4703 sayılı Kanunun 12 ncimaddesinin (c) bendine göre,

ç) 8 inci maddenin birinci fıkrasının (f) bendine aykırı hareket eden üretici firmaya 4703 sayılı Kanunun 12 ncimaddesinin (d) bendine göre,

d) 8 inci maddenin birinci fıkrasının (g) bendine aykırı hareket eden dağıtıcı firmaya 4703 sayılı Kanunun 12 ncimaddesinin (e) bendine göre,

idari para cezası uygulanır. Bu maddenin birinci fıkrası kapsamında idari para cezası uygulanan ürünlerin satışları durdurulur ve tutanakla denetlenen işyerine yediemin olarak teslim edilir. Konu ile ilgili diğer il müdürlüklerinin bilgilendirilmesi amacıyla, Bakanlığa bu husus bildirilir. Teknik düzenlemesine uygun hale getirilebilecek ve/veya hammadde olarak kullanılabilir ürünler dağıtıcı tarafından il müdürlüğü gözetiminde üretici firmasına iade edilir. Ürünlerin piyasadan geri çekilmesi için otuz gün süre verilerek firma yazılı olarak uyarılır.

(2) 8 inci maddenin (d) bentlerinde yer alan hususların varlığına dair kuvvetli şüphelerin olması halinde bu ürünler derhal yediemine alınır.

(3) 8 inci maddenin (ç) ve (d) bendlerinde belirtilen hususlar ile ürünlerin son kullanma tarihinin geçtiğinin tespiti halinde risk değerlendirmesi yapılarak 41 inci maddeye göre işlem yapılır ve aynı maddenin (d) bendi için ayrıca sorumlular hakkında Cumhuriyet Savcılığına suç duyurusunda bulunulur.

(4) Bu Yönetmeliğin uygulanması esnasında doğacak idari para cezaları, il müdürlükleri tarafından 4703 sayılı Kanunun 13 üncü maddesindeki hükümleri dikkate alınarak verilir.

(5) İl müdürlükleri tarafından bu maddeye göre verilen idarî para cezaları hakkında fiilin bir yıl içinde tekrarı halinde 4703 sayılı Kanunun 12 nci maddesinin ikinci fıkrası hükmü uygulanır.

Güvenli olmayan ürünlerle ilgili yapılacak işlemler

MADDE 41 – (1) Ürünün, ilgili teknik düzenlemeye uygunluğu belgelenmiş olsa dahi, piyasa gözetimi ve denetimi çerçevesinde yapılan kontroller sonucunda güvenli olmadığının tespit edilmesi halinde, il müdürlüğü, masrafları üretici tarafından karşılanmak üzere, orantılılık ilkesini; aldıkları tedbirlerin, önlemeyi amaçladıkları tehlikenin boyutu, niteliği ve gerçekleşme olasılığı ile orantılı olmasını gözeterek aşağıdaki önlemlerden uygun olanları alır.

a) Ürünün piyasaya arzının yasaklanmasını sağlamak.

b) Piyasaya arz edilmiş ürünün toplanmasını sağlamak.

c) Ürüne ilişkin güvensizliğin üretici tarafından giderilmesinin mümkün olduğu hallerde, ilgili teknik düzenlemede belirtilen süre içinde, bu sürenin belirtilmemiş olması halinde il müdürlüğüne belirlenecek süre içinde ürünün güvenli hale getirilmesi için üreticiyi uyarmak.

ç) Ürünün üretici tarafından güvenli hale getirilmemesi veya ürünün güvenli hale getirilmesinin imkansız olduğu durumlarda, taşıdığı riske göre kısmen veya tamamen bertarafını sağlamak.

(2) İl müdürlüğü, birinci fıkranın (a), (b) ve (ç) bentlerinde belirtilen önlemler hakkında gerekli bilgilerin, onay süreci ile kesinleşmesini takip edecek on gün içerisinde masrafları üreticiden karşılanmak üzere, Ülke genelinde dağıtımı ve yayını yapılan iki gazete ile iki televizyon kanalında ilanı suretiyle, risk altındaki kişilere duyurulmasını sağlar. İl müdürlüğü duyuruyu takip edecek şekilde bu ürünlerle ilgili bilgilere kendi internet sayfasında da yer verir. Risk altındaki kişilerin yerel yayın yapan gazete ve televizyon kanalları vasıtasıyla

bilgilendirilmesinin mümkün olduđu durumlarda, bu duyuru, yerel basın ve yayın organları yoluyla, risk altındaki kişilerin kim olduğunun tespit edilebildiği durumlarda ise bu kişilerin doğrudan bilgilendirilmesi yoluyla yapılır.

(3) Duyuru asgari aşağıdaki bilgileri içerir.

- a) Ürünü tanıtan marka, model, cins veya diğer ayırt edici özellikler.
- b) Mümkün olan durumlarda ürünün fotoğrafı veya resimli tasviri.
- c) Alınan önlem.
- ç) Önlemi gerektiren sorunun açık ve anlaşılır tarifi.
- d) Sorumlu üretici ve dağıtıcının isim, adres ve diğer iletişim bilgileri.
- e) Riskten sakınmak veya sorunu gidermek için önerilen yöntemler.
- f) Ürünün iade edileceği yerler veya üründeki sorunun giderilmesini teminen gönderilebileceği adresler.

(4) İl müdürlüğü duyurunun yukarıdaki esaslara uygun ve risk altındaki kişilerin haberdar edilmesini sağlayacak şekilde yayınlanıp yayınlanmadığını denetler ve eksiklik tespit edilmesi halinde duyurunun tekrarını sağlar.

(5) Bu maddede belirtilen masrafların tahsili hakkında 6183 sayılı Amme Alacaklarının Tahsil Usulü Hakkında Kanun hükümleri uygulanır.

(6) Bu madde kapsamında alınan önlemler Genel Müdürlüğe bildirilir.

DOKUZUNCU BÖLÜM

Eğitim

Denetçi eğitimi ve bilgilendirme

MADDE 42 – (1) Denetçi eğitimine ilişkin esaslar aşağıda belirtilmiştir.

a) Bakanlık tarafından gerekli görüldüğü zaman, denetçi olmak üzere il müdürlüklerinden yeterli sayıda, ziraat fakültesi ve üniversitelerin kimya bölümü mezunları ile tarımla ilgili meslek okullarından mezun olan personel eğitime çağrılır ve eğitim sonucunda eğitime katılan elemanlara denetçi kimlik kartı ve katılım belgesi düzenlenir.

b) Uygulamalarda birlikteliği sağlamak, sektördeki her türlü yeni gelişmelerden haberdar etmek ve faaliyetleri değerlendirmek amacıyla Bakanlıkça gerekli görüldüğü zamanlarda eğitim, değerlendirme ve bilgilendirme toplantısı düzenlenir.

Üretici, dağıtıcı ve çiftçilerin bilgilendirilmesi

MADDE 43 – (1) Bakanlık ve il müdürlüklerince, gerekli görüldüğünde, yürürlükteki mevzuat, uygulama, sektördeki yeni gelişmelerden haberdar etmek, sektör bileşenleri arasında işbirliğini sağlamak amacıyla üretici, dağıtıcı kişi ve kuruluşlar ile çiftçilere yönelik bilgilendirme amacıyla toplantı ve kurslar düzenlenir.

ONUNCU BÖLÜM

Çeşitli ve Son Hükümler

Denetleme sonuçlarının değerlendirilmesine ilişkin kayıtların tutulması

MADDE 44 – (1) İl müdürlükleri, bu Yönetmelik gereğince denetledikleri tüm üretici ve dağıtıcılardan

değerlendirmelere esas olmak üzere aşağıda belirtilen bilgi ve belgeleri alarak dosya halinde muhafaza ederler.

a) Üretici ve dağıtıcıya ait isim, unvan, adres, telefon, faks numarası varsa deposuna ait bilgileri içeren Ek-4’te yer alan form.

b) Ürünün tedarikçi, üreticisini belirlemeye yarayacak fatura, dağıtıcılık sözleşmesi, satış sözleşmesi gibi belgelerin onaylı birer örneği.

c) Vergi kimlik numarası ile bağlı bulunulan vergi dairesinin adı.

ç) Kayıtlı olunan ticaret sicil memurluğu adı ve ticaret sicil numarası beyanı, şirket sözleşmesi 1/1/2003 tarihinden önce yayınlananların ise ticaret sicil kayıt belgesinin aslı veya kurumca onaylı örneği, imza sirküleri, ticaret sicil kayıt belgesinin aslı veya onaylı örneği.

d) İşyeri sahibinin veya yetkilisinin T.C. kimlik numarası beyanı.

Amonyum nitrat

MADDE 45 – (1) Bünyesinde %28 ve üzerinde azot içeren amonyum nitrat gübrelerini üreten, ithal eden, dağıtan, taşıyan, taşıtan, depolayan, toptan ve perakende satışı ile uğraşan üretici ve dağıtıcılar için Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelik hükümleri esastır.

Denetimin engellenmesi

MADDE 46 – (1) Piyasa gözetimi ve denetimi yapan personele engel olunması, işyerlerine girmeyi önlemeye yönelik tutum sergilenmesi hâlinde, öncelikle 26/9/2004 tarihli ve 5237 sayılı Türk Ceza Kanununun 265 inci maddesine göre haklarında işlem yapılabileceği hatırlatılır, buna rağmen engellenmenin devam ettirilmesi halinde, ilgililer hakkında, 5237 sayılı Kanunun aynı maddesi gereğince “görevi yaptırmamak için direnme” suçundan işlem yapılması için tutanak düzenlenerek durum adli makamlara intikal ettirilir.

Piyasa gözetimi ve denetimi veri tabanı

MADDE 47 – (1) Bakanlığın Piyasa Gözetimi ve Denetimi Veri Tabanı oluşturulup tam olarak işlerlik kazandıktan sonra, denetimle görevli personel; denetime çıkmadan önce denetime haiz ürün, firma hakkında daha önce yapılmış denetim bilgilerini, mükerrerliği önlemek amacıyla Bakanlık Piyasa Gözetimi ve Denetimi Veri Tabanından kontrol eder. Bu durum risk taşıyan acil durumları kapsamaz. Ayrıca, denetimle görevli personel denetime ait her türlü bilgiyi, denetim işleminin sonuçlanmasını beklemeksizin, Bakanlık Piyasa Gözetimi ve Denetimi Veri Tabanına girer.

Tebliğat

MADDE 48 – (1) İdari para cezası ve/veya idari tedbirleri içeren idari yaptırım kararlarının tebliğinde, 11/2/1959 tarihli ve 7201 sayılı Tebliğat Kanunu hükümleri uygulanır.

Atıflar ve yürürlükten kaldırılan mevzuat

MADDE 49 – (1) Bu Yönetmelikte yer almayan hususlarla ilgili olarak 4703 sayılı Kanun ile bu Kanuna dayalı olarak çıkarılan Ürünlerin Piyasa Gözetimi ve Denetimine Dair Yönetmelik hükümleri geçerlidir.

(2) 25/4/2002 tarihli ve 24736 sayılı Resmî Gazete’de yayımlanan Kimyevi Gübre Denetim Yönetmeliği yürürlükten kaldırılmıştır.

Yürürlük

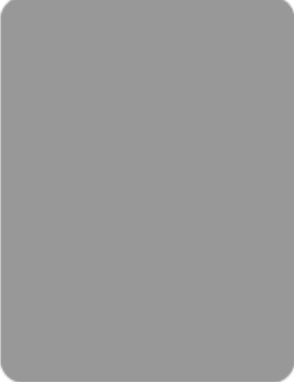
MADDE 50 – (1) Bu Yönetmelik yayımı tarihinden bir ay sonra yürürlüğe girer.

Yürütme

MADDE 51 – (1) Bu Yönetmelik hükümlerini Gıda, Tarım ve Hayvancılık Bakanı yürütür.

Ekleri için tıklayınız

Ek- 1

	T.C. GIDA TARIM VE HAYVANCILIK BAKANLIĞI BİTKİSEL ÜRETİM GENEL MÜDÜRLÜĞÜ GÜBRE DENETÇİSİ KİMLİK KARTI
	T.C. KİMLİK NO :
	ADI :
	SOYADI :
	ÜNVANI :
	SİCİL NO :
	GÖREV YERİ :

BABA ADI :		ANA ADI :	
İL :		İLÇE :	
CİLT NO :	AİLE SIRA NO:	SIRA NO:	
DOĞUM YERİ/YILI:			
NÜFUS CÜZDANI SERİ NO :			
KARTIN VERİLİŞ TARİHİ :			
KART NO:			
Bu kart Gübre Denetçisi Tanıtım Kartı'dır. Başka amaçla kullanılamaz.			

Ek- 2

GÜBRELERİN DENETİMİ İÇİN NUMUNE ALMA METODU

Analiz edilecek numunenin doğru olarak alınması oldukça önemli bir husus olup, büyük bir dikkat gerektirir. Gübrelerin denetim analizi için yeterince temsili numune alma işlemi, bu nedenle, aceleye getirilmemelidir.

Aşağıda belirtilen numune hazırlama metodu, geleneksel numune hazırlama işlemini çok iyi bilen kimyevi gübre denetçisi belgesine sahip kişilerce uygulanmalıdır.

1. AMAÇ VE KAPSAM

Kalite ve bileşimlerini belirlemek üzere gübrelere uygulanacak olan resmi kontroller için numuneler aşağıda belirtilen metoda göre alınacaklardır. Bu şekilde hazırlanan numunelerin, numune alınan partiyi temsil ettiği kabul edilir.

2. NUMUNE ALACAK GÖREVLİLER

Numuneler kimyevi gübre denetçisi belgesine sahip kişiler tarafından alınır.

3. TANIMLAR

Numune alınan parti : Bir ünite oluşturan ve aynı özelliklere sahip olduğu kabul edilen ürün miktarı

Noktasal numune : Numune alınan partinin bir noktasından alınan numune

Paçal numune : Aynı partiden alınan noktasal numunelerin karışımı

Azaltılmış numune : Azaltma işlemiyle paçal numunedan elde edilen numunenin temsili bir kısmı

Son numune : Paçal numunedan azaltılarak elde edilen nihai numune

4. ALETLER

4.1. Numune alma aleti numunesi alınacak gübrenin kimyasal özelliklerini etkilemeyecek malzemelerden imal edilmelidir.

4.2. Katı haldeki gübrelere numune alınması için önerilen aletler

4.2.1. Elle numune alma

4.2.1.1. Altı düz, kenarları dik kürek

4.2.1.2. Uzun yarık veya bölmeli numune alma sondası. Numune alma sondasının boyutu numune alınan partinin özelliklerine (konteynır derinliği, torba boyutu, vb.) ve gübre tane büyüklüğüne uygun olmalıdır.

4.2.2. Mekanik numune alma

Hareket halindeki gübrelere numune almak için onaylanmış mekanik aletler kullanılabilir.

4.2.3. Ayırıcı

Numuneleri eşit kısımlara ayırmak için tasarlanmış aletler, noktasal numune almak için ve azaltılmış ve son numuneleri hazırlamak için kullanılabilir.

4.3. Sıvı gübrelere numune almak için tavsiye edilen aletler

4.3.1. Elle numune alma

Numune alınan partiden, gelişigüzel numuneler alabilecek açık tüp, sonda şişe veya diğer uygun ekipmanlar

4.3.2. Mekanik numune alma

Hareket halindeki sıvı gübrelerden numune almak için, geliştirilmiş mekanik aletler kullanılabilir.

5. PARTİ BÜYÜKLÜĞÜNE GÖRE ALINACAK NUMUNE MİKTARI

5.1. Numune alınan parti

Numune alınan partinin boyutu, onu oluşturan kısımların her yerinden numune alınabilecek şekilde olmalıdır.

5.2. Noktasal numuneler Numune alınacak asgari ambalaj sayısı

5.2.1. Dökme katı gübreler veya 100 kg'ı geçen kaplardaki sıvı gübreler

5.2.1.1. Parti 2.5 tonu geçmiyor ise Yedi

5.2.1.2. Parti 2.5 ton ile 80 ton arasında ise Parti tonajının 20 ile çarpımının kare kökü

5.2.1.3. Parti 80 tonun üzerinde ise 40

5.2.2. Ambalajlı katı gübreler veya her biri 100 kg'ı geçmeyen kaplardaki sıvı gübreler

5.2.2.1. Bir kg dan fazla ambalajlar

5.2.2.1.1. Numune alınan parti 5 ambalajdan az Ambalajların hepsi

5.2.2.1.2. Numune alınan parti 5-16 ambalaj Dört

5.2.2.1.3. Numune alınan parti 17– 400 ambalaj Numune alınan partiyi oluşturan Ambalaj sayısının kare kökü (1)

5.2.2.1.4. Numune alınan parti 400 ambalajdan fazla 20

5.2.2.2. Bir kg'ı geçmeyen ambalajlar Dört

5.3. Paçal numune

Her numune alınan parti için tek bir paçal numune istenir. Paçal numuneyi oluşturan noktasal numunelerin toplam ağırlığı aşağıdakilerden daha az olamaz :

5.3.1. Dökme katı gübreler veya 100 kg'ı geçen kaplarda bulunun sıvı gübreler 4 kg

5.3.2. Ambalajlı katı gübreler veya her biri 100 kg'ı geçmeyen kaplarda bulunun sıvı gübreler

5.3.2.1. Bir kg dan fazla ambalajlar 4 kg.

(1) Elde edilen sayı ondalık olursa, en yakın tam sayıya tamamlanır. Ağırlığı 1 kg'ı geçmeyen ambalajlar için noktasal numune bir orijinal ambalajın ağırlığıdır.

5.3.2.2. Bir kg'ı geçmeyen ambalajlar 4 orijinal ambalajın muhtevasının ağırlığı

5.4. Son numuneler

Paçal numune gerektiğinde azaltılarak son numuneler elde edilir. En az bir son numunenin analizi istenir. Analiz için numune ağırlığı 500 gr'dan az olamaz

5.4.1. Katı ve sıvı gübreler

5.4.2. Bu yönetmeliğin Metot 7'de tarif edilen Patlamaya Dayanım Testinin tarifinde belirtilen deneyler için amonyum nitrat gübre numunesi:

Paçal numune gerektiğinde azaltılarak, son numune elde edilir.

5.4.2.1. Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelik Bölüm 5'te bahse konu deneyler için asgari son numune miktarı:

1 kg.

5.4.2.2. Bu Yönetmelik Metot 7'de tanımlanan patlamaya dayanım testi için asgari son numune miktarı:

25 kg.

5.4.3. Bu Yönetmelik Metot 7'de tanımlanan patlamaya dayanım testi deneyleri için asgari amonyum nitrat numunesi miktarı:

75 kg.

6. NUMUNELERİN ALINMASI, HAZIRLANMASI VE AMBALAJLANMASI İLE İLGİLİ KURALLAR

6.1. Genel

Numuneler mümkün olduğunca çabuk ve seri olarak alınıp hazırlanmalı ve bu arada numunesi alınan gübreleri temsil eder halde kalmaları sağlanmalıdır. Kullanılacak aletler, kaplar ve çalışılan yüzeyler temiz ve kuru olmalıdır. Sıvı gübrelerde, mümkünse numune alınan parti numune almadan önce karıştırılmalıdır.

6.2. Noktasal numuneler

Noktasal numuneler numune alınan partinin tamamından gelişi güzel alınmalı ve eşit miktarlarda olmalıdır.

6.2.1. Dökme katı gübreler veya 100 kg'ı geçen kaplarda bulunan sıvı gübreler

Dökme gübrelerden veya 100 kg'ı geçen kaplarda bulunan sıvı gübrelerden numune alırken, 5.1 maddesinin uygulanmasının mümkün olmadığı durumlarda; numunenin alınması, numune alınan parti taşınırken (yükleme yada boşaltma) yapılmalıdır.

6.2.2. Ambalajlı katı gübreler veya her biri 100 kg'ı geçmeyen kaplarda bulunan sıvı gübreler

6.3. Paçal numunenin hazırlanması

Noktasal numuneler tek bir paçal numune oluşturmak için karıştırılır.

6.4. Son numunenin hazırlanması

Paçal numunedeki malzeme dikkatlice karıştırılır.

Bünyesinde yüksek azot içeren (%28'den fazla) gübre deneyleri için, son numuneler 0-25 °C ' de tutulabilir.

Gerekirse paçal numune bir mekanik ayırıcı kullanarak yada dörtlleme yöntemi ile önce en az 2 kg'a azaltılır. (azaltılmış numune)

Sonra yaklaşık aynı ağırlıkta ve 5.4. teki miktar şartına uygun en az üç son numune hazırlanır. Her numune ağzı kapaklı, hava sızdırmaz uygun bir kaba konulur. Numunenin özelliklerinde herhangi bir değişiklik olmasını önlemek için gerekli bütün önlemler alınır.

7. SON NUMUNELERİN AMBALAJLANMASI

Numunelerin konulduđu kaplar yada ambalajlar mhr bozulmadan aılamayacak Őekilde mhrlenmeli ve etiketlenmelidir (etiketin tm mhrle damgalanmıř olmalıdır).

8. NUMUNE ALMA KAYDI

Her numune alınan partinin řphe olmaksızın tanımlanmasını sađlamak iin her numune almada kayıt tutulmalıdır.

9. NUMUNELERİN GNDERİLMESİ

Her parti iin en az bir son numune, olabildiđince abuk analitik laboratuvarına analiz ve deney iin gerekli bilgi ile birlikte gnderilmelidir.

Ek-3

GBRELERİN ANALİZİ İİN NGRLEN METOTLAR

GENEL GZLEMLER

1 ANALİZ İİN NUMUNENİN HAZIRLANMASI

2 AZOT

2.1 Amonyak azotu tayini

2.2 Nitrat ve amonyak azotu tayini

2.2.1 Ulsch’a gre nitrat ve amonyak azotu tayini

2.2.2 Arnd’a gre 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 sitratta 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 K L O R

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 TESTİNİN 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 çökeltilirdikten 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

Laboratuar ile ilgili donanım

Çalışma sırasında kullanılan erlen ve pipetlerin boyutları belirtilmesine karşılık diğer laboratuar donanımı ve kullanılan aletler kesin olarak tanımlanmamıştır. Çalışmalara başlamadan özellikle küçük miktarlarda yapılacak belirlemeler ve tanımlamalar nedeniyle, tüm laboratuar 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 İÇERMİYEN 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 AYNI 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 obligomerleri (Metot B)

Bu metot ring-test'e tabii tutulmuştur.

METOT 3

FOSFOR

METOT 3.1

EKSTRAKSİYONLAR

METOT 3.1.1

MİNERAL ASİTLERDE ÇÖZÜZEN FOSFORUN EKSTRAKSİYONU

EN 15956: Mineral Asitlerde Çözünen Fosforun Ekstraksiyonu

Bu metot ring-test'e tabii tutulmuştur.

METOT 3.1.2

% 2'LİK FORMİK ASİT DE ÇÖZÜNEN FOSFORUN EKSTRAKSİYONU

EN 15919: % 2'lik Formik Asit de Çözünen Fosforun Ekstraksiyonu

Bu metot ring-test'e tabii tutulmamıştır.

METOT 3.1.3

% 2'LİK SİTRİK ASİT DE ÇÖZÜNEN FOSFORUN EKSTRAKSİYONU

EN 15920: % 2'lik Sitrik Asit de Çözünen Fosforun Ekstraksiyonu

Bu metot ring-test'e tabii tutulmamıştır.

METOT 3.1.4

NÖTRAL AMOMYUM SİTRATTA ÇÖZÜNEN FOSFORUN EKSTRAKSİYONU

EN 15957: Nötral Amomyum Sitratta Çözünen Fosforun Ekstraksiyonu

Bu metot ring-test'e tabii tutulmuştur.

METOT 3.1.5

ALKALİ AMONYUM SİTRAT İLE EKSTRAKSİYON

METOT 3.1.5.1

PETERMANN'A GÖRE 65 OC SICAKLIKTAKİ ÇÖZÜNÜR FOSFORUN EKSTRAKSİYONU

EN 15921: Petermann’a Göre 65 °C Sıcaklıkta Çözünür Fosforun Ekstraksiyonu

Bu metot ring-test’e tabii tutulmuştur.

METOT 3.1.5.2

PETERMANN’A GÖRE ODA SICAKLIKTA ÇÖZÜNÜR FOSFORUN EKTRAKSİYONU

EN 15922: Petermann’a Göre Oda Sıcaklığında Çözünür Fosforun Ekstraksiyonu”

Bu metot ring-test’e tabii tutulmamıştır.

METOT 3.1.5.3

JOULIE’NİN ALKALİ AMONYUM SİTRATINDA ÇÖZÜNÜR FOSFORUN EKTRAKSİYONU

EN 15923: Joulie’nin Alkali Amonyum Sitratında Çözünür Fosforun Ekstraksiyonu

Bu metot ring-test’e tabii tutulmamıştır.

METOT 3.1.6

SUDA ÇÖZÜNÜR FOSFORUN EKTRAKSİYONU

EN 15958: Suda Çözünür Fosforun Ekstraksiyonu

Bu metot ring-test’e tabii tutulmuştur.

METOT 3.2

EKSTRAKTE EDİLMİŞ FOSFOR MİKTARININ SAPTANMASI

EN 15959: Ekstrakte Edilmiş Fosfor Miktarının Saptanması

Bu metot ring-test'e tabii tutulmuştur.

METOT 4

POTASYUM

METOT 4.1

SUDA ÇÖZÜNÜR POTASYUM TAYİNİ

EN 15477: Gübreler: Suda Çözünür Potasyum Tayini

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. AYIRIÇLAR

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 hidrooskopik 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 çökteltiyi 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 (Cl) 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, milimetre olarak boş testte kullanılan,

V_a =0.1 N amonyum tiyosiyanat miktarı mililitre olarak,

V_{ca} = 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

ÖĞÜTME İNCELİĞİNİN HESAPLANMASI (KURU PROSEDÜR)

EN 15928: Öğütme İnceliğinin Hesaplanması (Kuru Prosedür)

Bu metot ring-test'e tabii tutulmamıştır.

METOT 6.2

YUMUŞAK DOĞAL FOSFATLARIN ÖĞÜTÜLME İNCELİĞİNİN HESAPLANMASI

EN 15924: Yumuşak Doğal Fosfatların Öğütülme İnceliğinin Hesaplanması

Bu metot ring-test'e tabii tutulmamıştır.

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. Kabin dış genişliği 45 (± 2) mm ve kap kalınlığı da 1,5 mm'dir (şekil 9'a bakınız). Kabin yüksekliği ve uzunluğu su banyosunun boyutlarına uygun olarak seçilebilir, örneğin uzunluk 600 mm ve yükseklik 400 mm.

3.4. İşlem

Kabin 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 kısımdaki 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 gübrelерinde 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 yağınaya tamamen daldırılması, belirlenen koşullarda fazla yağın sızdırılması. Test porsiyonunun kütlesindeki artışın ölçülmesi.

4.

AYIRIÇLAR

Gaz yağı

Max.akışkanlık: 5 mPas, 40 °C derecede

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

Kükürt miktarı : ≤ % 1.00 (m/m)

Kül miktarı : ≤ % 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 (± 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 kıvrarak 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 aktarıp, 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 işlemi 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 kütesinin 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. AYIRACILAR

- 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 [$(Ba(OH)_2 \cdot 8H_2O)$ 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. Fenolftalein : 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 Drechel şişesi D.
- 4.3.6. Drechsel şişesini soğutmak için bir buz banyosu E.
- 4.3.7. İki absorpsiyon kabı F_1 ve F_2 , 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 kapıları 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 H_2SO_4 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 : kondanser tüpünü drechel şişesine (D) ve şişeyi de absorpsiyon kovaları F_1 ve F_2 ye bağlayın. Aygıtın birleştirilmesi işlemi sırasında azot solüsyon içersinden geçmeye devam etmelidir. Hızla F_1 ve F_2 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 mengenyeyi 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

Belirtilenler içindeki 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 solüsyonuyla (3.6) geri titre edin.

6. BOŞ TEST

Aynı işlemleri ve ayıracıları kullanmak suretiyle bir boş test hazırlayın.

7.

SONUÇLARIN İFADE EDİLMESİ

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

$$V_1 - V_2$$

$$\% C = 0.06 \times \frac{V_1 - V_2}{E}$$

$$E$$

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 (KH_2PO_4) yaklaşık 400 ml suda çözündürülür. Daha sonra 3.55 (± 0.01) g disodyum hidrojen orta-fosfat (Na_2HPO_4) 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 ($\text{KHC}_4\text{O}_4\text{H}_4$) 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. Sonuçların ifade edilmesi

pH metredeki sonuçları 0,1 hassasiyetinde ifade edin, kullanılan sıcaklığı 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 çapında 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(varsa), test numunesini hem dikey hem de yatay durumda sallayabilen.

4.

İŞLEM

- 4.1. Numune 100 gram'lık iki eşit parçaya bölünür.
- 4.2. 0.1 g hassasiyetine numunelerden birini tartın.
- 4.3. Elek yuvalarını aşağıdan 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 fırça ile tersinden fırçalayın.
- 4.6. Her elekte toplanan miktarı en az 0.1 g hassasiyetinde tartın.

5. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ

- 5.1. Fraksiyon kütleleri toplam fraksiyon kütlelerinin yüzdesi haline çevirin (orijinal olanını değil).

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 başlangıçta çalışılan kütlenin % 2'lik sınırı içerisinde bulunmalıdır.

- 5.2. Ayrı ayrı en az iki adet analiz çalışması yürütülmelidir. A ile alınan tekil sonuçlar % 1.0 den daha fazla değişme ve B de % 1.5 dan fazla bir değişme göstermemelidir. Durum böyle değilse testi tekrarlayınız.

6. SONUÇLARIN 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 çözüldüğüden 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 (∇_1E). Dördüncü sutuna potansiyelde artışları arasındaki farklılıkları negatif ve pozitif şeklinde değerlendirerek kaydedin (∇_2E). Titrasyon işleminin sonu, (∇_1E) ile ilgili maksimum değerleri verebilen (∇_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:

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

V_o : Gümüş nitrat solüsyonunun ml olarak miktarı ∇_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 : (∇_2E) ile ilgili en son pozitif değer

B : (∇_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.

∇_4 boş testin sonucu olsun ve ilave edilen ayraçlar 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 = -----

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

<i>Gümüş Nitrat</i> Solüsyonunun hacmi	Potansiyel		
V (ml)	E (mV)	$\nabla_1 E$	$\nabla_2 E$
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. AYIRIÇLAR

- 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 içerisinde 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). Gerekirse 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/l 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

Uzunluđu: 1005 ($\pm$ 2) mm

4.3.5. Alt levha

Materyal : sađlam kaynaklanmıř ve iyi kalite elikten imal edilmiř elik.

Boyutları: 160 x 160 mm

Kalınlıđı : 5-6 mm

4.3.6. Altı adet kurřun silindir

apı : 50 ($\pm$ 1) mm

Yüksekliđi: 100-101 mm

Materyaller: yumuřak kurřun (en az %99.5 saflıkta)

4.3.7. elik kütükler

Uzunluđu: en az 1000 mm

Geniřliđi : en az 150 mm

Yüksekliđi: en az 150 mm

Ađırlıđı : en az 300 kg (eđer elik kütükler iin destekli bir taban bulunmuyorsa)

4.3.8. Gülendirilmiř patlayıcı řarj edilmesi iin plastik yada mukavvadan imal edilmiř silindirler

Duvar kalınlıđı: 1.5-2.5 mm

ap: 92-96 mm

Yükseklik: 64-67 mm

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

4.3.10. Tahta disk

apı: 92-96 mm (plastik yada mukavva silindirlerin (4.3.8) i apına uygun olup yerleřebilmeli)

Kalınlıđı : 20 mm

4.3.11. Patlatıcı (4.3.9) ile aynı ap ve boyutlarda olan tahta ubuk.

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

4.4. İřLEM

4.4.1. elik tüpün iersine yerleřtirilmek üzere ateřleyicinin hazırlanması.

Elde mevcut donanıma göre patlayıcıyı harekete geirmek iin 2 metod vardır.

4.4.1.1. 7 noktalı simültane ateřleyici

řekil 9’da gösterildiđi gibi ateřleyici hazırlanır.

4.4.1.1.1. Tahta diskin (4.3.10) merkezine, diskin eksenine paralel gelecek řekilde delikler aın. Delikler 55 mm apında konsantrik bir daire üzerinde simetrik olarak aılmalıdır. Kullanılan ateřleyici telin apı göz önünde tutularak delik yerlerinin apı 6-7 mm (řekil 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 olarak 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 tamamiyle 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 çekiçle 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 uymsağlamak 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 silindir ayakları ile tüpün duvarı (her biri bir tarafında bulunan) arasına küçük tahta destekler koyun.

Not : Tüpün altı kurşun silindir 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 çekiç 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. Patlatıcının 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. Gerekirse, 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/m^3)
- 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 FORMUNDA BULUNAN TOPLAM KALSİYUMUN, TOPLAM MAGNEZYUMUN, TOPLAM SODYUMUN VE TOPLAM KÜKÜRDÜN EKSTRAKSİYONU

EN 15960: Sülfat Formunda Bulunan Toplam Kalsiyumun, Toplam Magnezyumun, Toplam Sodyumun Ve Toplam Kükürdün Ekstraksiyonu

Bu metot ring-test’e tabii tutulmamıştır.

METOT 8.2

DEĞİŞİK FORMLARDA BULUNAN TOPLAM KÜKÜRDÜN BELİRLENMESİ

EN 15925: Değişik Formlarda Bulunan Toplam Kükürdün Belirlenmesi

Bu metot ring-test'e tabii tutulmamıştır.

METOT 8.3

SÜLFAT FORMUNDA BULUNAN SUDA ÇÖZÜNÜR KALSİYUM, MAGNEZYUM, SODYUM VE KÜKÜRDÜN EKSTRAKSİYONU

EN 15926 Sülfat Formunda Bulunan Suda Çözünür Kalsiyum, Magnezyum, Sodyum ve Kükürdün Ekstraksiyonu

Bu metot ring-test'e tabii tutulmamıştır.

METOT 8.4

ÇEŞİTLİ FORMLARDAKİ SUDA ÇÖZÜNÜR KÜKÜRDÜN EKSTRAKSİYONU

EN 15961: Çeşitli Formlardaki Suda Çözünür Kükürdün Ekstraksiyonu

Bu metot ring-test'e tabii tutulmamıştır.

METOT 8.5

ELEMENTEL KÜKÜRDÜN EKSTRAKSİYONU VE HESAPLANMASI

EN 16032: Elementel Kükürdün Ekstraksiyonu ve Hesaplanması"

Bu metot ring-test'e tabii tutulmamıştır.

METOT 8.5

ELEMENTEL KÜKÜRDÜN EKSTRAKSİYONU VE HESAPLANMASI

EN 16032: Elementel Kükürdün Ekstraksiyonu ve Hesaplanması

Bu metot ring-test'e tabii tutulmamıştır.

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 FERTİLİZER 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 ayırıştırmasından 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 çökeltmeyi 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) içeriğı 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

V_2 = numunenin hacmi, ml cinsinden

V_1 = 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, içerdği 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 gübrelere 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. Prensi

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

- 6.1. 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 $D_1=100/V_1$
- 6.2. 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 : $200/10$
- 6.3. 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 $D_2=100/V_2$.
- 6.4. Son solüsyon V/V % 10 stronyum klorür solüsyonunu (4.4) içermelidir.
- 6.5. 7.4. Boş solüsyonunun hazırlanması
Sadece gübre numunesinin alım safhasını atlayarak, ayrıştırmadan sonraki bütün aşamaları (8.1 veya 8.3 sayılı ayrıştırma metotları) gerçekleştirmek için boş bir solüsyon hazırlayınız.
- 6.6. 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.

6.7.

6.8. 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, Xs olarak ölçümü yapılmak üzere hazırlanan solüsyondaki (7.3) magnezyum konsantrasyonunu, Xb 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 :

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

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 alınırsa 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 FERTİLİZER 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, Ca+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

Etilendiaminotetrasetik ($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 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)

yardımla 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. Kalsein 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 dağılır. 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 yüksekte 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 kimyacı 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 bileşikler 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, $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$

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'lik 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 8.11

KALSİYUM FORMAT İÇİNDEKİ KALSİYUM VE FORMATIN HESAPLANMASI

EN 16032: Kalsiyum Format İçindeki kalsiyum ve Formatın Hesaplanması

Bu metot ring-test'e tabii tutulmuştur.

METOT 9

MİKRO ELEMENTLER

MİKTARI % 10 YA DA DAHA AZ OLAN

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 ayırıştırılması 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 gübrelere 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 gübrelere ayırıştırılır.

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 dönüşü ayarlı döner çalkalama aleti

5.2 pH-metre

Not. Eğer numune üzerinde borun da tayini amaçlanırsa, borosilikatlı cam ürünler kullanmayınız. Teflon ve silis bu ayırıştırırmayı 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.

Gübrenin 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.

7.2 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 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.

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 Gübrelerle Dair Yönetmelik EK I-E'de İz elementli gübrelerde 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 Gübrelerle 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 nitratı 1 litrelik dereceli bir şişeye, 26,7 g lantan klorür heptahidrat ($\text{LaCl}_3 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$) ya da 31,2 g lantan nitrat heksahidrat ($\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) ya da 26,2 g lantan sülfat nonahidrat ($\text{La}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 9 \text{H}_2\text{O}$) 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 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 aletin ince ayar yapılabilecek donanımına 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 yıkandığına 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 metot, 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 , $d_{20} : 1,05\text{g/ml}$)

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) eritiniz ve 0,1 mg yanılma payı ile tartınız. 1 000 ml'ye kadar su ile tamamlayınız ve karıştırınız. Plastik bir şişeye aktarınız ve soğutucuda bekletiniz.

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

8. Sonuçların ifade edilmesi

(7.2) Şahit solüsyonların konsantrasyonunu apsiste kullanarak bir şahit eğrisi hazırlayınız ve spektrofotometre tarafından verilen uygun absorbens (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 sonucunu hesaplamak için, numune solüsyonu (6.2) absorbens değerinden düzeltme solüsyonunun (6.3) absorbens 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 düzeltmesiz

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. Prensiptir

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. Lantan 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 özgül (240,7 nm) iz kaynakları ile donatılmış olmalı. Alet, geçmişte düzeltmede izin vermelidir.

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 :

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

Eğer kullanılan metot (9.3) ise :

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

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 bakırı 25 ml 6 M hidroklorik asit (4.1) ile eritin 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 özgü (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 Metotunun 6.2 maddesine bakınız.

7. Metot

7.1.Boş denemenin hazırlanması, 9.4 metotunun 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) düzeltmeli 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 (H_2O_2 , $d_{20} : 1,11$) % 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 eritin 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.

4.5.2 100 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 :

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

Burada

Fe ; gübrede yüzde olarak ifade edilen demir miktarı

Xs ; µg/ml olarak ifade edilen deneme solüsyonu konsantrasyonu (6.2) 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 9.9

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 öngöröldüğü 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 özgü (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 :

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

Eğer kullanılan metot (9.3) ise :

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

Burada

Mn ; gübrede yüzde olarak ifade edilen mangan miktarı

Xs ; µg/ml olarak ifade edilen deneme solüsyonu konsantrasyonu (6.2) 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 9.10

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. Prensiptir

Molibden (V), asitli ortamda SCN iyonları ile birlikte bir kompleks oluşturur. [MoO(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 (CuSO₄ 5H₂O) 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 (C₆H₈O₆) 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 NH₄SCN 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 ampulüne (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) absorbasyonunu 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 :

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

Eğer kullanılan metot (9.3) ise :

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

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 ABSORBSİYON SPEKTROFOTOMETRİ YÖNTEMİ İLE GÜBRE NUMUNELERİNDEKİ ÇİNKO TAYİNİ

1. Amaç

Bu metot, gübre numunelerinin içindeki çinkonun atomik absorbsiyon 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. Prensiptir

Numunelere uygun sulandırma işleminden sonra çinko 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 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 absorbsiyon 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 :

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

Eğer kullanılan metot (9.3) ise :

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

Burada

Zn ; gübrede yüzde olarak ifade edilen çinko miktarı

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), (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 :

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

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 gübrelere 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 , $d_{20}=0,9g/ml$)

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. Ayırıştırılan 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 ERİYEN MİKRO ELEMENTLERİN BELİRLENMESİ

1.Amaç

Bu metot, suda eriyen aşağıdaki mikro elementlerin ayırıştırılması için bir yöntem önermektedir : bor, kobalt, demir, manganez, 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, manganez, 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 ayırıştırılır.

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, $d_{20} = 1,18$ 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

8.1 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.

Gübreinin 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.

8.2 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.

8.3 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 kullanılmaz. 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 10.3 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 ayrıştırılmalarında 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 ısıtılı 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 ABSORBSİYON SPEKTROFOTOMETRİ YÖNTEMİ İLE GÜBRE NUMUNELERİNDEKİ MİKRO ELEMENTLERİN TAYİNİ

(GENEL METOT)

1.Amaç

Bu metot, gübre numunelerinin içindeki demir ve çinko elementlerinin atomik absorbsiyon 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 absorbsiyon yöntemi ile çalışan spektrofotometri tanımlamalarını etkilemez.

3. Prensipt

Numuneden istenmeyen kimyasal türleri uzaklaştırmak ya da azaltmak için yapılabilen işlemde 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 yada lantan nitratı,1 litrelik dereceli bir şişede, 26,7 g lantan klorür heptahidrat ($LaCl_3 \cdot 7H_2O$) ya da 31,2 g lantan nitrat heksahidrat ($La(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$) ya da 26,2 g lantan sülfat nonahidrat ($La_2(SO_4)_3 \cdot 9H_2O$) 150

ml su içine katınız daha sonra 85 ml 6 M (4.1) hidroklorik asit ekleyiniz ve 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 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 alarak 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 uygularak boş bir deneme solusyonu hazırlayınız.

7.2. Şahit solüsyonların 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, 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 :

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

Ya da

E ; yüzde olarak ifade edilen gübre tayin miktarı

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

X_b ; 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

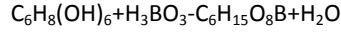
Bu metot, gübre numunelerinin içindeki bor tayini için bir yöntem belirlemektedir.

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. Prensipte

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 m (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 mıknatıslı 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 miknatıslı 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.

Standart NaOH (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 $\text{Co}(\text{C}_{10}\text{H}_6\text{ONO})_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 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 çökeltir. Süzildükten sonra, çökelti yıkanır ve sabit ağırlıklarda kurutulur, daha sonra $\text{Co}(\text{C}_{10}\text{H}_6\text{ONO})_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 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 sıgali P 16/ISO 4793 süzme potası.

5.2 $130 \pm 2^\circ \text{C}$ 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 çökelineye 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 başlayınca 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 0,0096381 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

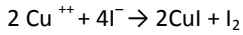
Bu metot, gübre numunelerinin içindeki bakır tayini için bir yöntem belirlemektedir.

2. Uygulama alanı

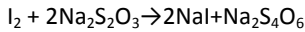
Bu metot, Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelikte öngörüldüğü şekilde toplam (bakır) veya suda eriyen (bakır) elementi beyan edilen ve bu Yönetmeliğin 10.1 ve 10.2 metotları ile elde edilen gübre numunelerinin analizlerinde kullanılır.

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 , $d_{20}=1,40 \text{ g/ml}$)

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 kaptaki saklayınız.

4.4. Amonyum hidroksit solüsyonu(1 + 1)

Bir hacim amonyak (NH_4OH , $d_{20} : 0,9 \text{ g/ml}$) ve bir hacim suyu karıştırınız.

4.5. sodyum tiyosülfat standart solüsyonu.

1000 ml dereceli bir şişeye 7,812 g sodyum pentahidrat tiosülfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 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 kaptaki ve ışıktan uzakta saklanmak zorundadır.

4.6. Potasyum iyodür (KI)

4.7. potasyum tiosinat (KSCN) solüsyonu (% 25 (w/v)). Bu solüsyonu plastik bir kaptaki 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. Isıttıcıdan çıkarınız ve 200 ml soğuk su ekleyiniz. Aksi taktirde 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 mıknaatıslı karıştırıcının üzerine koyunuz. Ucu erlenin içine koyunuz ve karıştırıcının hızını isteğinize göre ayarlayınız.

Solüsyondan serbest kalan kahverengi iyot renginin yoğunluğu azalana kadar bir büret yardımım ile sodyum tiosülfat şahit numunesini (4.5) dökünüz.

Amidon solüsyonundan 10 ml ekleyiniz (4.8)

Kırmızı renk neredeyse kaybolana kadar sodyum tiosülfat (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 H_2O_2 , $d_{20} = 1,11$ 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 μ g/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 absorbsiyon 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 hazırlanması, 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 (H_2SO_4 , d_{20} : 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 (HNO_3 , d_{20} :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 ($NaBiO_3$)

4.6 Kieselguhr

4.7 15 M ortofosforik asit (H_3PO_4 , d_{20} :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 ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$). 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 ($KMnO_4$) tartınız. Eritiniz ve 1000 ml'ye kadar su ile tamamlayınız.

4.10 0,1 M gümüş nitrat solüsyonu. 1,7 g gümüş nitratı ($AgNO_3$) eritiniz ve 100 ml'ye kadar su ile tamlayınız.

5. Aletler

5.1 Gözenekliliği 4 olan, 50 ml sıgali 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 ionlarının 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. Miknatıslı 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 manganer (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

METOT 10.10

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 ayrıştırılmalarında 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 – hidroksikinolesin (oksin) solüsyonu.

100 ml dereceli bir şişeye 3 g hidroksikinolesini 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 sığalı 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. Prensiptir

Numunelere uygun sulandırma işleminden sonra çinko atomik absorpsiyon 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 :

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

Eğer kullanılan metot (10.3.) ise :

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

Ya da

Zn ; gübrede yüzde olarak ifade edilen çinko miktarı

Xs ; mg/ml olarak ifade edilen deneme solüsyonun (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 ve HBED 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 EDDHA, o,o EDDHMA ve HBED 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 11.6

IDHA HESAPLANMASI

EN 15950: Yüksek performanslı likid kromatografi (HPLC) ile N-(1,2-dikarboksietil)-D,L-aspartik asit(İminodisüksinik asit,IDHA)'nın Hesaplanması.

Bu metot ring-test'e tabii tutulmuştur.

METOT 11.7

LİGNOSÜLFANATLAR'IN HESAPLANMASI

EN 16109: Gübrelerdeki komplekslenmiş Mikro Bitki Besin Maddesi Anyonlarının Hesaplanması- Lignosülfanatların belirlemesi.

Bu metot ring-test'e tabii tutulmuştur.

METOT 11.8

MİKRO BİTKİ BESİN MADDELERİNİN KOMPLEKSLENMİŞ FRAKSİYONLARININ VE MİKRO BİTKİ BESİN MADDELERİNİN KOMPLEKSLİ MUHTEVALARININ HESAPLANMASI.

EN 15962: Mikro Bitki Besin Maddelerinin Komplekslenmiş Fraksiyonlarının ve Mikro Bitki Besin Maddelerinin Kompleksli Muhtevalarının Hesaplanması.

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) Metotu kullanarak

Bu metot ring-test'e tabii tutulmuştur.

METOT 12.2

NBPT TAYİNİ

EN 15688: Gübeler- Üreaz inhibitör N-(n-bütil) tiyofosforik triamid (NBPT)'nin Yüksek performanslı likid kromatografi (HPLC) kullanarak tayini

Bu metot ring-test'e tabii tutulmuştur.

METOT 12.3

3 METİLPİRAZOL'UN HESAPLANMASI

EN 15905: Yüksek performanslı likid kromatografi (HPLC) ile 3 Metilpirazol'un Hesaplanması

Bu metot ring-test'e tabii tutulmuştur.

METOT 12.4

TRİAZOL'UN HESAPLANMASI

EN 16024: Ürede ve Üre İçeren Gübrelerde 1H,1,2,4- Triazol'un Hesaplanması -Yüksek performanslı likid kromatografi (HPLC) Metodunu Kullanarak.

Bu metot ring-test'e tabii tutulmuştur.

METOT 12.5

2-NPT'NİN HESAPLANMASI

EN 16075: Ürede ve Üre İçeren Gübrelerde N-(2-nitrofenil)fosforik triamid (2-NPT)'in Hesaplanması -Yüksek performanslı likid kromatografi (HPLC) Metodunu Kullanarak.

Bu metot 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 metot ring-test'e tabii tutulmuştur.

METOT 14

KARBONDİOKSİT

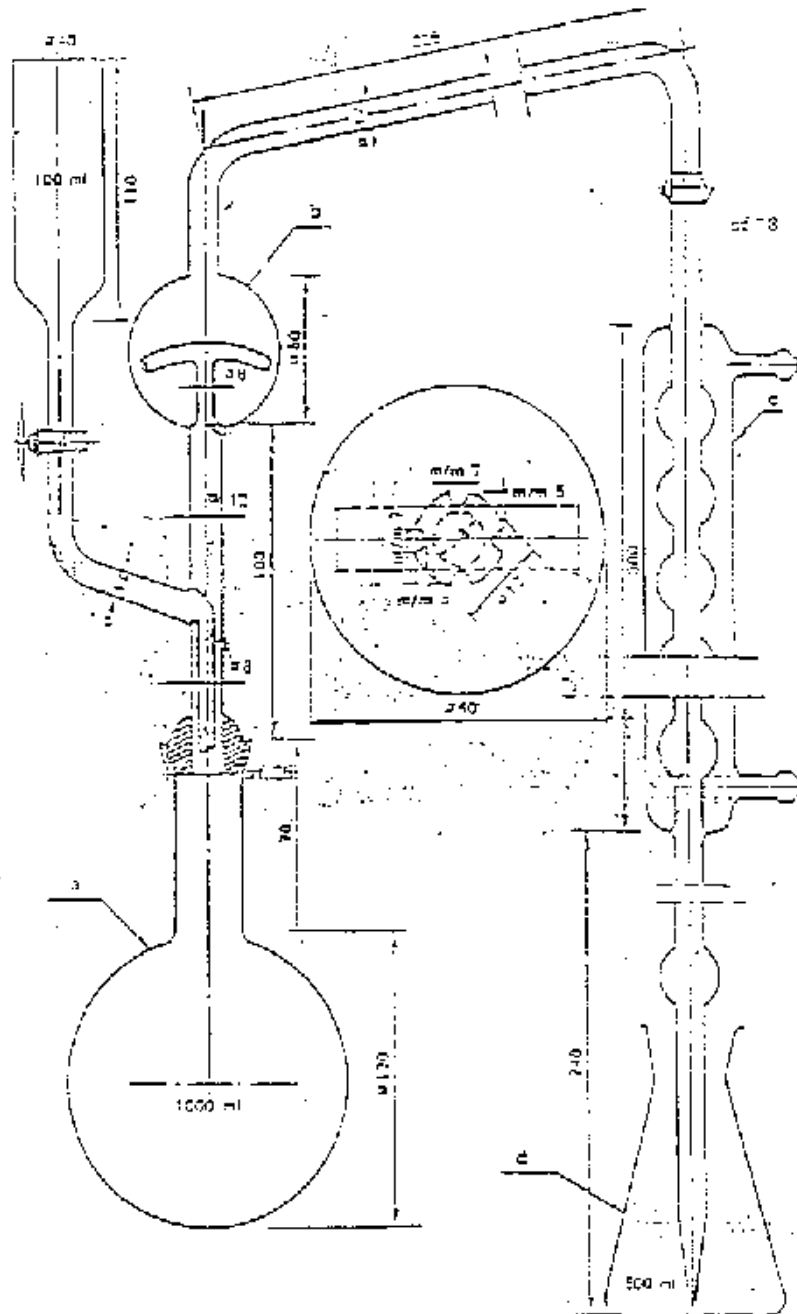
METOT 14.1

KARBONDİOKSİTİN TAYİNİ- BÖLÜM 1: KATI GÜBRELER İÇİN METOT

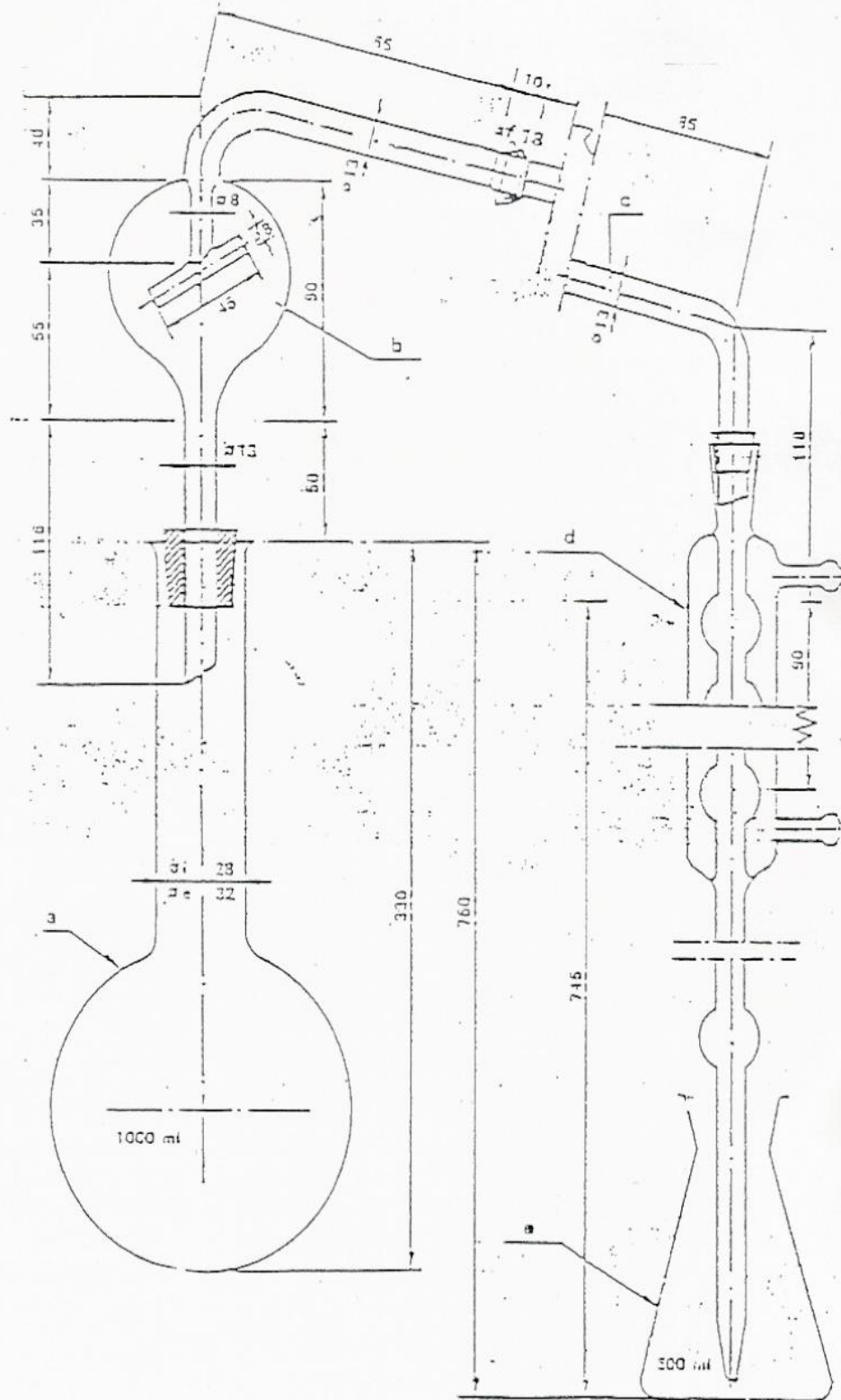
EN 14397-1:Gübreler ve kireçli materyaller. Karbondioksitin tayini. Bölüm 1: Katı gübreler için metot.

Bu metot ring-test'e tabii tutulmuştur.

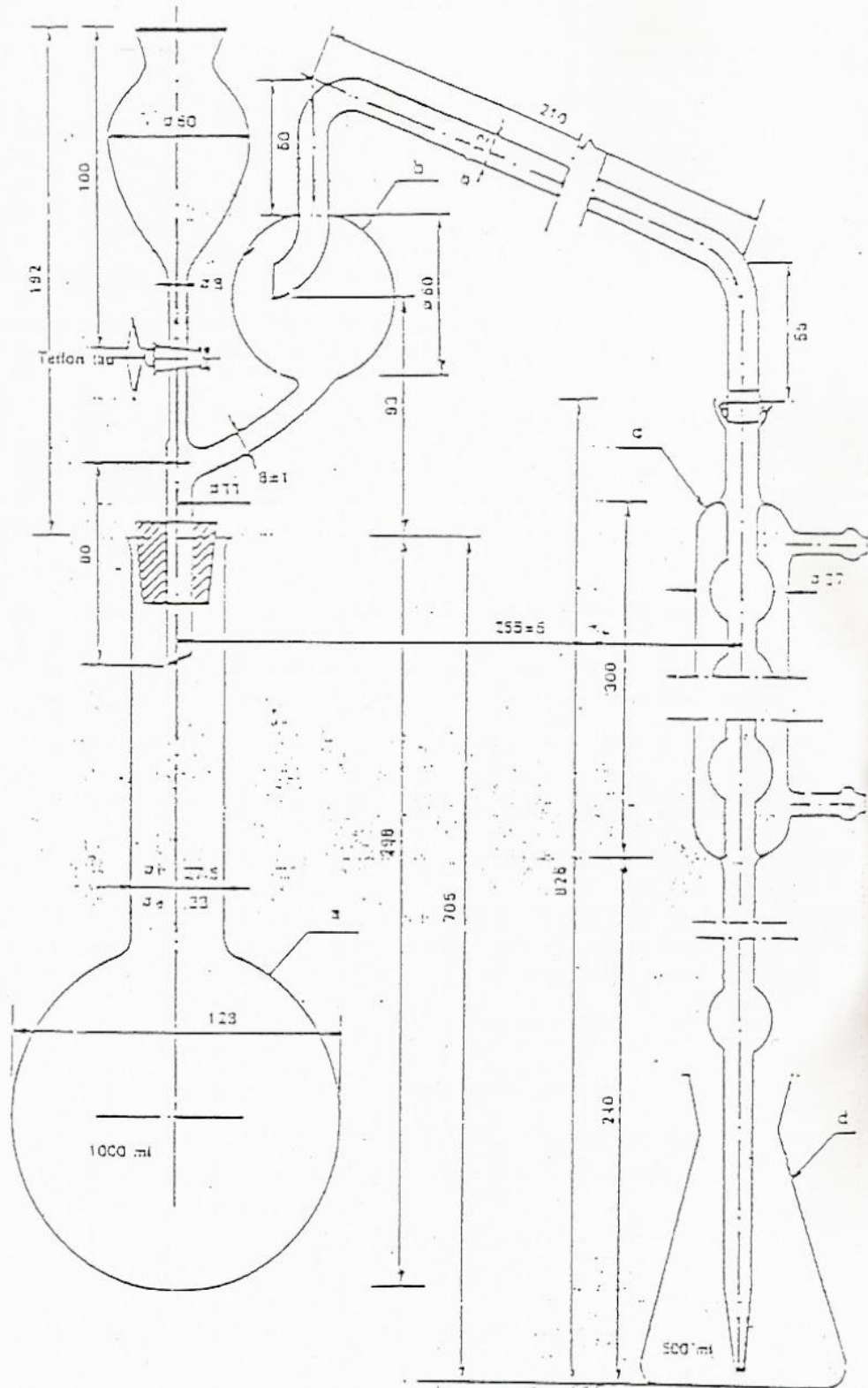
Şekil 2.



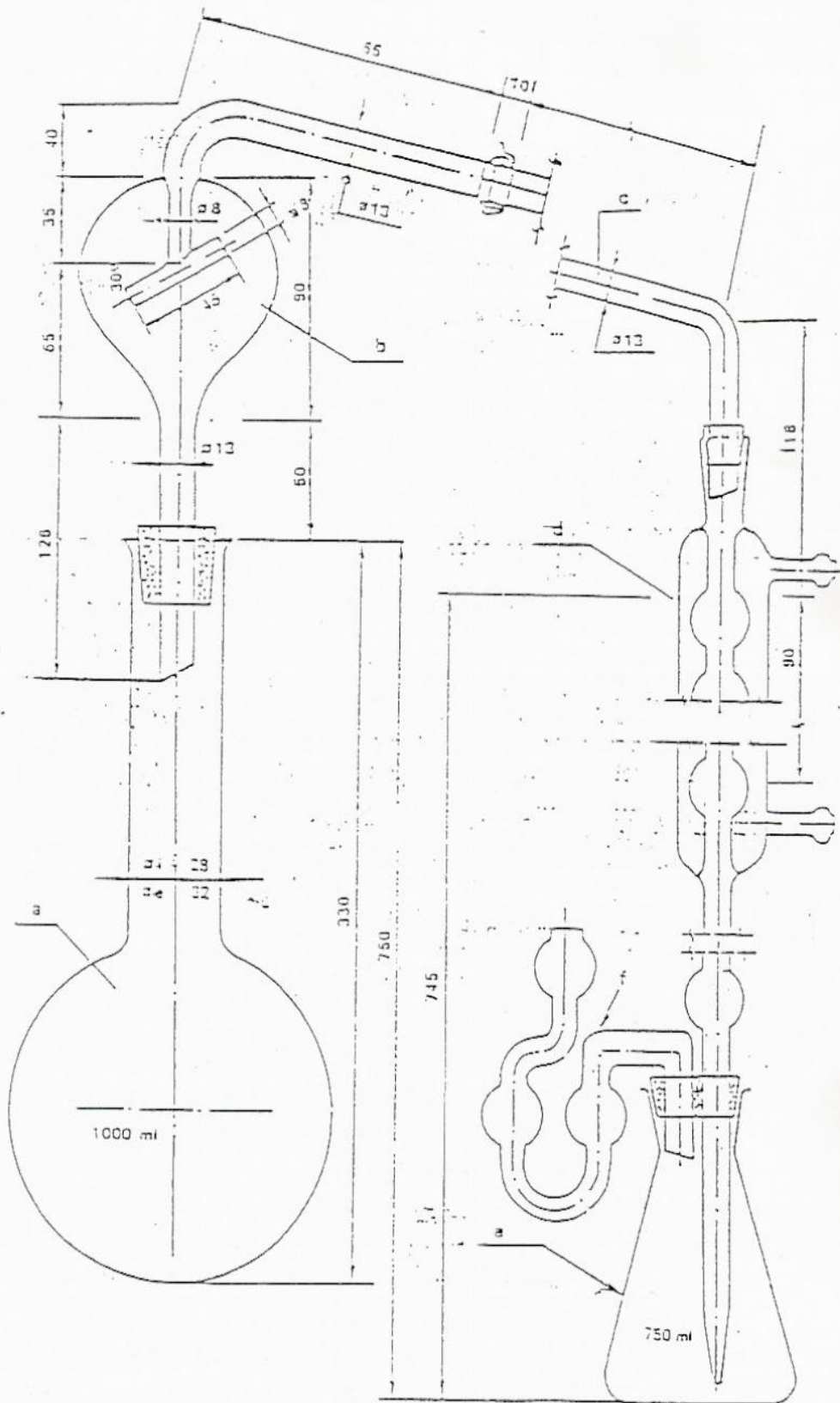
Şekil 3.



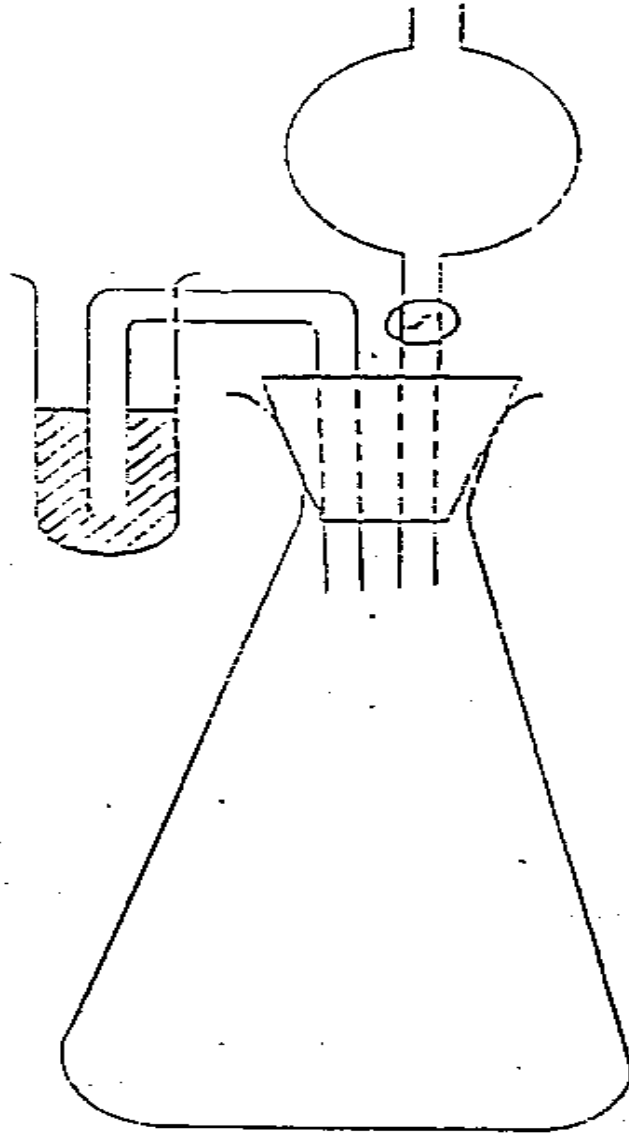
Şekil 4.



Şekil 5.

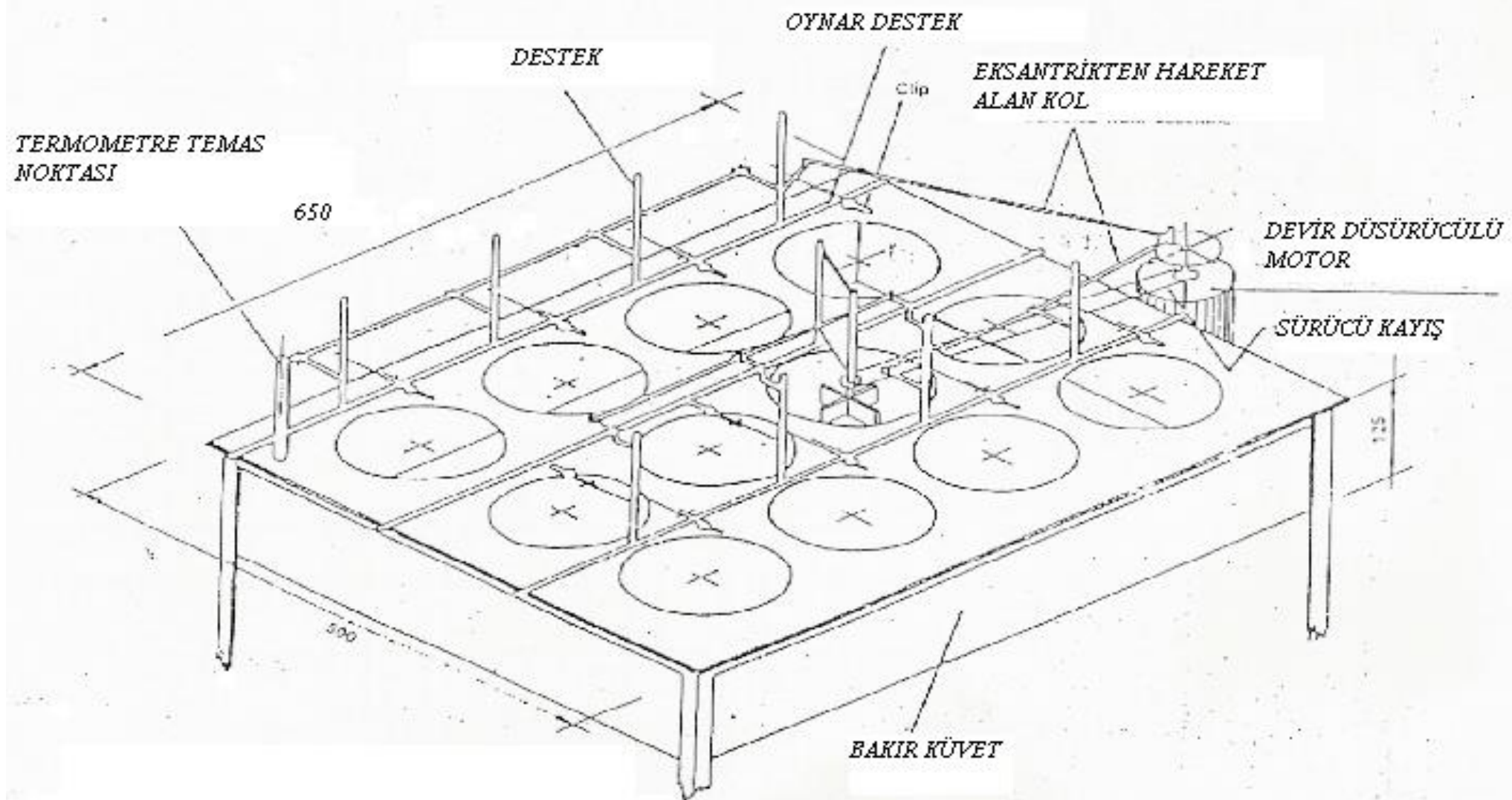


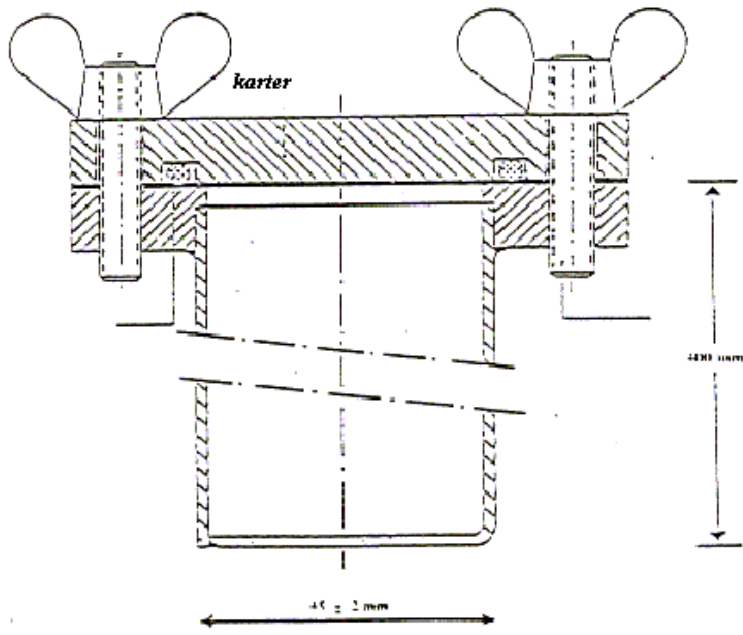
Asanyak azotu saptanması aleti:
(7.2.5.3);



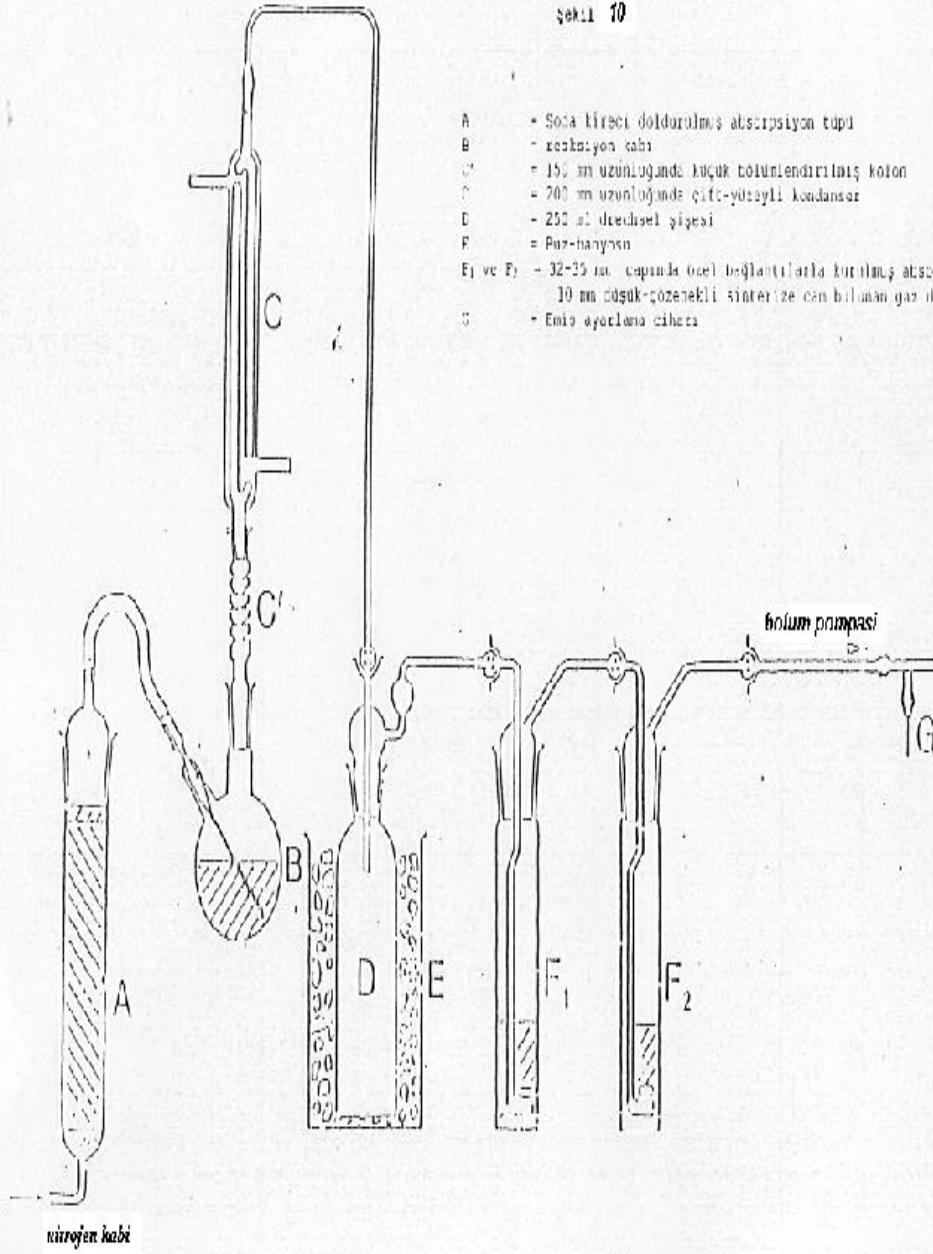
Şekil 7.

Üre azotu saptanması aleti
(7.2.6.1.)



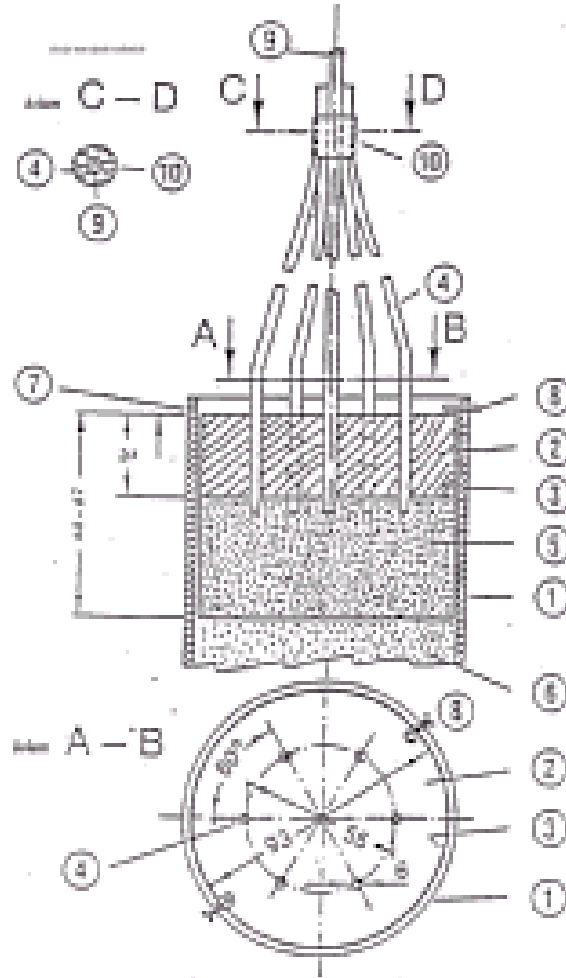


şekil 10



Şekil IV

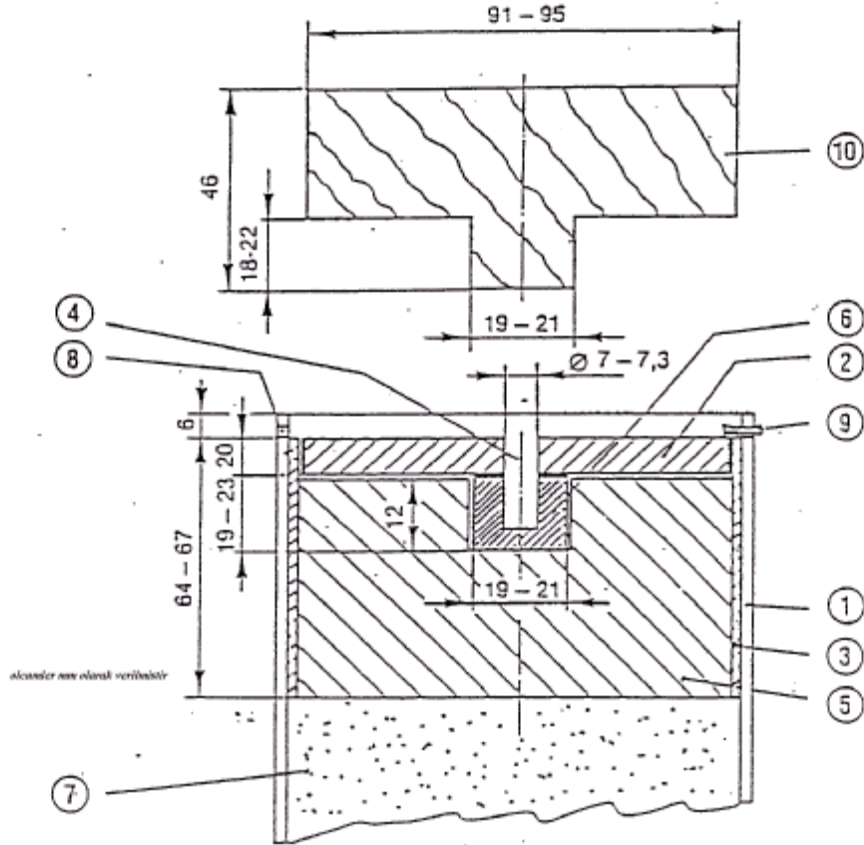
7 delikli atöplama garji



1. Çelik sap
2. 7 delikli tahna disk
3. Plastik pada mübarrre sacula silindirik
4. Akıslayıcı kollar
5. Plastik genişletici
6. Taç: çamurcu
7. 4 cm çapında içre parçacı için açılma delikleri
8. İçre parçacı için delikler
9. Tahna çubuk (No.4 ile çevrilmiş)
10. No.9'ün çevresindeki No.4'ün genişliği için yapılmış bir kasa

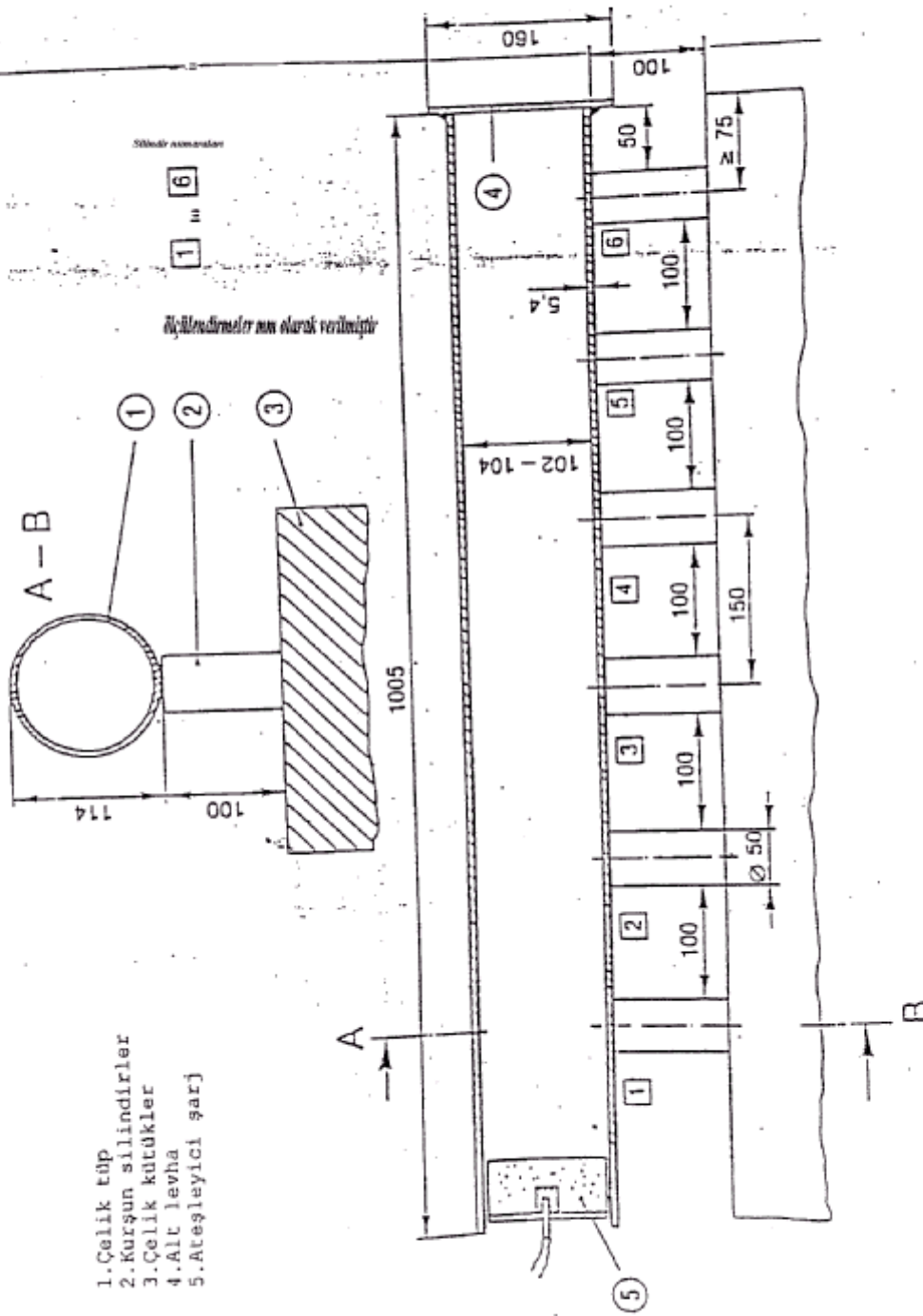
Şekil 12

Merkez ateşlemeli desteklenmiş garj



1. Çelik tüp
2. Tahya disk
3. Plastik yada mukavva silindir
4. Tahya çubuk
5. Plastik patlayıcı
6. Sıkıştırılmış sacma tanecekleri
7. Test numunesi
8. İğne yeri için 4 mm çapında açılmış delikler
9. İğne yeri için delik
10. No.5 için gerekli tahta

Ateşleme sahasına çelik tüpün yerleştirilmesi



GÜBRE ÜRETİCİ/DAĞITICI BİLGİ FORMU

İli :

İlçesi :

Üretici/Dağıtıcı Adı :

Üretici Lisans No :

Adresi :

Telefon Numarası :

Fax Numarası :

Bağlı Bulunduğu Vergi Dairesi Adı :

Vergi Kimlik Numarası :

T.C Kimlik Numarası :

Kayıtlı Olduğu Meslek Kuruluşunun

Adı :

Kayıt Numarası :.....

Üretici İse Üretim Tesisinin Adresi :.....

Depo Adresi ve Depoya ait Bilgiler :.....

Diğer Bilgiler

.....
.....
.....

Açıklamalar

.....
.....
.....
.....

ÜRT/DAĞITICI YETKİLİSİ

Adı Soyadı

Kaşe/İmza

Ek-5

KİMYEVİ GÜBRE LİSANSI İÇİN ÜRETİM YERİ UYGUNLUK RAPORU

...../...../20.. tarihinde, Kimyevi Gübre Üretim Lisansı almak isteyen, aşağıda ünvanı ve adresi belirtilen üretici kuruluşun adresine gidilerek, tarih ve sayılı Resmi gazetede yayımlanarak yürürlüğe girenYönetmeliğinde belirtilen asgari şartları taşıması gerekmektedir.

Üretici kuruluşun ünvanı:

Üretici kuruluşun fabrika adresi:

İş Yeri Adresi:

Üretim için kapalı müstakil bir alan mevcut mudur? : ()

Hammadde ve mamul maddenin depolanabileceği uygun bir alan var mıdır?: ()

Üretim tesisinin kapasitesine göre; ()

a)Karıştırıcı var mıdır? : ()

b)Tank var mıdır? : ()

c)Hassas tartı aleti var mıdır ? : ()

d)Değirmen var mıdır ? : ()

e)Elek var mıdır : ()

f)Çevre kirliliği yaratmaması için gerekli tedbirler alınmış mıdır? : ()

.....()

.....()

EVET: (E) HAYIR (H)

Diğer bilgiler :İlgili firma alet/ekipman ve tesis yönüyle Kimyevi Gübre üretimi için gerekli yeterliliğe sahiptir.
..../...../20...

KONTROL EDENLER

Denetçi

Denetçi

TASDİK EDEN

.....Şub.Müd.

Ek - 6

..... **LİSANS BELGESİ MÜRACAAT FORMU**

Adına Lisans Belgesi Düzenlenmesi İçin Başvuran Kurum veya Kuruluşun:	
Ticari Unvanı	
Faaliyet Konusu (üretici, ithalatçı)	
Adresi	
Telefon Numarası	
Faks Numarası	
Bağlı Olduğu Vergi Dairesi	
Vergi Numarası	
Sermayesi	
Kayıtlı Olduğu Meslek Kuruluşunun Adı ve Kayıt Belgesi Örneği	Ek olarak verilecek.
Üretici ise, üretim tesislerinin adresleri Fason ürettiriyor ise üretimi yapan firmanın ünvanı ve adresi	

Tarih:/...../20...

Kurum veya Kuruluşun

Temsilcisinin Adı ve Soyadı

İmza ve Kaşesi

Ek - 7

..... TESCİL BELGESİ MÜRACAAT FORMU

Tescil Belgesi Düzenlenmesi İçin Başvuran Kurum veya Kuruluşun:	
Adı	
Bakanlık Lisans Türü (Üretici/ Üretici(İthalatçı))	
Bakanlık Lisans No	
Ürünün	
Türü	
Tip ismi	
Cinsi	Katı () Sıvı ()
Marka veya Ticari Adı (varsa)	
Etikette Beyan Edilen Özellikleri:	

1-	
2-	
Vitamin, enzim, vs. miktarı (varsa)	
Kullanma dozu, sayısı, zamanı (varsa)	
Üretildiği ülke	
Üreticinin adı	
Üretim yerinin adresi	
Ambalaj Tipi	
Ambalaj Üzerindeki İşaretlemeler	

Tarih:/...../20...

Kurum veya Kuruluşun

Temsilcisinin Adı ve Soyadı

İmza ve Kaşesi

Ek - 8

KİMYEVİ GÜBRE İTHALAT İZNİ MÜRACAAT FORMU

İthalatçı Firmanın	
Ticari Unvanı	
Yazışma Adresi	
Konu ile Yetkili Kişinin Adı, Soyadı, İş Telefonu ve Gsm Numarası	
İthal Edilecek Ürünün	
Proforma Faturada Geçen Adı	
Yurt İçine Giriş Yapacağı Gümrük Kapısı	
Proforma Faturada Belirtilen Toplam Değeri	

Ürünün Menşei Ülkesi	
İthal Edilecek Ülke	
GTİP NO	
Gübre Tipi	
İthal Edilmesi İstenen Miktar(+ - %)	
Teslimat Şekli	
İthal Edilecek Gübrenin Kullanım Amacı	

Tarih:/...../20...

Kurum veya Kuruluşun

Temsilcisinin Adı ve Soyadı

İmza ve Kaşesi

Ek-9

T.C.

GIDA TARIM VE HAYVANCILIK BAKANLIĞI

Bitkisel Üretim Genel Müdürlüğü

06.04.2011 tarih ve 6223 sayılı Kanunun verdiği yetkiye dayanarak 03.06.2011 tarih ve 639 sayılı Gıda Tarım ve Hayvancılık Bakanlığının Teşkilat ve Görevleri hakkında Kanun Hükmünde Kararname' ve bu kararnameye istinaden yayımlananYönetmeliği gereği, aşağıda adı ve ünvanı yazılı kişi veya

kuruluşun başvurusu üzerine aşağıda ünvanı ve hakkında gerekli bilgiler verilen firmanın tarihli müracaatı değerlendirilerek ÜRETİCİ lisansı verilmesi uygun bulunmuştur.

..... LİSANS BELGESİ

Firmanın	
Ticari Adı*	
Verilen Lisans Türü (Üretici/ Üretici(ithalatçı))	
Verilen Lisans No	
Adresi*	
Telefon numarası	
Faks numarası	
Vergi dairesi	
Vergi numarası	
Sermayesi	
Bağlı bulunduğu sanayi ve/veya Ticaret Odasının adı ve kayıt Numarası ve tarihi	
Üretici ise, üretim tesislerinin	

Adresi* fason	
	

* Ad ve adres deęişiklikleri gün içinde Bakanlığa bildirilecektir.

Tarih: ../../20..

Not: İş bu belge verildięi tarihten itibarenyıl için geçerlidir.

Onaylayan.

Adı Soyadı

Ek-10

T.C.

GIDA, TARIM ve HAYVANCILIK BAKANLIĞI

Bitkisel Üretim Genel Müdürlüğü

KİMYEVİ GÜBRE TESCİL BELGESİ

06.04.2011 tarih ve 6223 sayılı Kanunun verdięi yetkiye dayanarak 03.06.2011 tarih ve 639 sayılı Gıda Tarım ve Hayvancılık Bakanlığının Teşkilat ve Görevleri hakkında Kanun Hükmünde Kararname' ve bu kararnameye istinaden yayımlanan Yönetmelięi gereęi, aşağıda adı ve ünvanı yazılı kiři veya kuruluşun başvurusu üzerine aşağıda özellikleri verilen kimyevi gübre tescil edilerek satıřa sunulabilir bulunmuştur.	
Firmanın	
Adı	
Bakanlık Lisans Türü	
Bakanlık Lisans No	
Kimyevi Gübrenin	
Tip İsmi	

Düzenlenirken Esas Alınan Kriter	
Verilen Bakanlık Tescil No	
Marka veya Ticari Adı (varsa)	
Ambalaj Üzerindeki İşaretlemeler	
Firmanın Ticari Ünvanı veya Kısa Adı	
Gübre Tip İsmi	
Beyan edilen özellikler	
Üretildiği Ülke	
Net Ağırlık	
Depolama Sıcaklığı	
Veriliş Nedeni	
Diğer İşaretler	

İş bu belge verildiği tarihten itibaren yıl geçerlidir.

Tarih: ../../.....

Onaylayan

Adı Soyadı

T.C.

GIDA TARIM VE HAYVANCILIK BAKANLIđI
İl M¼d¼rl¼đ¼

Sayı :

Konu : İthalata Uygunluk

Belge No:

.....

.....

İLGİ : tarih ve sayılı yazınız.

Ekonomi Bakanlıđının g¼bre ithaline ilişkin ithalat :/..... nolu Tebliđi geređince, **tarımsal/sanayi amaçlı kullanılmak.** ¼zere aŗađıda ¼zellikleri ve miktarları yazılı toplam ton/kg./lt. g¼brenin ithali uygun g¼r¼lm¼ŗt¼r.

Bilgilerinizi ve geređini rica ederim.

Adı Soyadı

Bakan a.

Genel M¼d¼r Yardımcısı

ORİJİNİ

GTİP

CİNSİ

MİKTARI

NOT : 1- İşbu belge tarihine kadar geçerlidir.

2- Fiili ithalat müteakip 15. (onbeş) günün bitimine kadar **fatura, gümrük beyannamesi ve gümrük makbuzunun** ilgili yerlerden onaylı birer nüshaları ile birlikte **uygunluk belgesinin aslı** belgenin alındığı Genel Müdürlük/İl Müdürlüğüne teslim edilecektir.

3-Fiili ithalat miktarı ve parasal tutarı, uygunluk belgesinin ön veya arka yüzüne yazılarak gümrükçe onaylanacaktır.

4- Gübrenin serbest dolaşıma girişinden evvel gümrüğe girdiği yerlerde **TSE** yetkililerince numune alınarak Gübre Denetim Yönetmeliğinin ekinde yer alan analiz metotlarına göre analize tabii tutulup, Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelerle Dair Yönetmelikte yer alan normlara uygunluğu sağlandıktan sonra gümrük girişine izin verilir.

5- Firma, Nitratlı Gübrelerde 2008/3 sayılı Genelge doğrultusunda Bakanlığımıza bilgi ve belge akışını sağlamak zorundadır.

Ek-12

ÜRETİM TESİSİ DENETİM TUTANAĞI

Tutanak No:

06.04.2011 tarih ve 6223 sayılı Kanunun verdiği yetkiye dayanarak 03.06.2011 tarih ve 639 sayılı Gıda tarım ve Hayvancılık Bakanlığının Teşkilat ve Görevleri hakkında Kanun Hükmünde Kararname' ve bu

kararnameye istinaden yayımlanan Gübre Denetim Yönetmeliği gereği, aşağıda adı ve adresi yazılı üreticinin üretim tesisinde yapılan denetimin tutanağıdır.

Kontrol kriterleri	Evet	Hayır
Üretim Tesisinin Binası Yeterlimi		
Üretim Tesisinin Ekipman Durumu Yeterlimi		
Çevre Kirliliğine Karşı Yeterli Tedbir Alınmış mı		
Üretilen Gübre tiplerinin analizi için laboratuvarı ve yeterli alet ekipmanı Mevcut mu?		
Üretim Tesisinin laboratuvarı Yoksa Anlaşma yaptığı Laboratuar var mı?		
Üretilen Gübrelerin kontrol analiz sonuçları kayıtları mevcut mu?		
Üretimden Sorumlu Personeli (ziraat mühendisi, kimya mühendisi) mevcut mu?		
Üretim İzni, Lisans, Ürünlere ait Tescil Belgesi ve Onaylı Etiket Örneği var mı? Bu Belgelerin Geçerlilik süresi devam ediyor mu?		
Tesiste hammadde deposu, üretim üniteleri, dolum tesisleri, ambalaj üniteleri, vb. üretim zincirinin durumu?		
Tesiste hammadde deposu, üretim üniteleri, dolum tesisleri, ambalaj üniteleri, mamul madde depolarının birbirlerine bağlantılarında yeterli güvenlik tertibatı alınmış mı?		
İşçiler için yemekhane, soyunma-giyinme odaları lavabo WC v.b yerler var mı?		
Üretim yerinin, şirketin isminin yazılı olduğu tabelası varmı		

ÜRETİM TESİSİ KONTROL HEYETİ

ÜRETİM YERİ YETKİLİSİ

Adı Soyadı

Adı Soyadı

Adı Soyadı

Belge No:

Belge No:

Kaşe/İmza

İmza

İmza

(Numune torbasına konulan)

Ek-13

İşyeri Denetim Tutanağı

T.C. GIDA TARIM VE HAYVANCILIK BAKANLIĞI İL MÜDÜRLÜĞÜ	
Denetlenen işyeri Adı	
İşyeri Yetkilisinin Adı Ve Soyadı	
Sorumlu Yöneticinin Adı Ve Soyadı	
Denetim Tarihi	
Denetim Şekli	
Lisans Ve Tescil No	

Tespit Edilen Eksikler		
AÇIKLAMALAR		
Denetimi Yapan İl Müdürlüğü Yetkilisinin		Denetlenen Bayi Yetkilisinin
Adı Soyadı	Adı Soyadı	Adı Soyadı
Denetçi No	Denetçi No	Tarih
İmza	İmza	İmza

Ek-14

T.C.

..... VALİLİĞİ

İL GIDA TARIM VE HAYVANCILIK MÜDÜRLÜĞÜ

GÜBRE NUMUNE ALMA TUTANAĞI

TUTANAK NO:

Denetim Şekli : Piyasa () Şikayet ()

İli :

İlçesi :

Numunenin Kodu : (İşyerine verilecek nüshada doldurulmayacak)

Dağıtıcı (Bayi) Adı : (Kodlu nüshada doldurulmayacak)

Üretici (İthalatçı) Adı : (Kodlu nüshada doldurulmayacak)

Üretici(İthalatçı) Lisans No : (Kodlu nüshada doldurulmayacak)

Gübrenin Ticari Adı : (Kodlu nüshada doldurulmayacak)

Gübrenin Tip ismi : (Kodlu nüshada doldurulmayacak)

Gübrenin Tescil numarası : (Kodlu nüshada doldurulmayacak)

Gübrenin Parti/Seri/Şarj/Lot numarası :

Gübrenin Ambalaj büyüklüğü :

Numune Alma tarihi :

Gübrenin İçeriği :

:

:

03/06/2011 tarih ve 639 Sayılı Gıda Tarım ve Hayvancılık Bakanlığının Teşkilat ve Görevleri hakkındaki Kanun Hükmünde kararname ve 4703 sayılı Ürünler İlişkin Teknik Mevzuatın Hazırlanması ve Uygulanmasına Dair Kanuna istinaden, yukarıda yazılı bilgileri içeren gübrenin, tetkik edilerek açılmamış olduğu anlaşılan orijinal ambalajından; Üretim yeri/İthalat deposu/Bayi satış yerinden usulüne göre heyetimizce alınan 4(dört) adet gübre numunesi/ambalaj numunesi, numune torbalarına konularak ağızları mühür ile mühürlenmiştir. 4

(dört) nüsha olarak tanzim edilen ve numune alma ambalajına konulan tutanak, şahit numune ile birlikte Üreticiye/İthalatçıya/Bayiye teslim edilmiştir.

Not: 4 adedi kodlu doldurulacak, Ayrıca, 1 adedi kodsuz bir adedi kodlu olmak üzere tüm bilgiler yazılarak doldurulacak kodsuz olan işyerine verilecek kodlu olan denetleyen birimde kalacak.)

NUMUNE ALMA HEYETİ

ÜRT/İTH/BAYİ YETKİLİSİ

Adı Soyadı

Adı Soyadı

Adı Soyadı

Belge No:

Belge No:

Kaşe/İmza

İmza

İmza

(Numune torbasına konulan

nüshalarda sadece imza yer alacak)

Ek-15

NUMUNE TANITIM BELGESİ

Ürünün Kodu	
Denetlenen Kuruluşun	
Adı	
Adresi:	
Üretici/İthalatçı Firma Adı	
Üretici/İthalatçı Lisans no	
Ürünün Ticari Adı	
Ürünün Tescil No	
Ürünün parti-şarj veya lot no	
Ürünün Sınıfı(Kimyevi/Organik)	
Ürünün Türü	
Ürünün Tipi	
Ürünün Cinsi	
Ürünün Parti Miktarı	

Ambalaj Cinsi	
Ürünün etiket bilgileri	
Numunenin Alındığı Tarih	
Diğer Bilgiler	
Denetçi :	Denetçi :
Adı Soyadı:	Adı Soyadı:
Belge No :	Belge No :
İmza :	İmza :
	Denetlenen İşyeri Yetkilisinin
	Adı Soyadı:
	Görevi :
	İmza :

T.C.VALİLİĞİ İL GIDA TARIM VE HAYVANCILIK MÜDÜRLÜĞÜ	
TARİH	
CİLT	
SAYFA NO.	
ANALİZ ÜCRETİ TAHSİL FİŞİ	
ANALİZ ÜCRETİ TAHSİL EDİLECEK MUHATABIN İŞYERİNİN	
UNVANI	
ADRESİ	
BAĞLI OLDUĞU TİCARET ODASININ ADI	
KAYIT NUMARASI VE TARİHİ	
BAĞLI BULUNDUĞU VERGİ DAİRESİ	
VERGİ NUMARASI	
TÜRÜ-FAALİYET ALANI	
İŞYERİ YETKİLİSİNİN	
ADI-SOYADI	
İKAMETGAH ADRESİ	

ANALİZ ÜCRETİNİN TAHSİL NEDENİ	4703 Sayılı Ürönlere İlişkin Teknik Mevzuatın Hazırlanması ve Uygulanmasına Dair Kanunun 10 cu maddesinin ikinci bendine göre analiz sonucuna göre gübrenin teknik düzenleme-standarda uygun olmadığı tespit edilmesi sonucu
ÖDENMESİ GEREKEN ANALİZ ÜCRETİNİN :	
MİKTARI :	
ÖDENECEĞİ VERGİ DAİRESİ :	
SON ÖDEME TARİHİ :	Tebliğ tarihinden itibaren 30 gün içinde
Kararı Düzenleyenler :	
Denetçi	Denetçi
Adı-Soyadı :	
Unvanı :	
İmzası :	
Kontrol eden	İL MÜDÜRÜ
Adı Soyadı :	Adı-Soyadı :
Unvanı :	Unvanı :
İmza :	İmza :
Ek-17	
T.C.	
.....VALİLİĞİ	
İl Gıda Tarım ve Hayvancılık Müdürlüğü	
TARİH	
CİLT	
SAYFA NO	
İDARİ PARA CEZASI KARARI	
PARA CEZASI MUHATABININ	
UNVANI	

ADRESİ	
BAĞLI OLDUĞU TİCARET ODA ADI	:
BAĞLI BULUNDUĞU VERGİ DAİRESİ	:
VERGİ NUMARASI	:
TÜRÜ-FAALİYET ALANI	:
İŞYERİ YETKİLİSİNİN	
ADI –SOYADI	:
T.C KİMLİK ve VERGİ MUMARASI	:
KESİLEN PARA CEZASININ :	:
Türü : İdari Para Cezası	:
NEDENİ	
Yasal Dayanağı: 4703 sayılı Ürünlere ilişkin Teknik Mevzuatın Hazırlanması ve Uygulanmasına Dair Kanunun 12 inci maddesininşikkına göre ürün denetimi sonucu uygulanan para cezası	
KESİLEN PARA CEZASININ :	
MİKTARI	:.....TL
ÖDENECEK YER	 İli Muhasebe Müdürlüğü
	:.....İlçesi Mal Müdürlüğü
SON ÖDEME TARİHİ	: Tebliğ tarihinden itibaren 30 gün içinde
Kesilen para cezasının taksitle ödenmek istenmesi halinde; tebliği tarihinden itibaren 15 gün içinde	
İl Müdürlüğüne başvurma zorunluluğu vardır.	
KESİLEN PARA CEZASININ PEŞİN ÖDENMESİ HALİNDE	
ÖDENECEK MİKTAR(1/4 oranında indirimli):	:.....TL
Peşin ödeme halinde ödenecek yer	: İli Muhasebe Müdürlüğü
	:.....İlçesi Mal Müdürlüğü
Son Ödeme Tarihi	: Tebliğ tarihinden itibaren 15 gün içinde
KESİLEN PARA CEZASINA İTİRAZ EDİLMESİ HALİNDE	
Kararın Tebliğ tarihinden itibaren en geç 15 gün içinde, Sulh Ceza mahkemelerine başvurulabilir. Bu süre içinde başvurunun yapılmamış olması halinde idari yaptırım kararı kesinleşir.Mücbir sebebin varlığı dolayısıyla bu sürenin geçirilmiş olması halinde; bu sebebin ortadan kalktığı tarihten itibaren en geç yedi gün içinde karara karşı başvuruda bulunabilirler.Bu başvuru	

kararın kesinleşmesini etkilemez. Ancak mahkeme yerine getirmeyi durdurabilir.		
İtiraz merci	: Sulh Ceza Mahkemesi	
İtirazın reddi halinde cezanın ödeme tarihi ve	: Tebliğ tarihinden itibaren 15 gün sonraki tarih	
İtirazın reddi halinde cezanın ödeme yeri	: Vergi Dairesi	
Belirlenen süre içerisinde ödenmeyen cezaların kesinleşmesi halinde; takip ve tahsil işlemleri 6183 sayılı Kanun çerçevesinde yerine getirilecektir.		
Kararı Düzenleyenler		Kontrol Eden
Adı- Soyadı :	Adı- Soyadı :	Adı- Soyadı :
Ünvanı :	Ünvanı :	Ünvanı :
İmzası :	İmzası :	İmzası :
Onaylayan		
Adı- Soyadı :		
Ünvanı :		
Tarih :		
İmza :		
TEBLİĞ TARİHİ :.....		

Ek-18

YEDD-İ EMİN TUTANAĞI

Denetim tarihi	
Denetimin yapıldığı işyeri adı	
Adresi: İl-ilçe- köy adı adresi	
Ürünün ait olduğu firmanın adı ve lisans nosu	
Ürünün ticari adı	
Ürünün tescil nosu	

Ürünün cinsi ve tip adı	
Ürünün parti-şarj veya lot no	
Ürün ağırlığı ve miktarı	
Ürünün sınıfı kimyevi / organik	

4703 sayılı Kanun, ve buna dayanılarak hazırlananYönetmeliğine gereği,

Bitkisel Üretim Genel Müdürlüğünce İl Müdürlüğümüze,bildirilen ve yukarıda bilgileri bulunan ürünün, İl Müdürlüğümüzce teslim alındığına dair tutanaktır.

İşbu tutanak 1 (bir) sayfa 2 (iki) nüsha olarak düzenlenerek imza altına alınmıştır./.../....

..... İl Tarım Müdürlüğü

Adı ve Soyadı

Adı ve Soyadı

İşyeri yetkilisi

Adı ve Soyadı

İmza

İmza

İmza Kaşe

YEDD-İ EMİN TUTANAĞI

Denetim tarihi	
Denetimin yapıldığı işyeri adı	
Adresi: İl-ilçe- köy adı adresi	
Ürünün firma adı ve lisans nosu	
Ürünün ticari adı	
Ürünün tescil no tes. bilgisi	
Ürünün etiket bilgileri	
Ürünün cinsi ve tip adı	
Ürünün parti-şarj veya lot no	
Ürünün ağırlığı ve miktarı	
Ürünün sınıfı kimyevi / organik	

--	--

4703 sayılı Kanun, ve buna dayanılarak hazırlananYönetmeliği gereği,

.....**yazı ile bildirilen/ olduğundan /
olmadığından / olduğu tespit edilen** ve yukarıda bilgileri bulunan ürünün, bu nedenle satışının durdurularak,
işyerine yedd-i emin olarak teslim edildiğine dair tutanaktır.

İşbu tutanak 1 (bir) sayfa 2 (iki) nüsha olarak düzenlenerek imza altına alınmıştır./.../20..

..... İl Müdürlüğü

Adı ve Soyadı

Adı ve Soyadı

İşyeri yetkilisi

Adı ve Soyadı

İmza

İmza

İmza Kaşe

GÜBRE SATIŞ SÖZLEŞMESİ ÖRNEĞİ

İş bu sözleşme aşağıda satıcı ve alıcı şeklinde kimlik bilgileri, ticari bilgileri yer alan kişi veya kuruluşlar arasında gübre satışı konusunda düzenlenmiştir. Sözleşmede yer alan bilgilerin doğruluğundan taraflar sorumludur.

- 1- Bu sözleşme yıl geçerlidir. Bu sürenin bitiminde taraflardan biri itiraz etmediği takdirde sözleşme yıl kadar uzatılmış sayılır.
- 2- Alıcı tarafından gübrenin kimyasal ve fiziksel özellikleri bozulamaz. Ambalaj ve etiketi üzerinde değişikliğe gidilemez.
- 3- Satıcı alıcıya teknik düzenlemeye uygun gübre teslim etmek mecburiyetindedir. Teslim tarihinden sonra teknik düzenlemeye aykırılık ve ikinci maddedeki hususların meydana gelmesi halinde uygulanması muhtemel idari para cezalarının muhatabı alıcıdır.
- 4- Satıcı Alıcıya Gübre Lisans ve Tescil Belgelerinin onaylı birer suretlerini vermekle yükümlüdür.
- 5- Anlaşmazlık halindeMahkemeleri yetkilidir.

SATICI

ALICI

Kişi veya Kuruluş yetkilisinin

Adı Soyadı

Doğum Tarihi ve Yeri

Anne Ve Baba Adı

Nüfus Cüzdanı Seri No

Ticari unvanı

Ticari Adresi

Baęlı Olduęu Vergi Dairesi

Vergi Numarası

Satışı Yapılan Kimyevi Gbrenin Menęei

Kiři veya Kuruluř Yetkilisinin kaře ve imzası

Not: reticiler daęıtıcılarla bu řekilde szleřme dzenleyebilirler.

Ek-21

NUMUNE ALMA ETİKETİ



**BU AMBALAJDAN GÜBRELERİN PİYASA GÖZETİMİ VE DENETİMİ
YÖNETMELİĞİ**

GEREĞİ DENETİM AMACIYLA NUMUNE ALINMIŞTIR.

GÜBRE MUAYENE VE DENEY RAPORU			
		Rapor Tarihi	
Rapor No		Numenin Kod Numrarası	
Denetim Yapılan		Gübrenin	
İl		Sınıfı	
İlçe		Türü	
Kurum ve Kuruluşun Adı		Tipi	
Tarih		Cinsi	
Deney Sonuçları		Muayene Sonuçları	
		Ambalaj cinsi	
		Ambalaj veya Etiket üzerindeki işaretlemeler	
Notlar:			
Teknik düzenlemesi bulunmayan ürünlerin deneylerinin yapıldığı deney metodlarının adı no			

Muayene Deneyi Yapan

[illegible]

TOPLAM				

Düzenleyen
Denetçi

Kontro Eden
Şube Müdürü

NOT: Her yıl Ocak ayı sonuna kadar Genel Müdürlüğe gönderilir.