

Tarım ve Köyişleri Bakanlıđından :

Kimyevi Gübre Denetim Yönetmeliđi

BİRİNCİ KISIM Genel Hükümler ve Denetim

BİRİNCİ BÖLÜM Amaç, Kapsam, Dayanak ve Tanımlar

Amaç

Madde 1- Bu Yönetmelik; kimyevi gübre üreten, ithal eden ve tüketenlerin haklarının korunması ve teknik düzenlemesi bulunan kimyevi gübrelerin teknik düzenlemelerinde belirtilen şartlara, teknik düzenlemesi bulunmayan kimyevi gübrelerin Türk standartlarına veya uluslar arası kabul gören standartlara veya Bakanlıkça onaylanmış tescil belgelerinde belirtilen özelliklere ve işaretleme kurallarına uygunluđunun piyasa denetiminin sağlanması, sektörün kayıt altına alınması amacıyla 77/535/EC, 87/94/EC ana direktifleri ile 87/566/EC tadil direktifine de uyum sağlanarak hazırlanmıştır.

Kapsam

Madde 2- Bu Yönetmelik; tarımsal üretimde kullanılmak için üretilen, ithal edilen ve satılan kimyevi gübrelerin piyasa denetimi, denetimine ilişkin işlemler ile kimyevi gübrelerin üretimi, ithali, alımı ve satımıyla uğraşan gerçek ve tüzel kişilerle ilgili hususları kapsar.

Dayanak

Madde 3- Bu Yönetmelik; 7/8/1991 tarihli ve 441 sayılı Tarım ve Köyişleri Bakanlıđı'nın Kuruluş ve Görevleri Hakkında Kanun Hükümünde Kararname'ye, 20/08/2001 tarihli ve 2001/2960 sayılı Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelerin Yurt İçinden ve Yurt Dışından Tedariki, Dağıtımı ve Desteklenmesine İlişkin Uygulamaların Yürürlükten Kaldırılması Hakkında Bakanlar Kurulu Kararına ve 4703 sayılı Ürünlere İlişkin Teknik Mevzuatın Hazırlanması ve Uygulanmasına Dair Kanun hükümlerine dayanılarak hazırlanmıştır.

Tanımlar

Madde 4- Bu Yönetmelikte yer alan terimlerden;

- a) **Bakanlık :** Tarım ve Köyişleri Bakanlıđı'nı
- b) **Genel Müdürlük :** Tarımsal Üretim ve Geliştirme Genel Müdürlüğü'nü,
- c) **Yetkili kuruluş :** Kimyevi gübrelerle ilişkin teknik mevzuat hazırlamaya ve yürütmeye yasal olarak yetkili bulunan ve bu Yönetmelik hükümlerini uygulayacak olan Bakanlık ve Tarım İl müdürlüğünü,
- d) **Tarım İl Müdürlüğü :** Tarım ve Köyişleri Bakanlıđı'nın il düzeyindeki Müdürlüğünü,
- e) **Tarım İlçe Müdürlüğü :** Tarım ve Köyişleri Bakanlıđı'nın ilçe düzeyindeki Müdürlüğünü,
- f) **Üretici :** Kimyevi gübre üreten, imal eden, ıslah eden veya ürüne adını, ticari markasını veya ayırt edici işaretini koymak suretiyle kendini üretici olarak tanıtan gerçek veya tüzel kişi, üreticinin Türkiye dışında olması halinde, üretici tarafından yetkilendirilen temsilci ve/veya ithalatçı ve ürünün tedarik zincirinde yer alan, faaliyetleri ürünün güvenliğine ilişkin özelliklerini etkileyen gerçek veya tüzel kişiyi,
- g) **Dağıtıcı :** Kimyevi gübre tedarik zincirinde yer alan ve faaliyetleri ürünün güvenliğine ilişkin özelliklerini etkilemeyen, kimyevi gübrelerin perakende ve toptan alımını satımını yapan gerçek veya tüzel kişiyi,
- h) **Tüketici :** Tarımsal üretim amacıyla kimyevi gübreyi satın alıp kullanan gerçek veya tüzel kişiyi,
- i) **Kimyevi gübre:** Bileşiminde bir veya birden fazla bitki besin maddesi ihtiva eden ve kimyasal yöntemlerle üretilmiş; granül, pril, pelet, kristal, toz, gaz, çözelti veya süspansiyon halde bulunan, doğrudan doğruya sulandırılarak veya çözülerek toprađa veya püskürtmek suretiyle yaprak ve toprak üstü aksamalara uygulanan kimyasal maddeleri,

k) 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 iz elementleri,

l) 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,

m) Teknik düzenleme: Kimyevi gübrenin 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,

n) Özellik : Teknik düzenlemesi bulunan kimyevi gübrelerin teknik düzenlemede, teknik düzenlemesi bulunmayan kimyevi gübrelerin Türk standartlarında veya uluslar arası kabul gören kriterlerinde, ambalaj veya etiket üzerindeki işaretlemelerinde veya Bakanlıkça onaylanmış tescil belgelerinde belirtilen kimyasal ve fiziksel nitelikleri,

o) İşaretleme: Teknik düzenlemesi bulunan kimyevi gübrelerin teknik düzenlemede, teknik düzenlemesi bulunmayan gübrelerin Bakanlıkça onaylanmış tescil belgelerinde belirtilen ambalaj işaretlemeleri,

p) Güvenli ürün : Kullanım süresi içinde, normal kullanım şartlarında risk taşımayan veya kabul edilebilir ölçülerde risk taşıyan ve temel gerekler bakımından azami ölçüde korunma sağlayan ürünü,

r) Piyasa gözetimi ve denetimi : Kimyevi gübrelerin piyasaya arzı veya dağıtım aşamasında veya kimyevi gübre piyasada iken; ilgili teknik düzenlemeye uygun olarak üretilip üretilmediğinin ve güvenli olup olmadığının denetlenmesi veya denetlettirilmesini,

s) Temel gerekler : Kimyevi gübrenin insan sağlığı, can ve mal güvenliği, hayvan ve bitki yaşamı ve sağlığı, çevre ve tüketicinin korunması açısından sahip olması gereken asgari güvenlik şartlarını,

t) Şikayet denetimi : Yurt içinde satılan kimyevi gübrelerin; özellikleri ve işaretlemeleri hakkında tüketicilerin şikayeti üzerine, sadece şikayete konu olan kimyevi gübrenin, doğrudan tüketiciye satışının yapıldığı yerde yapılan denetimi,

u) Uygunluk işareti : Kimyevi gübrenin ilgili teknik düzenlemede, teknik düzenlemenin olmadığı hallerde Türk standartlarında yer alan gereklere uygun olduğunu ve ilgili tüm uygunluk değerlendirmesi işlemlerine tabi tutulduğunu gösteren işareti,

v) Parti : 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 gübreleri,

y) İyi uygulama kodu : İlgili sektördeki mevcut teknoloji düzeyi ve bilimsel kriterler çerçevesindeki sağlık ve güvenliğe ilişkin uygulama esaslarıdır.

z) Piyasaya arz : Kimyevi gübrelerin tedarik veya kullanım amacıyla bedelli veya bedelsiz olarak piyasada yer alması için yapılan faaliyeti,

ifade eder.

İKİNCİ BÖLÜM

Piyasa Gözetimi ve Denetimi ile Denetimin Esasları

Denetim

Madde 5- Kimyevi gübre denetimleri, kimyevi gübrelerin özelliklerinin ve işaretlemelerinin kontrolü amacıyla yapılır.

Kimyevi gübrelerin denetimi;

- Özelliklerinin kontrolü için numunelerinin alınması,
- İşaretleme ve işaretlemelerinin kontrolü için ambalaj numunelerinin alınması,
- Numunelerin muayene ve deneylerinin yaptırılması,
- Muayene ve deney sonuçlarının rapor ettirilmesi, hususlarını kapsar.

Denetim Şekilleri

Madde 6- Kimyevi gübre denetimleri, piyasa ve şikayet denetimleri şeklinde yapılır.

Denetim Zamanı

Madde 7- Piyasa denetimleri, Tarım İl müdürlükleri tarafından hazırlanan yıllık “Kimyevi Gübre Denetim Programı” çerçevesinde gerek görüldüğü zamanlarda, şikayet denetimleri ise, şikayetle ilgili müracaatın Bakanlığa veya Tarım İl ya da Tarım İlçe Müdürlüğüne yapıldığı tarihi takip eden 15 gün içinde yapılır.

Kimyevi gübre denetim programları her yıl Ocak ayı sonuna kadar Bakanlığa gönderilir. Ayrıca, program gereğince yıl boyunca yapılan denetimler istatistiki izlemelerde ve veri tabanı oluşturmada kullanılmak üzere, Bakanlıkça hazırlanan cetvellere göre, altı aylık dönemler halinde Temmuz ve Ocak aylarında Bakanlığa bildirilir.

Denetimi Yapacak Kuruluş

Madde 8 - Kimyevi gübre gözetim ve denetimleri, Bakanlık adına Tarım İl müdürlüklerince yapılır.

Denetimde Görevlendirilecek Kişiler

Madde 9 – Kimyevi gübre denetimleri; denetim yapma konusunda eğitim görmüş, Bakanlıkça bu Yönetmeliğin EK-1’inde yer alan “Kimyevi Gübre Denetçisi Yetki Belgesi” verilmiş, Ziraat Mühendisi veya Kimya Mühendisi tarafından, mühendislerin az sayıda olması veya hiç olmaması halinde; tarımsal konularda eğitim görmüş, Tekniker ve teknisyenler tarafından yapılır. Denetimi yapacak ekip en az iki kişiden oluşur. Daha önce Kimyevi Gübre Denetçiliği konusunda eğitim görmüş ve “Kimyevi Gübre Denetçisi Yetki Belgesi” almaya hak kazanmış elemanların belgeleri geçerlidir.

Denetimde Yetki ve Sorumluluklar

Madde 10- Denetim işlemleri sonuçlanıncaya ve bu sonuçların ilgililere yazılı olarak tebliğine kadar bütün işlemler gizli tutulur. Gizlilik kurallarına uymayanlar hakkında yasal işlem yapılır.

Denetçiler, Kimyevi Gübre Denetçisi Yetki belgelerini ibraz etmeden denetim yapamazlar. Denetçilerin görev yaptıkları ilden ayrılmaları halinde, durum Tarım İl Müdürlüğüne, belgesi alınmak ve iade edilmek kaydıyla Genel Müdürlüğe bildirilir. Atandığı ilde kimyevi gübre denetçisi görevini sürdürebilmesi için Genel Müdürlükçe yeni bir belge düzenlenir.

Denetimde Yapılacak İşler

Madde 11- Kimyevi gübre denetimlerinde numuneler, bu Yönetmeliğin EK-2’sinde yer alan “Gübrelerin Denetimi İçin Numune Alma Metoduna” göre alınır.

Denetim için alınan numunelere bedel ödenmez.

Piyasa denetimlerinde numuneler; üretim yapılan yerlerden, doğrudan tüketiciye satış yapılan yerlerden veya bunların depolarından alınır.

Şikayet denetimlerinde numuneler; şikayete konu olan gübrelerin piyasaya arz edildiği yerlerden veya aynı parti malın bulunduğu deponun normal depolama şartlarına haiz kısımlarındaki orijinal ambalajlardan alınır.

İKİNCİ KISIM

Muayene, Deney ve Deney Sonuçları

BİRİNCİ BÖLÜM

Muayene ve Deney İşleri

Muayene ve Deney İşleri

Madde 12- Muayene ve deneyi yapacak kuruluş, piyasa veya şikayet denetimini yapan Tarım İl Müdürlüğünden alınan temsili numunenin bulunduğu mühürlü torbayı açarak gerekli muayene ve deneyleri, bu Yönetmeliğin EK-3’ünde yer alan “Gübrelerin Analizi İçin Öngörülen Metotlar”ını kullanarak yapar.

Kimyevi gübre numunelerinin deneylerinde; kimyevi gübrenin teknik düzenlemeye uygun olup olmadığı, teknik düzenlemesi bulunan kimyevi gübrelerde teknik düzenleme, teknik düzenlemesi bulunmayan kimyevi gübrelerde Türk standardına, olmaması halinde uluslararası standardına veya söz konusu sektördeki iyi uygulama kodu, bilim ve teknoloji düzeyi dikkate alınarak uygun metotlar kullanılarak özellikler, ambalaj muayenelerinde ise işaretleme bakılır.

Muayene ve Deneyde Öncelik

Madde 13- Şikayete konu olan kimyevi gübrelerin muayene ve deneyleri, Tarım İl Müdürlüğünün yazılı bildirim üzerine öncelikle yapılır.

Muayene ve Deney Süresi

Madde 14- Muayene ve deneyler, numunelerin muayene ve deney yapacak kuruluşa tesliminden itibaren en geç 30 iş günü içinde sonuçlandırılır.

Muayene ve deneylerin zorunlu nedenlerle yapılamayışı veya gecikmesi halinde, durum sebepleri ile birlikte numunenin teslim alındığı tarihten itibaren 10 gün içinde muayeneyi ve/veya deneyi yapacak kuruluş tarafından ilgili Tarım İl Müdürlüğüne yazılı olarak bildirilir.

Muayene ve Deney Ücretleri

Madde 15- Kimyevi gübre piyasa ve şikayet denetimleriyle ilgili olarak denetim sırasında alınan numunelerin muayene ve deney yapan kuruluşa gönderilme ücretleri ile muayene ve deney ücretlerinin ödenmesi aşağıdaki esaslara göre yapılır:

Piyasa denetimi esnasında alınan numunelerin analizi sonucunda, gübrenin ilgili teknik düzenlemeye veya standartlara uygun olmadığı tespit edilirse deney ve muayene ücretleri üretici/dağıtıcı tarafından ödenir. İtiraz halinde söz konusu ücretin tahsili için referans kuruluşun analiz sonucu beklenir.

Şikayet denetimlerinde muayene ve deney ücretleri, şikayetin asılsız olması halinde şikayetçiden, şikayetin doğru olması halinde ise üretici/dağıtıcı tarafından ödenir.

Bu giderlerin üretici/dağıtıcıdan tahsilini gerektiren hallerde 6183 sayılı Amme Alacaklarının Tahsil Usulü Hakkında Kanun hükümleri uygulanır.

Muayene ve deney ücretleri ile denetim sonuçlarına itiraz halinde referans kuruluşların ücretleri; Bakanlık ve 16 ncı maddede belirtilen kuruluşlarca ortaklaşa hazırlanacak bir protokolle her yıl Ocak ayında, her bir muayene ve her bir deney için ayrı ayrı belirlenir ve en geç Şubat ayının ilk yarısında Bakanlık Tebliği olarak Resmî Gazete’de yayımlanır.

Bakanlıkça yayımlanan Tebliğde belirlenen ücretler ödemelerde esas alınır.

Muayene ve Deney Kuruluşları İle Referans Kuruluşlar

Madde 16- Kimyevi gübrelerin muayene ve deneylerini yapacak kuruluşlarla, bu kuruluşların yaptığı muayene ve deney sonuçlarına itiraz halinde, bu işlemleri yapacak olan referans kuruluşlar, Bakanlıkça her yıl Ocak ayında bir protokolle müştereken belirlenir.

Belirlenen bu kuruluşların adları, Şubat ayının ilk yarısında 15 inci maddede bahsi geçen Bakanlık Tebliğinde belirtilir.

İKİNCİ BÖLÜM Muayene ve Deney Sonuçları

Muayene ve Deney Sonuçları

Madde 17- Bu Yönetmeliğin 16 ncı maddesine göre belirlenen muayene ve deney kuruluşları; deney ve/veya muayene sonuçlarını, bu Yönetmeliğin EK-3’ünde yer alan analiz metotlarını kullanarak, teknik düzenlemesi olmayan kimyevi gübrelerde ise kullanılan deney metotlarının adlarını da EK-4’te yer alan ve 3 nüsha olarak tanzim edilmesi gereken “Kimyevi Gübre Muayene ve Deney Raporu”nda belirtirler.

Muayene ve Deney Sonuçlarının Gönderilmesi

Madde 18- Muayene ve deney kuruluşu ile referans kuruluşlar; tanzim ettikleri Kimyevi Gübre Muayene ve Deney raporlarının aslını ilgili İl 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 kimyevi gübrenin numune torbası ile birlikte gönderilen ve bir örneği EK-10’da verilen “Kimyevi Gübre Numune Alma Tutanağı”nın fotokopisi de eklenir.

ÜÇÜNCÜ KISIM Değerlendirme, Yaptırımlar ve Yükümlülükler

BİRİNCİ BÖLÜM Değerlendirme

Değerlendirme

Madde 19- Muayene ve deney kuruluşlarından alınan kimyevi gübre muayene ve deney raporlarındaki özellik ve işaretlemeler açısından ilgili Tarım İl Müdürlüğü tarafından değerlendirilir. Olumsuz çıkan kimyevi gübre muayene ve deney raporları en geç bir hafta içerisinde ilgili üretici/dağıtıcı kuruluşa taahhütlü olarak gönderilir.

Değerlendirmelerde, denetlenen üretici/dağıtıcının bu Yönetmeliğin 20 nci maddesinde bahsi geçen dosyasındaki bilgilerden de yararlanır.

Denetleme Sonuçlarının Değerlendirilmesine İlişkin Kayıtların Tutulması

Madde 20- Tarım İl müdürlüklerince, bu Yönetmelik gereğince denetlenecek tüm üretici/dağıtıcı için aşağıda belirtilen bilgi ve belgeleri içeren dosyalar hazırlanır ve denetlemeler sonucu elde edilen bilgi ve belgeler de bu dosyalarda değerlendirilmelerde kaynak olarak kullanılmak üzere muhafaza edilir:

- a) Üretici/dağıtıcıya ait isim, unvan, adres, telefon, faks numarası varsa deposuna ait bilgileri içeren EK-12' de yer alan form,
- b) Dağıtıcının; üretici ile yapmış olduğu dağıtıcılık sözleşmesinin onaylı bir örneği veya satış sözleşmesi,
- c) Vergi levhasının onaylı örneği,
- d) Ticaret sicil kayıt belgesinin aslı veya onaylı örneği,
- e) İş yeri sahibinin onaylı nüfus cüzdanı fotokopisi. İşyerinin şirket olması halinde nüfus cüzdanı fotokopisi şirket yetkilisine veya müdürüne ait olacaktır.

İşyeri veya depo adresinin değişikliği halinde, durum bir yazı ile bağlı bulunduğu Tarım İl Müdürlüğüne 30 gün içinde bildirilir.

Değerlendirmede Tolerans

Madde 21- Üretimde, numune almada ve deneylerde olması muhtemel hataların giderilmesi amacı ile kimyevi gübreye ait kimyasal özelliklerin değerlendirilmelerinde; teknik düzenlemede kimyasal özelliklere tanınan toleranslar, teknik düzenlemenin kapsamadığı alanlarda Türk standartlarındaki toleranslar, standardın da bulunmaması halinde uluslar arası kabul gören toleranslar dikkate alınır.

Değerlendirme Sonuçlarının Bildirilmesi

Madde 22- Tarım İl Müdürlüğü, değerlendirme sonuçlarını, denetlenen üretici/dağıtıcıya yazılı olarak bildirir. Sonuçlar olumsuz ise, itiraz süresinin dolması beklenir, sürenin bitiminde itiraz edilmediği takdirde uygulanacak yaptırımlar resmi yazı ile tebliğ edilir.

Muayene ve Deney Sonuçlarına İtiraz

Madde 23- Üretici/dağıtıcı, muayene ve deney sonuçlarını bildiren yazı, eline geçtiği günden itibaren yedi gün içinde, ilgili Tarım İl Müdürlüğüne yazılı olarak müracaat ederek, muayene ve deney sonuçlarına itiraz etme hakkına sahiptir.

Muayene ve deney sonuçlarına itirazla ilgili usul ve esaslar aşağıda gösterilmiştir :

a) Tarım İl Müdürlüğü, itiraza konu olan denetleme sırasında alınan ve denetlenen üretici/dağıtıcıya şahit olarak bırakılan numuneyi tutanak düzenleyerek almak üzere denetçileri görevlendirir. Denetçi alınan bu şahit numune ile itiraza konu olan denetleme sırasında alınıp Tarım İl Müdürlüğünde muhafaza edilen şahit numuneyi bir torbaya koyarak ağzını mühürler, üstüne etiket bağlar veya yapıştırır. İtiraz eden üretici/dağıtıcıya itiraza konu olan özelliklerin deney ücretinin yatırılacağı banka hesap numarasını yazılı olarak bildirir.

b) Denetleme sonucuna itiraz eden üretici/dağıtıcı müdürlük yazısını aldıktan sonraki üç iş günü içinde itiraza konu olan özelliklerin deney ücretlerini ilgili banka hesap numarasına yatırır ve banka dekontunun üç adet fotokopisini Tarım İl Müdürlüğüne verir.

c) Banka dekontunu alan Tarım İl Müdürlüğü, itiraza konu olan özellikleri belirten yazı ekinde şahit numunelerin bulunduğu torbayı referans kuruluşu gönderir. Tarım İl Müdürlüğü bu işlemleri yedi iş günü içinde tamamlar.

d) Referans kuruluş; aldığı şahit numunelerden birini saklar ve diğerini itiraza konu olan özelliklerin deneylerinde kullanır. Deneyleri en geç otuz gün içinde yapar. Deney sonuçlarını içeren üç nüsha rapor düzenler ve raporun aslını ve ikinci nüshasını ilgili Tarım İl Müdürlüğüne gönderir, bir nüshasını da kendi arşivinde saklar.

Referans kuruluş deneyleri her hangi bir nedenle yapamayacaksa, durumu yedi gün içinde ilgili Tarım İl Müdürlüğüne yazılı olarak bildirir.

e) Tarım İl Müdürlüğü, referans kuruluşun deney sonuçlarını ve uygulanacak yaptırımları denetlenen üretici/dağıtıcıya yazılı olarak bildirir.

f) Referans kuruluş tarafından yapılan deney sonuçlarına itiraz edilemez.

İKİNCİ BÖLÜM

Yaptırımlar

Yaptırımlar

Madde 24- Piyasa gözetimi ve denetimi çalışmaları sonucunda; kimyevi gübrelerin ilgili teknik düzenlemeye, teknik düzenlemenin olmadığı durumlarda Türk standartlarına, bunun da olmaması halinde uluslar arası standartlara veya sektördeki

iyi uygulama kodu veya bilim ve teknoloji düzeyi veya tüketicinin güvenliğine ilişkin makul beklentilerine uygun olmadığının tespiti durumunda aşağıdaki yaptırımlar uygulanır :

a) Toleranslarda verilen değerlere kadar olan noksanlıklar tolere edilir. Ancak birbirini takip eden üç denetimde, aynı kimyevi gübrede, aynı özellik yönünden noksanlık tespitinde üretici/dağıtıcının bu noksanlığı sürekli kullandığı kanaatine varılır ve firma toleransların sistematik bir avantaj şeklinde kullanılmaması yönünde uyarılır.

b) Üretici, piyasaya sadece güvenli kimyevi gübre arz etmek zorundadır. Bir kimyevi gübrenin güvenli kabul edilebilmesi için; bileşimi ve ambalajlanması dahil olmak üzere özellikler, başka ürünlerle birlikte kullanılması öngörülüyorsa bu ürünlere yapacağı etkiler, piyasaya arzı, etiketlenmesi, kullanımı ve bertaraf edilmesi ile ilgili talimatlar ve üretici tarafından sağlanacak diğer bilgiler ve kimyevi gübreleri kullanabilecek risk altındaki tüketici grupları açısından değerlendirildiğinde temel gerekler bakımından azami ölçüde koruma sağlaması gerekir. Aksine davrananlar hakkında 4703 sayılı Kanun'un 12 nci maddesinin (b) bendine göre,

c) Üretici kimyevi gübrenin öngörülen kullanım süresi içinde yeterli uyarı olmadan fark edilemeyecek nitelikteki riskleri hakkında tüketicilere gerekli bilgiyi sağlamak, özelliklerini belirtecek şekilde işaretlemek; gerektiğinde piyasaya arz edilmiş kimyevi gübrelerden numuneler alarak muayene ve deneylerini yaptırmak, şikayetleri soruşturmak, yapılan denetim sonuçlarından dağıtıcıları haberdar etmek ve riskleri önlemek amacı ile ürünlerin toplatılması ve bertaraf edilmesi dahil olmak üzere gerekli önlemleri almakla yükümlüdür. Aksine davrananlar hakkında 4703 sayılı Kanun'un 12 nci maddesinin (c) bendine göre,

d) 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 yetkili kuruluşça belirlenecek süre boyunca muhafaza etmek ve istenilmesi halinde yetkili kuruluşlara ibraz etmekle yükümlüdürler. Aksine davrananlar hakkında 4703 sayılı Kanun'un 12 nci maddesinin (d) bendine göre,

e) Dağıtıcı, güvenli olmadığını bildiği kimyevi gübreleri piyasaya arz edemez. Dağıtıcı faaliyetleri çerçevesinde kimyevi gübrelerin taşıdığı riskler ve bu risklerden korunmak için alınması gereken önlemler hakkında ilgililere bilgi verir. Üreticinin tespit edilemediği durumlarda, yetkili kuruluşça belirlenecek süre içinde üreticinin veya malı tedarik ettiği kişinin kimliğini bildirmeyen dağıtıcı, üretici kabul edilir. Aksine davrananlar hakkında 4703 sayılı Kanun'un 12 nci maddesinin (e) bendine göre,

f) Uygunluk işaretinin veya uygunluk değerlendirmesi işlemleri sonucunda verilen belgelerin tahrif veya taklit edilmesi, usulüne uygun olmadan kullanılması yasaktır. Aksine davrananlar hakkında 4703 sayılı Kanun'un 12 nci maddesinin (f) bendine göre, idari para cezası uygulanır.

Bu Yönetmeliğin uygulanması esnasında doğacak idari para cezaları, Bakanlık Tarım İl müdürlükleri tarafından 4703 sayılı Kanununun 13 ncü maddesindeki hükümleri dikkate alınarak verilir.

Cezai yaptırım uygulamalarında toptan ve perakende satış yapan dağıtıcılar ile kimyevi gübre ithalatı yapan kişi, kurum ve kuruluşlar ve kimyevi gübre üretenler müteselsilen sorumludurlar. Cezai uygulamalarda cezanın hangi kişi ve kuruluşa uygulanacağını doğru tespit edilebilmesi bakımından, piyasaya arz edilen kimyevi gübrelerin piyasaya arzında, üreticiler ile dağıtıcılar arasında yapılan dağıtıcılık veya satış sözleşmesi esas alınır.

g) İdari para cezası uygulaması dışında kalan;

1-Kimyevi gübre vasfı olmadığı halde kimyevi gübre adı altında pazarlanan ürünlerin tespiti,

2-Ambalaj içerisindeki ürünün değiştirildiğinin tespiti,

3-Etiket üzerinde beyan edilen bitki besin maddesi değerlerindeki noksanlık, tolerans değerlerinin üç katı ve daha fazlası, toleransın belirli olmadığı gübrelerde ise noksanlığın bitki besin maddesi toplamının % 15 ve daha fazlası olduğunun tespiti,

4-Müsaade edilen limitlerin üzerinde ağır metal tespit edilmesi,

5-Kimyevi gübrenin kullanılamayacak derecede bozulmuş olmasının tespiti hallerinde,

4703 sayılı Kanununun 11 inci maddesine göre işlem yapılır.

ÜÇÜNCÜ BÖLÜM Yükümlülükler

Lisans

Madde 25- Kimyevi gübre imalatı, ithalatı yapan kişi, kurum ve kuruluşlar; faaliyet konularına göre, faaliyete başladıklarında, bu Yönetmeliğin EK-5'inde yer alan "Kimyevi Gübre Lisans Müracaat Formu"nu doldurarak Bakanlığa vermek ve bu Yönetmeliğin EK-6'sında yer alan "Kimyevi Gübre Lisans Belgesi"ni almakla yükümlüdürler.

Kimyevi gübre üreten, ithal eden kurum ve kuruluşlar, Kimyevi Gübre Lisans Belgesinin aslını, perakende satış yapan dağıtıcı ise bu belgenin onaylı fotokopilerini muhafaza etmek ve istenildiğinde ibraz etmekle yükümlüdürler.

Kimyevi Gübre Lisans belgeleri belge tarihi itibarıyla beşinci yıl bitimini takip eden üç ay içerisinde yenilenir. Her hangi bir nedenle faaliyeti son eren veya faaliyet alanını değiştirenler, Kimyevi Gübre Lisans Belgesinin aslını Bakanlığa iade etmekle yükümlüdürler.

Tescil

Madde 26- Kimyevi gübre imalatı ve ithalatını yapan kişi, kurum ve kuruluşlar; üreterek veya ithal ederek satışa sunacakları her bir gübre cinsi için ayrı ayrı olmak üzere bu Yönetmeliğin EK-7'sinde yer alan "Kimyevi Gübre Tescil Belgesi Müracaat Formu"nu doldurup Genel Müdürlüğe müracaat ederek bu Yönetmeliğin EK-8'inde yer alan "Kimyevi Gübre Tescil Belgesi"ni almakla ve aldıkları bu belgelerin üretici tarafından onaylı fotokopilerini, ürünlerini perakende ve/veya toptan satışını yapan dağıtıcılarına göndermekle yükümlüdürler. "Kimyevi Gübre Tescil Müracaat Formu" nu süresinde doldurup Genel Müdürlüğe müracaat eden firmalar; "Kimyevi Gübre Tescil Belgesi" ellerine ulaşıncaya kadar ürünlerini belgesiz satabilirler. Ancak, istenildiğinde Kimyevi Gübre Tescil Belgesi Müracaat Formunun fotokopisini ibraz etmek zorundadırlar. Üretici/dağıtıcı Kimyevi Gübre Tescil belgelerini veya onaylı fotokopilerini istenildiğinde göstermek üzere muhafaza ederler.

Kimyevi Gübre Tescil belgeleri, belge tarihi itibarıyla beşinci yılın bitimini takip eden üç ay içerisinde yenilenir. Her hangi bir nedenle faaliyeti son bulan veya faaliyet alanını değiştirenler Kimyevi Gübre Tescil belgelerinin asıllarını Bakanlığa geri iade etmekle yükümlüdürler.

DÖRDÜNCÜ KISIM

Çeşitli Hükümler

Amonyum Nitrat

Madde 27- Bünyesinde % 28 ve üzerinde azot içeren amonyum nitrat gübrelerini üreten, ithal eden, dağıtan, taşıyan, taşıtan, depolayan, toptan ve perakende satışı ile uğraşan üretici/dağıtıcılar "Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelik" in 5 nci bölümüne uymakla yükümlüdürler.

Özel Anlaşma ve Şartname

Madde 28- Kimyevi gübreleri, özel anlaşma ve şartname ile kontrol ederek ve şartnameye uymama durumunda ceza uygulayarak temin eden kişi, kurum ve kuruluşların kullandığı, dağıttığı veya sattığı kimyevi gübrelerde bu Yönetmelik hükümleri sadece bu kurum ve kuruluşlara uygulanır.

Yer Almayan Hususlar

Madde 29- Bu Yönetmelikte yer almayan hususlarla ilgili olarak 4703 sayılı Kanun ile bu Kanuna dayalı olarak çıkarılan yönetmelik hükümleri geçerlidir.

Yürürlükten Kaldırılan Hükümler

Madde 30- 31/3/2000 tarihli ve 24006 sayılı Resmi Gazete'de yayımlanan Kimyevi Gübre Denetim Yönetmeliği yürürlükten kaldırılmıştır.

Geçici Madde 1- 27/3/2002 tarihli ve 24708 sayılı Resmi Gazete'de Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelik adı altında yayımlanan ve yayımı tarihinden 6 ay sonra yürürlüğe girecek olan teknik düzenleme yürürlüğe girinceye kadar Türk standartları geçerlidir.

Yürürlük

Madde 31- Bu Yönetmelik yayımı tarihinde yürürlüğe girer.

Yürütme

Madde 32- Bu Yönetmelik hükümlerini Tarım ve Köyişleri Bakanı yürütür.

EK- 1

**T.C.
TARIM VE KÖYİŐLERİ BAKANLIĐI
Kimyevi Gbre Denetisi Yetki Belgesi**

Belge Sahibinin;

Adı

Soyadı

Grev Yeri

Unvanı

Grevli OlduĐu İl

Bakanlık Sicil No

Belge Sıra No

Tasdik Eden

(Unvan-İmza)

Belge sahibi, Kimyevi Gübre Denetçisi olarak Tarım ve Köyşleri Bakanlığınca görevli ve yetkili kılınmıştır.

Ön Yüz

Denetçinin;

Baba Adı

Ana Adı

Doğum Yeri

Doğum Yılı

Medeni Hali

Nüfusa Kayıtlı Olduğu Yer;

İli

İlçesi

Mahalle/Köyü

Cilt No

Sayfa No

Kütük Sıra No

Verildiği Nüfus İdaresi

Veriliş Nedeni

Cüzdan Kayıt No

Cüzdan Seri No

Arka Yüz

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, aceleyle 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 numuneden elde edilen numunenin temsili bir kısmı
Son numune : Paçal numuneden 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 gübrelere 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 geliş 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.
Gerekliyse paçal numune bir mekanik ayırıcı kullanarak yada dörtleme 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 konulduğu kaplar yada ambalajlar mühür bozulmadan açılmayacak şekilde mühürlenmeli ve etiketlenmelidir (etiketin tümü mühürle damgalanmış olmalıdır).
- 8. NUMUNE ALMA KAYDI**
Her numune alınan partinin şüphe olmaksızın tanımlanmasını sağlamak için her numune almada kayıt tutulmalıdır.
- 9. NUMUNELERİN GÖNDERİLMESİ**
Her parti için en az bir son numune, olabildiğince çabuk analitik laboratuvarına analiz ve deney için gerekli bilgi ile birlikte gönderilmelidir.

EK- 3

GÜBRELERİN ANALİZİ İÇİN ÖNGÖRÜLEN METODLAR

GENEL GÖZLEMLER

1. NUMUNE HAZIRLANMASI

2. AZOT

- 2.1. Amonyak azotu tayini
- 2.2. Nitrat ve amonyak azotu tayini
 - 2.2.1. Ulsch'a göre
 - 2.2.2. Arnd'a göre
 - 2.2.3. Devarda'ya göre
- 2.3. Toplam azot tayini
 - 2.3.1. Kalsiyum siyanamidde, nitrat içermeyen
 - 2.3.2. Kalsiyum siyanamidde, nitrat içeren
 - 2.3.3. Ürede
- 2.4. Siyanamid azotu tayini
- 2.5. Ürede biüre tayini
- 2.6. Aynı numunede azotun farklı formlarının tayini
 - 2.6.1. Nitrat, amonyak, üre ve siyanamid azotu gibi azot içeren gübrelerde
 - 2.6.2. Büyük miktarlarda nitrat, amonyak ve üre azotu gibi azot içeren gübrelerde

3. FOSFOR

- 3.1. Ekstraksiyon
 - 3.1.1. Mineral asitlerle
 - 3.1.2. % 2 formik asit ile
 - 3.1.3. %2 sitrik asit ile
 - 3.1.4. Nötr amonyum sitrat ile
 - 3.1.5. Alkali amonyum sitrat ile
 - 3.1.5.1. Petermann'a göre 65°C da
 - 3.1.5.2. Petermann'a göre, oda sıcaklığında
 - 3.1.5.3. Joulie'e göre
 - 3.1.6. Su ile
- 3.2. Ekstrakte edilen fosfor tayini

4. POTASYUM

- 4.1. Suda çözünebilen potasyum tayini

5. KLOR

- 5.1. Organik madde yokluğunda 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

GENEL GÖZLEMLER

Laboratuvar ile ilgili donanım

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

Kontrol testleri

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

Metot 1 ANALİZ İÇİN NUMUNENİN HAZIRLANMASI

- KAPSAM**
Bu bölüm, son numuneden alınarak hazırlanan ve analiz yapılmasında kullanılacak numunenin hazırlanması için izlenmesi gereken yolu belirlemektedir.
- ANA PRENSİP**
Laboratuvarında son numunenin hazırlanması ile ilgili işlem genelde elekten elenme, ince toz haline gelene kadar öğütme ve karıştırma işlemlerini kapsamaktadır.

- Bir taraftan, analiz yöntemine uygun olarak tartılan en küçük miktar laboratuvar numunesi olarak bilinecektir.
- Diğer tarafta, gübrelerin hazırlanmaları sırasında miktar olarak değişik ekstraksiyon ayıracılarındaki farklı çözünürlükleri nedeniyle, daha büyük boyutlarda tutulmaları mümkün değildir.

3. ALETLER

Numune ayırıcısı (isteğe bağlı)
Elekler 0.2 ve 0.5 mm'lik delikleri bulunan
250 ml'lik erlenler, kapaklı
Porselen havan ve havaneli veya öğütücü

4. UYGULANACAK İŞLEMİN SEÇİMİ

Başlangıç işareti

Eğer ürün uygun ise, son numunenin sadece temsili bir parçası üzerinde çalışılacaktır.

4.1. Öğütülmemesi gereken son numuneler

Kalsiyum nitrat, kalsiyum magnezyum nitrat, sodyum nitrat, şili nitratı, kalsiyum siyanamid, azotu kalsiyum siyanamid amonyum sülfat, amonyum nitrat (%30'dan fazla azot bulunduran), üre, dışkı, doğal fosfat kısmen çözünür hale getirilmiş, çöktürülmüş dehidrate dikalsiyum fosfat, kalsine olmuş fosfat, alüminyum kalsiyum fosfat, yumuşak fosfat kayaları.

4.2. Bölünmesi gereken son numuneler ve öğütülmesi gereken bölümleri

Bu bölümde yer alan maddeler daha önce öğütülmeden üzerinde analiz yapılacaktır (çok ince öğütme istenmeyecektir). Bu çoklu gübreler : Bunlar aşağıda tanımlanan fosfatlı maddeleri bulundurlar : Dışkı, alüminyum kalsiyum fosfat, kalsine olmuş fosfat, yumuşak kaya parçaları ve kısmen çözünür hale getirilmiş doğal fosfat. Bir numune ayırıcısı yada dörleme metodu kullanmak suretiyle son numuneyi mümkün olduğunca eşit iki parçaya bölün.

4.3. Son numune göz önüne alınarak öğütülmüş ürün üzerinde yapılan belirlemeler

Son numuneyi temsilen sadece küçük bir parçası öğütülecektir. Adı geçen bu gübreler Madde 4.1 ve 4.2 de belirtilenlerin dışında kalan maddelerdir.

5. METOT

Madde 4.2. ve 4.3. de belirtilen son numunesi ile ilgili parça hızla 0.5 mm'lik deliğe sahip bir elekten elenir. Elek üzerinde kalan kalıntı kaba bir şekilde öğütülür, biraz ince öğütülmüş parçaların kalmasına izin verilir ve tekrardan elekten elenir. Öğütme işlemi sırasında maddenin ısınmamasına dikkat edilmelidir. Bu işlem hiçbir kalıntı kalmayınca kadar üst üste birkaç defa tekrar edilir. Bu arada bileşen maddelerden herhangi birinde bir kayıp meydana gelmemesi için hızlı yapılmalıdır (su, amonyak gibi). Tüm materyal, öğütülmüş ve elekten geçenlerle birlikte, ağzında tapa bulunan temiz bir cam erlene aktarılır. Analiz için herhangi bir işleme başlamadan önce karışımı iyice karıştırın.

6. ÖZEL DURUMLAR

a) Yapısında bir çok kategoride toplanan kristallerden oluşmuş bir harman içeren gübreler :

Bu durumda sık olarak ayırma prosedürü olacaktır. Bu nedenle numuneyi iyice ezip 0-200 mm'lik bir elekten geçirmek yerinde olur. Örneğin : amonyum fosfat ve potasyum nitrat içeren karışımlar. Bu gibi karışımlarla çalışıldığında son numunenin tümünün öğütülmesi şiddetle önerilir.

b) Öğütülmesi çok zor olan ve gübre niteliğine sahip maddeler içermeyen kalıntılar :

Kalıntıyı tartın ve son numune ile ilgili genel hesaplamada kaydettiğiniz ağırlığını göz önüne alın.

c) Isınma sırasında dikompoze (bozulan/ayırışan) olan ürünler :

Öğütme sırasında herhangi bir şekilde ısınma olmamasına dikkat edilmelidir. Bu işlemde öğütme için havan ile çalışmak daha doğru olacaktır. Örneğin : çoklu gübreler (kalsiyum siyanamid ve üre içeren)

d) Anormal derecede nemli/ıslak olan yada öğütme sırasında nemlenen ürünler:

Homojenliği sağlamak üzere en küçük deliğe sahip bir elek seçilerek çalışılmalıdır. Özellikle mineral ve su içeren kristaller bulunduran materyallerle çalışılırken açığa su çıkabileceği göz ardı edilmemelidir.

Metot 2

AZOT Metot 2.1

AMONYAK AZOTU TAYİNİ

1. KAPSAM

Bu bölüm amonyak azotu tayini ile ilgili işlemleri kapsamaktadır.

2. UYGULAMA SAHASI

Çoklu gübreler dahil yapılarında azot bulunan tüm gübreler, amonyum tuzları yada nitratlarla beraber

amonyum tuzları şeklinde bol miktarda azot içerirler.

Bu tanımlama üre, siyanamid veya diğer azot içeren bileşikler için geçerli değildir.

3. ANA PRENSİP

Sodyum hidroksit fazlalığı ile amonyağın yer değiştirmesi; destilasyon; belli bir hacim içerisinde standart sülfürik asit kullanmak suretiyle amonyak miktarının tayini ve açığa çıkan asidin standart sodyum yada potasyum hidroksit ile titrasyonu

4. AYIRACLAR

Destile su yada demineralize su, karbon dioksit ve diğer azotlu bileşikleri içermeyen

4.1. Seyreltik hidroklorik asit, 1 hacim HCl (d=1.18) + 1 hacim su

4.2. Sülfürik asit 0.1 N (a ile değişimli)

4.3. Sodyum yada potasyum hidroksit solüsyonu, karbon içermeyen, 0.1 N (a ile değişimli)

4.4. Sülfürik asit 0.2 N (b ile değişimli. Not 3'e bakınız)

4.5. Sodyum yada potasyum hidroksit solüsyonu, karbon içermeyen 0.2. N (b ile değişimli)

4.6. Sülfürik asit 0.5 N (c ile değişimli-Not 2'ye bakınız)

4.7. Sodyum yada potasyum hidroksit solüsyonu, karbon içermeyen, 0.5 N (c ile değişimli)

4.8. Sodyum hidroksit solüsyonu, yaklaşık %30 NaOH (d=1.33), amonyak içermeyen

4.9. İndikatör solüsyonlar

4.9.1. Karışık indikatör

Solüsyon A: 37 ml 0.1 N sodyum hidroksit solüsyonu içerisinde 1 gram kadar metil kırmızısını çözündürün ve su ile 1 litreye tamamlayın.

Solüsyon B: 1 g metilen mavisini suda çözündürün su ile 1 litreye tamamlayın.

1 hacim A ile 2 hacim B'yi birbiriyle karıştırın.

Hazırlanan bu indikatör asitli çözeltilde menekşe, nötr çözeltilde gri ve alkali çözeltilde yeşil renk verir. Bu indikatör solüsyondan 0.5 ml (10 damla) kullanılacaktır.

4.9.2. Metil kırmızısı indikatör solüsyonu

10 ml % 95 etanol içerisinde 0.1 g kadar metil kırmızısını çözündürün. Su ile 100 ml'ye tamamlayın. Gerekirse süzün. Bu indikatör gerektiğinde diğerinin yerine kullanılabilir (4-5 damla).

4.10. Çarpmaya dayanıklı sünger taşı, hidroklorik asit ile yıkanmış ve kalsine olmuş.

4.11. Analiz için amonyum sülfat

5. ALETLER

5.1. Yuvarlak tabanlı. Bir cam erlenle donatılmış destilasyon aleti, dışarıya su sıçratmayan bir başlıkla kondansatöre bağlanmış.

Not 1

Şekil 1,2,3 ve 4 de adı geçen işlem için onaylanmış olan farklı alet ve donanımlar gösterilmiştir.

5.2. 10-20-25-50-100 ve 200 ml'lik pipetler

5.3. 500 ml'lik dereceli cam erlen

5.4. Bir eksen etrafında dönen rotari çalkalayıcısı (dakikada 35-40 defa dönen),

6. NUMUNENİN HAZIRLANMASI

Metot 1'e bakınız

7. ANALİZ METODU

7.1. Çözeltinin alınması

Oda sıcaklığında suyla hazırlanmış numune (% 2 a/h'lık miktarda) üzerinde bir çözünürlük testi uygulayın. Tablo 1.de belirtildiği gibi hazırlanan çözeltilerden 0.001 g a kadar olmak kaydıyla 5,7 yada 10 g tartın ve 500 ml'lik dereceli bir cam erlene aktarın. Aşağıda tanımlandığı gibi çözünürlük testini uygulayın,

a) Suda tamamen çözünen ürünler

Erlenin içine numuneyi çözündürmeye yetecek kadar su ilave edin ve çalkalayın. Tamamen çözündüğünde gerekli hacme kadar tamamlatın ve sıkıca çalkalayın.

b) Suda tamamen çözünmeyen ürünler

Erlenin içine 50 ml su ve daha sonra 20 ml hidroklorik asit (4.1) ilave edip çalkalayın. Açığa çıkan karbon dioksit kabarcıkları duruncaya kadar solüsyonun dinlenmesine izin verin. Üzerine 400 ml su ilave edin ve rotari çalkalayıcısında 30 dakika kadar çalkalamaya bırakın (5.4). Gereken hacme kadar su ile tamamlayın ve karıştırın. Kuru bir filtreden yine kuru ve temiz bir toplama kabına süzün.

7.2. Çözeltinin analiz edilmesi

Seçilen varyanta (değişimli sol.) göre toplama kabına Tablo 1'de tanımlandığı gibi belli miktarda standart sülfürik asit yerleştirin. Üzerine seçilen indikatör çözeltilerden (4.9.1 veya 4.9.2) uygun miktarda ilave edin. Gerekirse karışım en az 50 ml olacak şekilde su da ilave edin. Kondansatörün bağlanma tüpü solüsyonun seviyesinden aşağıda olmasına dikkat edilmelidir.

Tabloda tanımlanan ayrıntılara göre uygun bir pipet ile berrak solüsyondan yeterli bir miktar alarak altta bulunan destilasyon erlenine aktarın. Üzerine 350 ml ye gelene kadar su ilave edin. Kaynamayı kontrol altına almak amacıyla destilasyon kabına birkaç sünger taşı da atılmalıdır.

Destilasyon kabını alete monte edin ve bu arada herhangi bir şekilde amonyak kaybının olmamasına özen gösterin. Destilasyon kabındaki karışıma 10 ml konsantre sodyum hidroksit çözeltisi (4.8) veya 20 ml hidroklorik asit ilave edin (test numunesini (4.8) veya 20 ml hidroklorik asit ilave edin (test numunesini (4.8) veya 20 ml hidroklorik asit ilave edin (test numunesini (4.8) çözündürmede kullanılan). Şiddetli kaynamayı

önleyerek, yavaş yavaş kabı ısıtmaya başlayın. Kaynama başladığında her 100 ml'yi 10-15 dakika içerisinde destile edecek şekilde destilasyon işlemine geçin. Toplam hacim yaklaşık 250 ml olmalıdır. Artık başka amonyak destile edilmeyecek ise, toplayıcı kabı aşağı doğru çekerek, alete bağlanmış kondansatör kapağının çözeltinin seviyesinden aşağıda olmasını sağlayın.

Amonyagın + 17 tamamının destile edildiğinden emin olmak için uygun ayıraçlarla ardi ardına elde edilen destilatları test edin. Kondansatör bağlantısını az bir suyla çalkalayın ve standart sodyum veya potasyum hidroksid solüsyonu ile (varyantlar için kabul edildiği şekilde-Not 2'ye bakınız) açığa çıkan asit fazlasını titre edin.

NOT 2

Farklı güçlerde olan standart çözeltiler, hacimleri 40-45 ml'yi geçmeyen çözeltilerde, geri titrasyon amacıyla kullanılabilirler,

7.3. Boş test

Aynı koşullar altında bir boş test uygulayın ve son sonuçların hesaplanmasında bunu göz önüne alın.

7.4. Kontrol testi

Analize başlamadan önce aygıt/aletlerin doğru çalışıp çalışmadıklarını ve analiz için doğru metodun kullanılıp kullanılmadığını kontrol edin. Bu işlem için, seçilen varyant için en çok miktarda azot içeren, taze hazırlanmış amonyum sülfat çözeltisi (4.11) kullanılmalıdır.

8. **SONUÇLARIN İFADE EDİLMESİ**

Analiz edilmek üzere teslim alınan gübrenin analiz sonucu yüzde olarak amonyak azotu olarak ifade edilecektir.

9. **EKLER**

Not 1'de (5.1) belirtildiği gibi Alet kelimesi şekil 1,2,3 ve 4'de gösterilmiş bulunan alet/aygıtları kapsayacaktır.

Tablo 1

Gübrelerde amonyak azotu ve amonyak ve nitrat azotunun tayini
Metotla ilgili her bir a, b ve c varyantları üzerinde uygulanan tartma,
destilasyon ve hesaplamalar ile ilgili Tablo.

Varyant a

Destile edilecek en çok azot miktarı : 50 mg

Toplama kabına aktarılacak 0.1.N sülfürik asit miktarı : 50 ml

0.1 N NaOH yada KOH çözeltileri ile geri- titrasyon

Beyan (%N)	Ölçülecek Ağırlık (gr)	Dilüsyon (ml)	Destile Edilecek Numunenin Çözeltisi (ml)	Sonuç ⁽¹⁾ (%N – (50-A) F)
0 – 5	10	500	50	(50-A) x0.14
5-10	10	500	25	(50-A) x0.28
10-15	7	500	25	(50-A) x0.40

15-20	5	500	25	(50-A) x0.26
20-40	7	500	10	(50-A) x1.00

Varyant b

Destile edilecek en çok azot miktarı : 100 mg
 Toplama kabına aktarılacak 0.2 N sülfürik asit miktarı : 50 ml
 0.2 N NaOH yada KOH çözeltileri ile geri-titrasyon

Beyan (%N)	Ölçülecek Ağırlık (gr)	Dilüsyon (ml)	Destile Edilecek Numunenin Çözeltisi (ml)	Sonuç ⁽¹⁾ (%N – (50-A) F)
0 – 5	10	500	100	(50-A) x0.14
5-10	10	500	50	(50-A) x0.28
10-15	7	500	50	(50-A) x0.40
15-20	5	500	50	(50-A) x0.26
20-40	7	500	20	(50-A) x1.00

Varyant c

Destile edilecek en çok azot miktarı : 200 mg
 Toplama kabına aktarılacak 0.5 N sülfürik asit : 35 ml
 0.5 N NaOH yada KOH çözeltileri ile geri-titrasyon

Beyan (%N)	Ölçülecek Ağırlık (gr)	Dilüsyon (ml)	Destile Edilecek Numunenin Çözeltisi (ml)	Sonuç ⁽¹⁾ (%N – (50-A) F)
0 – 5	10	500	200	(35-A) x0.175
5-10	10	500	100	(35-A) x0.350
10-15	7	500	100	(35-A) x0.500
15-20	5	500	100	(35-A) x0.700
20-40	5	500	50	(35-A) x1.400

⁽¹⁾Formülün maksadına uygun olarak sonucun ifadesi :

50 veya 35 = Alınan flaş içerisine yerleştirilecek sülfürik asitin standart çözeltisi (ml)

A=Geri-titrasyon için kullanılan NaOH veya KOH miktarı (ml)

F=Tartılan değeri, dilüsyonu, destile edilecek numuneyi ve volumetrik eşitliği kapsayan faktör

Şekil 1,2,3 ve 4 için açıklama

Şekil 1

- Yuvarlak tabanlı, uzun boyunlu erlen, 1000 ml kapasiteli
- Başlıklı destilasyon tüpü, küresel bir eklenti ile kondansatöre bağlanmış (No.18) (bu bağlantı uygun bir kauçuk bağlantı ile değiştirilebilir).
- Sodyum hidroksid ilavesi için teflon kapaklı bir huni (teflon kapak uygun bir kauçuk klips ile değiştirilebilir)
- Girişte küresel eklentisi olan 6 ampullük kondansatör (No.18), (küçük kauçuk bir bağlantı ile camdan yapılmış bağlantı tüpüne içersine giren) eğer destilasyon tüpü kauçuk bağlantıdan rahatsız oluyor ise eklenti yeri daha uygun bir maddeden yapılmış halka ile değiştirilebilir.
- Destilasyon ürününün içerisinde toplandığı 500 ml'lik cam erlen

Tüm donanım borosilikatlı camdan yapılmıştır.

Şekil 2

- a) Yuvarlak tabanlı, kısa boyunlu cam erlen, 1000 ml kapasiteli, küresel eklenti yeri bulunan (No.35)
- b) Girişte başlıklı destilasyon tüpü, küresel bir eklenti ile donatılmış (No.35) ve küresel eklentisi olan, sodyum hidroksid ilavesi için teflon kapaklı huniye yandan bağlanmış.
- c) Girişte küresel bir eklentisi olan (No.18) 6 ampullük kondansatör, küçük kauçuk bir bağlantı ile camdan yapılmış bağlama tüpün içerisine giren.
- d) Destilasyon ürünün içerisinde toplandığı 500 ml'lik cam erlen.

Tüm donanım borosilikatlı camdan yapılmıştır.

Şekil 3

- a) Yuvarlak tabanlı, uzun boyunlu cam erlen, 750-1000 ml kapasiteli, giriş yerinde bir zil takılı.
- b) Başlıklı destilasyon tüpü ve küresel eklentisi (No.18)
- c) Girişte küresel eklentisi bulunan bir dirsek tüp (No.18) ve bir damlama külahı (destilasyon tüpüne kauçuk materyal ile yapılan bağlantı rahatsız edici olabilir)
- d) Camdan yapılmış bir bağlantı tüpüne kauçuk eklenti ile bağlanmış 6-ampullü kondansatör
- e) Destilasyon ürünün toplanacağı 500 ml'lik cam erlen.

Tüm donanım borosilikatlı camdan yapılmıştır.

Şekil 4

- a) Yuvarlak tabanlı, uzun boyunlu cam erlen, 1000 ml kapasiteli, çan ağızlı
- b) Küresel eklentisi bulunan (No.18) başlıklı destilasyon tüpü, sodyum hidroksit çözeltisinin ilavesi için teflon kapaklı bir huniye yandan bağlanmış (küresel eklenti yerine uygun bir kauçuk tapa da kullanılabilir, tapa uygun bir klips ile değiştirilebilir).
- c) Girişte küresel eklentisi bulunan (No.18) 6 ampullü kondansatör, kauçuk bir eklenti ile cam tüpün içine girmiş, küresel eklenti uygun bir kauçuk tapa ile değiştirilebilir).
- d) Destilasyon ürünün toplanacağı 500 ml'lik cam erlen

Tüm donanım borosilikatlı camdan yapılmıştır.

Metot 2.2

NİTRİK VE AMONYAK AZOTU TAYİNİ

Metot 2.2.1.

ULSCH'ye GÖRE NİTRİK VE AMONYAK AZOTU TAYİNİ

1. **KAPSAM**
Bu bölüm ULSCH'ye göre redüksiyon metodu ile nitrat ve amonyak azotu tayini ile ilgili işlemi kapsamaktadır.
2. **UYGULAMA SAHASI**
Azotun nitrat yada amonyaklı nitrat ve nitrat şeklinde bol olarak bulunduğu çoklu gübreler dahil, azot içeren tüm gübreler,
3. **ANA PRENSİP**
Asitli bir ortamda metalik demir yardımıyla nitrat ve nitritlerin amonyağa redükte olması (indirgenmesi) ve sodyum hidroksit çözeltisinin ilavesi ile oluşan amonyağın yer değiştirmesi, amonyağın destilasyonu ve belli hacimdeki standart sülfürik asit çözeltisi ile meydana gelen amonyağın tayini. Açığa çıkan sülfürik asit fazlası standart bir sodyum yada potasyum hidroksit çözeltisi ile titre edilmesi
4. **AYIRACLAR**
 - 4.1. Destile su yada mineralizesu, karbon dioksit ve azotlu bileşikler içermeyen
 - 4.2. Seyreltik hidroklorik asit: 1 hacim HCl (d=1.14)+1 hacim su
 - 4.3. 0.1 N sodyum yada potasyum hidroksit çözeltisi, karbonat içermeyen.
 - 4.4. Yaklaşık % 30 H₂SO₄ a/h sülfürik asit çözeltisi, amonyak içermeyen

- 4.5. Hidrojeni azaltılmış demir tozu (belirtilen demir miktarı en az 0.05 g azot nitratını indirgeyecek nitelikte olmalıdır).
- 4.6. Yaklaşık % 30 NaOH (d=1.33) çözeltisi (hidroksit çözeltisi), amonyak içermeyen.
- 4.7. İndikatör çözeltileri
- 4.7.1. Karışık indikatör
Çözelti A: 37 ml 0.1 N sodyum hidroksit çözeltisi içerisinde 1 g kadar metil kırmızısını çözdüren ve su ile 1 litreye kadar tamamlayın.
Çözelti B: Biraz suda 1 g metilen mavisini çözdürün ve su ile 1 litreye kadar tamamlayın.
1 hacim A çözeltisi ile 2 hacim B çözeltisini karıştırın.
Bu indikatör asitli çözeltilerde menekşe, nötr çözeltilerde gri ve alkali çözeltilerde yeşil renk verecektir (0.5. ml kullanın-10 damla kadar).
- 4.7.2. Metil kırmızısı indikatör çözeltisi :
50 ml % 95 etanol içerisinde 0.1 g kadar metil kırmızısı çözdürün ve su ile 100 ml ye kadar tamamlayın.
Gerekirse süzün.
Bu indikatör gerekirse bir öncekinin yerine kullanılabilir.
- 4.8. Çarpmaya dayanıklı sünger taşı granülleri, hidroklorik asit içerisinde yıkanmış ve kalsine olmuş.
- 4.9. Analiz edilmek üzere sodyum nitrat.
- 5. ALETLER**
Metot 2'ye bakınız : "Amonyak azotu tayini."
- 6. NUMUNENİN HAZIRLANMASI**
Metot 1'e bakınız : "Numune alma"
- 7. ANALİZ METODU**
- 7.1. Çözeltinin hazırlanması
Metot 2.1'e bakınız : "Amonyak azotu tayini"
- 7.2. Prosedür
Toplama kabına Tablo 1.de belirtildiği gibi tam olarak tartılmış yeterli miktarda standart sülfürik asit aktarın (varyant a) ve üzerine yeterli miktarda indikatör çözeltisi (4.7.1) veya (4.7.2) ilave edin. Kondansatörün bağlama tüpü toplama kabında bulunan standart asit çözeltinin seviyesinden daha aşağıda bulunmalıdır.
Tablo 1./Metot 2.1 (varyant a) da belirtildiği gibi uygun bir pipet ile berrak çözeltilerden belli bir miktar alarak alete monte edilmiş destilasyon kabına aktarın. Üzerine 350 ml su + 20 ml % 30 sülfürik asit çözeltisi (4.4) ilave edin ve karıştırın. Daha sonra içerisine 5 gr. İndirgenmiş (4.5) ilave edin. Birkaç mililitre su ile erlenin boynunu yıkayın ve üzerine küçük ama uzun saplı bir huni yerleştirin. Kaynar su banyosunda 1 saat kadar ısıtın ve yine birkaç ml su ile erlenin ve huninin boynunu yıkayın.
Amonyak kaybına meydan vermeden destilasyon kabına 50 ml konsantre sodyum hidroksit çözeltisi (4.5) ilave edin veya 20 ml hidroklorik asit kullanılmak suretiyle numunenin çözdürüldüğü durumlarda üzerine 60 ml konsantre sodyum hidroksit çözeltisi (4.6) ilave edilebilir. Destilasyon aletini birleştirin. Metot 2.1 de belirtilen prosedüre göre amonyağı destile edin.
- 7.3. Boş test
Aynı koşullar altında bir boş test uygulayın (içerisinde numune bulunmayan) ve son sonuçlar hesaplanırken bunu da göz önüne alın.
- 7.4. Kontrol testi
Analiz işleminden önce aygıt/aletlerin doğru çalışıp çalışmadığını ve 0.045-0.050 g azot içeren taze hazırlanmış sodyum nitrat (4.5) çözeltisinin belli bir kısmında adı geçen analiz işlemi sırasında doğru metodun kullanılıp kullanılmadığını kontrol edin
- 8. SONUÇLARIN İFADE EDİLMESİ**
Analiz prosedürü ile ilgili sonuçları analiz için alınan gübrenin içerdiği nitrat azotu yüzdesi yada amonyak ve nitrat azotu yüzdesi olarak ifade edin.

Metot 2.2.2.

ARND'a GÖRE NİTRİK VE AMONYAK AZOTU TAYİNİ

- 1. KAPSAM**
Bu bölüm, ARND metoduna göre (varyant a,b ve c için uyarlanmış) nitrik ve amonyak azotunun tayini için uygun olan prosedürü belirlemektedir.
- 2. UYGULAMA SAHASI**
Metot 2.2.1'e bakınız.
- 3. ANA PRENSİP**
Magnezyum klorid bulunan bir ortamda, nötr sulu bir çözeltinin içerisindeki % 60 Cu ve %40 Mg (Arnd alışımlı) dan oluşmuş metalik bir alaşım yardımıyla, nitrat ve nitritlerin amonyağa indirgenmeleri.
Amonyakın destilasyonu ve belli miktardaki standart sülfürik asit çözeltide tayini. Açığa çıkan asidin fazlası standart sodyum yada potasyum hidroksit çözeltileri yardımıyla titre edilir.
- 4. AYIRIÇLAR**
Destile su yada mineralizesu, karbon dioksit ve azotlu bileşimler içermeyen

- 4.1. 1 hacim seyreltik hidroklorik asit (d=1.18) + 1 hacim su
- 4.2. 0.1 N sülfürik asit (varyant a)
- 4.3. 0.1 N sodyum yada potasyum hidroksit çözeltisi (varyant a)
- 4.4. 0.2 N sülfürik asit (varyant b/Not 2./Metot 2.1'e bakınız)
- 4.5. 0.2 N sodyum yada potasyum hidroksit çözeltisi, karbonat içermeyen (varyant 2)
- 4.6. 0.5 N sülfürik asit (varyant c/Not:2/Metot 2.1'e bakınız)
- 4.7. 0.5 N sodyum yada potasyum hidroksit çözeltisi karbonat içermeyen (varyant c)
- 4.8. Yaklaşık 2 N Sodyum hidroksit çözeltisi
- 4.9. Arnds alaşımı, analiz prosedürü için toz haline getirilmiş, 1 mm (2)'lik delikleri olan elekten elenmiş halde.
- 4.10. % 20 magnezyum klorid çözeltisi
Litrelük düz tabanlı cam erlende yaklaşık 600-700 ml suda 200 g magnezyum klorid (MgCl₂.6H₂O) çözündürün. Köpürmeyi önlemek üzere içine 25 g magnezyum sülfat (MgSo₄.7H₂O) ilave edin.
Çözünme işlemini takiben üzerine 2 g magnezyum oksid ve birkaç tane sünger taşı granülü ilave edin.
Meydana gelen çözeltiyi 200 ml ye inene kadar kaynamaya bırakın böylelikle ayıraçlarda olası amonyum bertaraf edilmiş olur). Soğutun ve 1 litreye tamamlayıp süzün.
- 4.11. İndikatör çözeltileri :
- 4.11.1. Karışık indikatör :
Çözelti A: 1 g metil kırmızısını 37 ml 0.1 N sodyum hidroksit çözeltisi içersinde çözündürün ve su ile 1 litreye tamamlayın.
Çözelti B: 1 g metilen mavisini bir miktar suda çözündürün ve su ile 1 litreye tamamlayın.
1 hacim A çözeltisi ile 2 hacim B çözeltisini birbiriyle karıştırın.
Bu indikatör asit çözeltilerde menekşe renk, nötr çözeltilerde gri renk ve alkali çözeltilerde yeşil renk verir. 0.5 ml kadar kullanın (yaklaşık 10 damla).
- 4.11.2. Metil kırmızı indikatör çözeltisi :
0.1 g metil kırmızısını 50 ml % 95 etanolde çözündürün. Su ile 100 ml'ye tamamlayın ve gerekiyorsa süzün.
Bu indikatör bir önceki çözeltinin yerine kullanılabilir (4-5 damla kadar).
- 4.11.3. Kongo kırmızısı indikatör çözeltisi :
3 g Kongo kırmızısını 1 litre sıcak suda çözündürün ve soğuduktan sonra gerekiyorsa süzün. Bu indikatör özellikle destilasyon öncesi asit ekstralarının nötralizasyonu söz konusu olduğunda, yukarıda tanımlanan iki indikatörün yerine kullanılabilir (her 100 ml de 0.5 ml kullanmak suretiyle sıvı nötralize edilir).
- 4.12. Hidroklorik asit ile yıkanmış ve kalsine edilmiş sünger taşı granülleri.
- 4.13. Analiz işlemi için sodyum nitrat.
- 5. ALETLER**
Metot 2.1'e bakınız : "Amonyak azotu tayini".
- 6. NUMUNENİN HAZIRLANMASI**
Metot 1'e bakınız.
- 7. ANALİZ METODU**
- 7.1. Çözeltinin analiz için hazırlanması
Metot 2.1'e bakınız: "Amonyak azotun tayini".
- 7.2. Çözeltinin analizi
Tercih edilen varyanta göre Tablo 1/Metot 2.1'de tanımlanan standart sülfürik asitten tam olarak bir miktar tartın ve toplama kabına aktarın. Üzerine tercih edilen indikatör çözeltilerinden (4.11.1 veya 4.11.2) uygun bir miktar ilave edin. Son olarak en az 50 ml olana kadar su ile tamamlayın. Kondansatör bağlantı tüpünün ucu çözelti seviyesinin altında olmalıdır.
Uygun bir pipet kullanmak suretiyle Tablo 1 göz önüne alınarak berrak çözeltiden bir miktar alınır ve destilasyon kabına aktarılır.
Üzerine 350 ml olana kadar yeterli miktarda su (Not 1'e bakınız) + 10 g Arnds Alaşımı (4.9) + 50 ml magnezyum klorid çözeltisi (4.10) ve birkaç tane sünger taşı (4.12) ilave edin. Derhal erleni destilasyon aletine monte edin. 30 dakika kadar hafifçe ısıtın. Daha sonra ısının derecesini artırarak amonyağı destillenmeye bırakın. Yaklaşık 1 saat kadar destilasyon işlemine devam edin.
Destilasyon sona erdiğinde erlendeki kalıntı şurup kıvamına gelmiş olmalıdır. Destilasyon tamamen sona erdiğinde açığa çıkan asit fazlasını metot 2.1 de tanımlanan prosedüre göre titre edin.
Not 1
Numune çözeltisi asit ise (20 ml HCl <1+1> (4.1) numunenin çözündürülmesi için analiz için alınan bölüm aşağıda belirtildiği gibi nötralize edilir: Destilasyon kabına alınan bölümü aktarın ve su ile 250 ml ye kadar tamamlayın. Üzerine yeterli miktarda indikatör (4.11.1, 4.11.2 veya 4.11.3) ilave edin ve dikkatlice çalkalayın.
- 7.3. Boş test
Aynı koşullar altında bir de boş test yapın ve son hesaplamalarda bu miktarı da göz önünde bulundurun.
- 7.4. Kontrol testi
Analiz başlamadan alet/aygıtın doğru çalışıp çalışmadığını ve taze hazırlanmış 0.050-0.150 g nitrik azot (tercih edilen varyanta göre) içeren sodyum nitrat çözeltisi (4.13) kullanmak suretiyle doğru metodun uygulanıp uygulanmadığını kontrol edin.
- 8. SONUÇLARIN İFADE EDİLMESİ**
Metot 2.2.1'e bakınız.

Metot 2.2.3.

DEVARDA'ya GÖRE NİTRİK VE AMONYAK AZOTU TAYİNİ

1. KAPSAM

Bu bölüm, Devarda metoduna göre (varyant a,b ve c için ayrı ayrı uyarlanmış) nitrik ve amonyak azotunun tayini ile ilgili prosedürü kapsamaktadır.

2. UYGULAMA SAHASI

Metot 2.2.1'e bakınız.

3. ANA PRENSİP

% 45 Al, % 5 Zn ve %50 Cu (Devarda alaşımı) kullanmak suretiyle kuvvetli alkali bir çözeltide bulunan nitrat ve nitritleri amonyak haline indirgemek. Amonyakın destilasyonu ve miktarı belli standart sülfürik asit çözeltisi ile açığa çıkan asit fazlasının standart sodyum yada potasyum hidroksit çözeltileri ile titre edilmesi.

4. AYIRACLAR

Destile su yada mineralizesu, karbon dioksit ve azotlu bileşimler içermeyen.

4.1. Seyreltik hidroklorik asit: 1 hacim HCL (d=1.18) + 1 hacim su

4.2. 0.1 N sülfürik asit (varyant a)

4.3. 0.1 N sodyum yada potasyum hidroksit çözeltisi, karbonat içermeyen (varyant a)

4.4. 0.2 N sülfürik asit (varyant b-Not 2/Metot 2.1'e bakınız)

4.5. 0.2 N sodyum yada potasyum hidroksit çözeltisi, karbonat içermeyen. (varyant b)

4.6. 0.5 N sülfürik asit (varyant c-Not 2/Metot 2.1'e bakınız).

4.7. 0.5 N sodyum yada potasyum hidroksit çözeltisi, karbonat içermeyen (varyant c – Not 2/Metot 2.1'e bakınız)

4.8. Analiz için Devarda alaşımı.

4.9. Sodyum hidroksit çözeltisi : % 30 NaOH (d=1.31), amonyak içermeyen.

4.10. İndikatör çözeltileri

4.10.1. Karışık indikatör çözeltileri

Çözelti A: 1 g metil kırmızısı 37 ml 0.1 N sodyum hidroksit çözeltisi içersinde çözündürülür ve su ile 1 litreye tamamlanır.

Çözelti B: 1 g metilen mavisi bir miktar su içersinde çözündürülür ve 1 litreye tamamlanır.

1 hacim A çözeltisi ile 2 hacim B çözeltisi birbiriyle karıştırılır.

Bu indikatör asit çözeltilerde menekşe, nötr çözeltilerde gri ve alkali çözeltilerde yeşil renk verir. 0.5 ml kadar kullanın (yaklaşık 10 damla).

4.10.2. Metil kırmızısı indikatörü

0.1 g metil kırmızısı 50 ml % 95 etanol içersinde çözündürülür. Su ile 100 ml ye tamamlayın ve gerekiyorsa süzün. Bu 37 indikatör (4-5 damla kadar) bir öncekinin yerine kullanılabilir.

4.11. %95-96 etanol

4.12. Analiz için sodyum nitrat

5. ALETLER

Metot 2.1'e bakınız.

5.1. Destilasyon aleti yeterli kapasiteye sahip yuvarlak tabanlı bir erlen olup, başlıklı bir destile tüpü ile kondansatöre bağlanmıştır. İlaveten toplama kabının ağzı amonyak kaybını önlemek üzere bir baloncuk kapanı ile kapatılmıştır.

Bu gibi saptama ve analiz işlemlerinde kullanımı onaylanmış olan donanım şekil 5 de gösterilmiştir.

5.2. Pipetler : 10-20-25-50-100 ve 200 ml'lik

5.3. 500 ml'lik dereceli cam erlen

5.4. Rotari çalkalayıcısı (dakikada 35-40 defa dönebilen)

6. NUMUNENİN HAZIRLANMASI

Metot 1'e bakınız.

7. PROSEDÜR

7.1. Analiz için çözeltinin hazırlanması :

Metot 2.1'e bakınız: "Amonyak azotu tayini".

7.2. Çözeltinin analizi :

Analiz edilecek çözeltinin bir bölümündeki nitrik azot miktarı Tablo 1'de belirtilen maksimum miktarı aşmamalıdır.

Tercih edilen varyanta göre Tablo 1'de belirtildiği gibi tam olarak tartılmış sülfürik asidi bir toplama kabına aktarın. Tercih edilen indikatörden yeterli miktarda ilave edin (4.10.1 veya 4.10.2) son olarak su ile 50 ml'ye tamamlayın. Kondansatörün bağlanma tüpünün ucu çözeltinin seviyesinden aşağıda bulunmalıdır. Kap ağzında bulunan baloncuk kapanını destile suyla doldurun.

Uygun bir pipet kullanmak suretiyle Tablo 1./Metot 2.1'de gösterildiği gibi çözeltilerden bir miktar alın ve destilasyon kabına aktarın.

Destilasyon kabına 250-300 ml'lik hacme gelinceye kadar yeterli miktarda su, 5 ml etanol (4.11) ve 4 g Devarda alaşımı (4.8) ilave edin (Not 2'ye bakınız).

Amonyak kaybını önlemek üzere gerekli önlemleri alarak erlene yaklaşık 30 ml % 30 sodyum hidroksit çözeltisi (4.9) ilave edin. Son olarak asit içersinde çözünebilir numuneler durumunda analiz numunesinde olması muhtemel hidroklorik asidi nötralize etmeye yeterli miktarda sodyum hidroksitten biraz daha ilave edin. Hafifçe ısıtın, böylelikle yaklaşık 1 saat içersinde hidrojenin açığa çıkması sağlanmış olur ve sıvı kaynamaya

başlar. 200 ml'lik sıvıyı destilenmesine izin verecek şekilde 30 dakika daha ısıyı attırarak ısıtmaya devam edin (destilasyon işlemi 45 dakikayı aşmamalı).

Destilasyon sona erdiğinde aletten destilasyon kabını ayırın ve bağlantı tüpünü ve baloncuk kapanını dikkatle yıkayın. Durulama sularını toplatıp titrasyon kabına aktarın. Metot 2.1'deki işleme göre açığa çıkan asit fazlasını titre edin.

Not 2

Kalsiyum nitrat ve kalsiyum amonyum nitrat gibi kalsiyum tuzlarının ortamda bulunması halinde, analiz için hazırlanan numunenin her bir gramına 0.700 g sodyum fosfat ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ilave edilerek $\text{Ca}(\text{OH})_2$ oluşumunu önleyin.

7.3. Boş test

Aynı koşullar altında bir boş test uygulayın ve son hesaplamalarda bunu göz önüne alın.

7.4. Kontrol test

Analiz işlemine başlamadan önce alet/aygıtın doğru çalışıp çalışmadığını (9) ve taze hazırlanmış 0.50-0.150 g nitrik azot (tercih edilen varyanta göre) içeren sodyum nitrat çözeltisi (4.12) kullanmak suretiyle doğru metodun uygulanıp uygulanmadığını kontrol edin.

8. SONUÇLARIN İFADE EDİLMESİ

Metot 2.2.1'e bakınız.

Şekil 5 ile ilgili açıklamalar

- 750 ml (1000 ml)'lik, yuvarlak tabanlı, uzun boyunlu cam erlen, çan ağızlı
- Başlıklı destilasyon tüpü, N90 18 küresel eklentisi bulunan
- Girişte No.18 küresel eklentisi olan dirsek tüpü, ucunda bir damlama külahı bulunan (küresel eklenti yerine uygun bir kauçuk eklenti kullanılabilir).
- 6 ampullük kondansatör, kauçuk bir tutucu ile tutturulan bağlantı tüpü ve ucunda bir baloncuk kapanı bulunan.
- 750 ml'lik bir toplama kabı.
- Amonyak kaybını önlemek üzere bir baloncuk kapanı.
Bu ekipman borosilikat camından yapılmıştır.

Metot 2.3

TOPLAM AZOT MİKTARININ TAYİNİ

Metot 2.3.1.

NİTRAT İÇERMEYEN KALSİYUM SİYANAMİD'DE TOPLAM AZOT TAYİNİ

1. KAPSAM

Bu bölüm nitrat içermeyen kalsiyum siyanamid de toplam azot miktarını saptamak üzere uygulanan işlemi tanımlamaktadır.

2. UYGULAMA SAHASI

Yalnızca kalsiyum siyanamid (nitrat içermeyen) üzerinde uygulama yapılacaktır

3. ANA PRENSİP

Kjeldahl dijestiyonunu takiben meydana gelen amonyak azotu, sodyum hidroksit ile yer değiştirir ve standart sülfirik asit çözeltisi yardımıyla hesaplanır.

4. AYIRACLAR

Destile su yada mineralizesu, karbondioksit ve azotlu bileşikler içermeyen.

4.1. Seyreltik sülfirik asit (d=1.54) : 1 hacim sülfirik asit (d=1.54) + 1 hacim su

4.2. Analiz prosedürü için potasyum sülfat

4.3. Her hesaplama işlemi için bakır oksit (CuO) veya eşdeğer miktarda bakır sülfat pentahidrat, her hesaplama için 0.9-1.25 arasında.

4.4. Sodyum hidroksit çözeltisi, %30 NaOH, amonyak içermeyen.

4.5. 0.1 N sülfirik asit (varyant a- metot 2.12'e bakınız)

4.6. 01 N sodyum yada potasyum hidroksit çözeltisi, karbonat içermeyen (varyant a)

4.7. 0.2 N sülfirik asit (varyant b-Not 2/Metot 2.1'e bakınız)

4.8. 0.2 N sodyum yada potasyum hidroksit çözeltisi, karbonat içermeyen (varyant b)

4.9. 0.5 N sülfirik asit (varyant c-Not 2/Metot 2.1'e bakınız)

4.10. 0.5 N sodyum yada potasyum hidroksit çözeltisi, karbonat içermeyen (varyant c)

4.11. İndikatör çözeltileri

4.11.1. Karışık indikatör :

Çözelti A: 1 g metil kırmızısını 37 ml 0.1 N sodyum hidroksit çözeltide çözündürün ve su ile 1 litreye tamamlayın .

Çözelti B: 1 g metilen mavisini bir miktar suda çözündürün ve su ile 1 litreye tamamlayın.

1 hacim çözelti A ile 2 hacim çözelti B'yi birbiriyle karıştırın.

Bu indikatör asitli çözeltilerde menekşe, nötr çözeltilerde gri ve alkali çözeltilerde yeşil renk verir. 0.5 ml kadar kullanın (yaklaşık 10 damla).

4.11.2. Metil kırmızısı indikatörü

0.1 g metil kırmızısını 50 ml % 95 etanol içersinde çözündürün ve su ile 100 ml'ye tamamlayın. Gerekliyse süzün. Bu indikatör bir öncekinin yerine kullanılabilir (4-5 damla kadar).

4.12. Sünger taşı granülleri, hidroklorik asit ile yıkanmış ve kalsine olmuş.

4.13. Analiz prosedürü için potasyum tiyosiyanat

5. ALETLER

5.1. Destilasyon aleti, metot 2.1. "Amonyak azotu tayini" bölümüne bakınız.

5.2. Yeterli kapasitede uzun boyunlu, Kjeldahl erleni.

5.3. Pipetler : 50-100 ve 200 ml'lik

5.4. 250 ml'lik dereceli cam erlen.

6. NUMUNENİN HAZIRLANMASI

Metot 1'e bakınız.

7. PROSEDÜR

7.1. Çözeltinin hazırlanması

0.001 gram hassasiyetinde, tam olarak 1 g numune tartın ve bir kjeldahl erlenine aktarın. Üzerine 50 ml seyreltik sülfirik asit (4.1), 10-15 g potasyum sülfat (4.2) ve belirtilen katalizör maddeden ilave edin (4.3). Yavaş yavaş ısıtmaya başlayın ve 2 saat süreyle hafiften kaynamaya bırakın. Soğumasına izin verin ve 100-150 ml su ile seyreltin. Tekrar soğutun ve karışımı 250 ml'lik dereceli bir cam erlene kantitatif olarak aktarın. Gerekli hacme kadar (250 ml) su ile tamamlayın, çalkalayın ve kuru bir cam erlene kuru bir filtrede geçirerek süzün.

7.2. Çözeltinin analiz edilmesi

Bir pipet yardımıyla tercih edilen varyanta göre (Metot 2.1'e bakınız) elde edilen çözeltilerden 50.100 veya 200 ml'lik bir miktarı bir erlene aktarın ve Metot 2.1'de belirtildiği gibi amonyağı destillenmeye bırakın. Gerekli fazlalığı temin etmek üzere içersine yeterli miktarda NaOH çözeltisi (4.4) ilave edin.

7.3. Boş test

Aynı koşullar altında bir boş test yapın ve son sonuçların hesaplanmasında bunu da göz önünde bulundurun.

7.4. Kontrol testi

Analiz işlemine başlamadan önce aletin/aygıtın doğru çalışıp çalışmadığı ve numunedeki azot konsantrasyonuna yaklaşık miktarda azot bulunduran standart potasyum tiyosiyanat çözeltiden (4.13) alınan

- miktar üzerinde doğru metodun uygulanıp uygulanmadığını kontrol edin.
8. **SONUÇLARIN İFADE EDİLMESİ**
Sonuçları analiz edilen gübredeki azot miktarı (N) yüzdesi olarak ifade edin:
Varyant a: % N = (50-A) X 0.70
Varyant b: % N = (50-A) X 0.70
Varyant C: % N = (35-A) X 0.875

Metot 2.3.2.

NİTRAT İÇEREN KALSİYUM SİYANAMİDDE TOPLAM AZOT TAYİNİ

1. **KAPSAM**
Bu bölüm, kalsiyum siyanamid deki toplam azot miktarını saptamak üzere uygulanan Metot tanımlamaktadır.
2. **UYGULAMA SAHASI**
Bu metot nitrat içeren kalsiyum siyanamid üzerinde uygulanabilir.
3. **ANA PRENSİP**
Nitrat içeren kalsiyum siyanamide Kjeldahl metot direkt olarak uygulanamaz. Bu nedenle Kjeldahl dijestiyonuna tabi tutulmadan önce metalik demir ve kalay klorid yardımıyla nitrat azotu amonyağa indirgenir.
4. **AYIRIÇLAR**
Destile su veya mineralizesu, karbon dioksit ve azotlu bileşikler içermeyen.
 - 4.1. Sülfürik asit (d=1.54).
 - 4.2. Hidrojeni indirgenmiş toz halinde demir.
 - 4.3. Potasyum sülfat, çok ince toz halinde öğütülmüş, analiz için.
 - 4.4. 0.1 N standart sülfürik asit çözeltisi (varyant a-metot 2.1'e bakınız).
 - 4.5. 0.1 N standart sodyum yada potasyum hidroklorik çözeltisi karbonat içermeyen. (varyant a)
 - 4.6. 0.2 N standart sülfürik asit çözeltisi (varyant b-Not 2/Metot 2.1)
 - 4.7. 0.2.N standart sodyum yada potasyum hidroksit çözeltisi, karbonat içermeyen (varyant b-Not 2/Metot 2.1 e bakınız)
 - 4.8. 0.5 N standart sülfürik asit çözeltisi (varyant c-Not 2/Metot 2.1'e bakınız)
 - 4.9. 0.5. N standart sodyum yada potasyum hidroksit çözeltisi, karbonat içermeyen (varyant c-Not 2/Metot 2.1).
 - 4.10. İndikatör çözeltileri
 - 4.10.1. Karışık indikatörler:
Çözelti A: 1 g metil kırmızısı 37 ml 0.1 N sodyum hidroksit çözeltisinde çözündürülür ve suyla 1 litreye tamamlanır.
Çözelti B: 1 g metilen mavisi bir miktar suda çözündürülür ve suyla 1 litreye tamamlanır.
1 hacim çözelti A ile 2 hacim çözelti B'yi birbiriyle karıştırın.
Bu indikatör asit çözeltilerde menekşe, nötr çözeltilerde gri ve alkali çözeltilerde yeşil renk verir. Bu indikatör çözeltilerinden 0.5 ml (yaklaşık 4-5 damla kadar) kullanın.
 - 4.10.2. Metil kırmızısı indikatörü :
0.1 g metil kırmızısı 50 ml %95 etanolde çözündürülür ve suyla 100 ml'ye tamamlanır. Gerekliyse filtre edin.
Bu indikatör (4-5 damla) bir öncekinin yerine kullanılabilir.
 - 4.11. Kalay klorid çözeltisi:
120 g SnCl₂.2H₂O'yu 400 ml konsantre hidroklorik asit (d=1.18) içerisinde çözündürün ve suyla 1 litreye tamamlayın. Çözelti kesinlikle berrak olmalı ve kullanımdan hemen önce taze olarak 28X hazırlanmalı: Kalay kloridin indirgeyici gücünü kontrol etmek zorunludur.
NOT
0.5 g SnCl₂.2H₂O'yu 2 ml konsantre hidroklorik asit (d=1.18) içerisinde çözündürün ve suyla 50 ml'ye tamamlayın. Daha sonra üzerine 5 g Rochelle tuzu (potasyum sodyum tartarat) ve çözeltinin analiz işlemi sırasında, litmus test kağıdında alkali reaksiyonu verebilmesi için de yeterli miktarda sodyum bikarbonat ilave edin.
İndikatör olarak nişasta çözeltisi yanında 0.1 N iyot çözeltisi ile titre edin.
1 ml 0.1 N iyot çözeltisi 0.01128 g Sn₂.2H₂O'ya eşdeğerdir.
Çözeltide bulunan toplam kalayın % 80'ini bivalan şekilde bulunmalıdır. Titrasyon sırasında en az 0.1 N iyot çözelti kullanılmış olmalıdır.
%30'luk NaOH (d=1.33) içeren sodyum hidroksit çözeltisi, amonyak içermeyen.
 - 4.12. Standart amonyaklı nitrat çözeltisi
 - 4.13. Standard nitrat-amonyak çözeltisi
Analiz edilmek üzere 2.5 g potasyum nitrat ve 10-16 g amonyum sülfat tartın ve 250 ml'lik dereceli bir erlene aktarın. Bir miktar suda çözündürün ve suyla 250 ml'ye tamamlayın. Elde edilen çözeltinin 1 ml'sinde 0.01 g azot bulunur.
 - 4.14. Sünger taşı granülleri, hidroklorik asit ile yıkanmış ve kalsine olmuş.
5. **ALETLER**
Metot 2.3.1'e bakınız.
6. **NUMENENİN HAZIRLANMASI**
Metot 1'e bakınız.

7. PROSEDÜR

7.1. Çözeltinin hazırlanması

0.001 grama en yakın olacak şekilde numuneden 1 g kadar tartın ve Kjeldahl erlenine aktarın. Üzerine 0.5 g toz haline getirilmiş demir (4.2) ve 50 ml kalay klorid çözeltisi (4.11) ilave edin. Bu durumda yarın saat kadar bekletin. Karıştırın ve yine sırasıyla 10 ve 20 dakika bekletin. Üzerine 19 g potasyum sülfat (4.3) ve 30 ml sülfürik asit (4.1) ilave edin. Karışımı kaynatın. Beyaz renkli buhar görülene dek işleme devam edin. Soğumaya bırakın ve 100-150 ml suyla seyreltin. Meydana gelen süspansiyonu kantitatif olarak 250 ml'lik dereceli cam bir erlene aktarın ve gereken hacme suyla tamamlayın. Karıştırıp kuru bir filtreden kuru bir erlen içersine süzün. Metot 2.1'de belirtilen varyant a,b veya c için süspansiyonu geri çektirmek yerine, yeteri miktarda sodyum hidroksit çözeltisi ilave ettikten sonra, bu çözeltideki amonyak azotu da direkt olarak destile edilmelidir (4.12).

7.2. Çözeltinin analiz edilmesi

Meydana gelen çözeltiden bir pipet yardımıyla metot 2.1'de belirtildiği gibi (varyant a,b yada c ye bağlı kalınarak), meydana gelen çözeltiden 50-100 veya 200 ml kadar alıp temiz bir erlene aktarın. Metot 2.1'de tanımlanan prosedüre göre amonyağı destillenmeye bırakın. Bu arada geniş çapta bir fazlalık sağlayabilmek açısından destilasyon kabına yeterli miktarda sodyum hidroksit çözeltisi ilave edin.

7.3. Boş test

Aynı koşullar altında (içersinde numune bulunmayan) bir boş test yapın ve final hesaplamalarda bunu göz önünde bulundurun.

7.4. Kontrol testi

Analize başlamadan önce aletin/aygıtın doğru çalışıp çalışmadığını ve nitratlı kalsiyum siyanamidde bulunan belli miktardaki siyanamid ve nitrat azota karşın, belli miktarlarda amonyak ve nitrat azotu içeren standart bir çözelti kullanmak suretiyle doğru metodun uygulanıp uygulanmadığını kontrol edin.

Bu amaçla bir Kjeldahl erleni içersine standart çözelti (4.13)'dan 20 ml kadar aktarın.

7.1.'e 7.2'de tanımlanan yöntemlere göre analiz prosedürünü uygulayın.

8. SONUÇLARIN İFADE EDİLMESİ

Analiz sonucu, analiz edilmek üzere teslim alınan gübrede bulunan toplam azot miktarı (N) yüzdesi olarak ifade edilmelidir :

Varyant a : % N = (50-A) X 0.70

Varyant b : % N = (50-A) X 0.70

Varyant c : % N = (35-A) X 0.875

Metot 2.3.3.

ÜREDE TOPLAM AZOT TAYİNİ

1. KAPSAM

Bu belge üre de bulunan toplam azot miktarını saptamada uygulanan prosedürü kapsamaktadır.

2. UYGULAMA SAHASI

Bu metot sadece nitrat içermeyen üreli gübreler üzerinde uygulanır.

3. ANA PRENSİP

Sülfürik asit bulunan bir ortamda kaynatmak suretiyle üre kantitatif olarak amonyak halinde dönüştürülür. Elde edilen amonyak bir alkali ortamda destillenmeye bırakılır. Oluşan destilasyon ürünü standart sülfürik asit çözeltiden toplanır. Açığa çıkan asit standart bir alkali çözelti yardımıyla titre edilir.

4. AYIRIÇLAR

Destile su veya mineralizesu, karbon dioksit ve azotlu bileşikler içermeyen

4.1. Konsantre sülfürik asit (d=1.84).

4.2. Sodyum hidroksit çözeltisi, yaklaşık %30 NaOH (d=1.33), amonyak içermeyen.

4.3. N sülfürik asit (varyant a-metot 2.1'e bakınız).

4.4. N sodyum yada potasyum hidroksit çözeltisi, karbonat içermeyen (varyant a)

4.5. N sülfürik asit (varyant b-Not 2/Metot 2.1'e bakınız)

4.6. N sodyum yada potasyum hidroksit çözeltisi, karbonat içermeyen (varyant b)

4.7. 0.5 N sülfürik asit (varyant c-Not 2/Metot 2.1)

4.8. 0.5 N sodyum veya potasyum hidroksit çözeltisi, karbonat içermeyen (varyant c)

4.9. İndikatör çözeltiler

4.9.1. Karışık İndikatörler :

Çözelti A: 1 g metilen kırmızısını 37 ml 0.1 N sodyum hidroksit çözeltisi içersinde çözüm ve suyla 1 litreye tamamlayın.

Çözelti B: 1 g metilen mavisini bir miktar suda çözündürün ve suyla 1 litreye tamamlayın.

1 hacim çözelti A ile 2 hacim çözelti B'yi birbiriyle karıştırın.

Bu indikatör asit çözeltilerde menekşe renk, nötr çözeltilerde gri renk ve alkali çözeltilerde yeşil renk verir. 0.5 ml kullanılır (yaklaşık 10 damla).

4.9.2. Metil kırmızı indikatör çözeltisi :

0.1 g metil kırmızısını 50 ml %95 etanolde çözündürün ve suyla 100 ml'ye tamamlayın. Gerekirse süzün. Bu indikatör bir öncekinin yerine kullanılabilir (yaklaşık 4-5 damla).

- 4.10. Sünger taşı granülleri, hidroklorik asit ile yıkanmış ve kalsine edilmiş.
- 4.11. Analiz için üre.
- 5. ALETLER**
- 5.1. Destilasyon aleti (Metot 2.1: "Amonyak azotu tayini" ne bakınız)
- 5.2. 500 ml'lik dereceli erlen.
- 5.3. Pipetler: 25.50 ve 100 ml'lik
- 6. SOLUSYONUN HAZIRLANMASI**
- Metot 1.2'e bakınız.
- 7. PROSEDÜR**
- 7.1. Çözeltinin hazırlanması
0.001 grama en yakın olacak şekilde hazırlanan numuneden 2.5 g tartın ve 300 ml'lik bir Kjeldahl erlenine aktarın. 20 ml su ile ıslatın. Üzerine 20 ml konsantre sülfürik asit (4.1) ve işlem sırasında çarpışmaları önlemek amacıyla birkaç cam bilye ilave edin ve karıştırın. Erlenin boynuna uzun saplı bir cam huni takarak dışarıya sıçrama ve taşmaları önleyin. Önceleri yavaş yavaş ısıtmaya başlayın, daha sonra beyaz buharlar meydana gelinceye kadar ısıyı arttırarak ısıtmaya devam edin (30-40 dakika kadar). Soğutun ve 100-150 ml suyla seyreltin. Kantitatif olarak 500 ml'lik bir volümetrik cam erlene aktarın. Oda ısısında soğumaya bırakın. Gereken hacme suyla tamamlayın, karıştırın ve kuru bir filtreden geçirerek temiz ve kuru bir cam erlene süzün.
- 7.2. Çözeltinin analiz edilmesi
Uygun bir pipet yardımıyla oluşan çözeltiden 25, 50 ve 100 ml alarak destilasyon kabına aktarın (tercih edilen varyanta göre metot 2.1'e bakınız). Destilasyon kabına yeterli miktarda bir fazlalık temin edebilmek amacıyla NaOH (d=1.33) (4.2) ilave ederek, metot 2.1'de belirtildiği gibi amonyağı destillenmeye bırakın.
- 7.3. Boş test
Aynı koşullar altında bir boş test yapın (numune içermeyen) son sonuçlar hesaplanırken göz önünde bulundurun.
- 7.4. Kontrol testi
Analize başlamadan önce alet/aygıtın doğru çalışıp çalışmadığını ve üreden hazırlanan çözeltiden alınan miktarda (4.11) doğru metodun uygulanıp uygulanmadığını kontrol edin.
- 8. SONUÇLARIN İFADE EDİLMESİ**
- 9. TESLİM ALINAN GÜBREDEKİ AZOT (N) MİKTARINI YÜZDE OLARAK İFADE EDİN:**
- Varyant a : % N = (50-A) X 1.12
Varyant b : % N = (50-A) X 1.12
Varyant c : % N = (35-A) X 1.40

Metot 2.4.

SİYANAMİD AZOTU TAYİNİ

- 1. KAPSAM**
Bu bölüm siyanamid azotu miktarının tayini ile ilgili prosedürü tanımlamaktadır.
- 2. UYGULAMA SAHASI**
Kalsiyum siyanamid ve kalsiyum siyanamid/nitrat karışımı
- 3. ANA PRENSİP**
Siyanamid azot bir gümüş kompleksi olarak çöktürülür ve Kjeldahl Metoda göre çökelti üzerinden miktarı hesaplanır.
- 4. AYIRIÇLAR**
Destile su, mineralizesu, karbon dioksit ve azotlu bileşikler içermeyen.
- 4.1. Sirke asiti.
- 4.2. Amonyak çözeltisi, % 10 amonyak gazı içeren (ağırlık olarak) (d=0.96).
- 4.3. Amonyaklı gümüş çözeltisi, (Toliens'e göre)
Suda hazırlanmış 500 ml %10 gümüş nitrat (AgNo₃) çözeltisini 500 ml % 10 amonyak (4.2) ile karıştırın. Karışımı gerekmedikçe ışığa ve ısıya maruz bırakmayın. Mutlaka hava ile temasını önleyin. Çözelti bu durumda yıllarca saklanabilir. Çözelti berrak olduğu sürece iyi kalitede sayılır ve kullanılabilir.
- 4.4. Konsantre sülfürik asit (d=1.84)
- 4.5. Analiz için potasyum sülfat.
- 4.6. Her hesaplamada 0.3-0.4 g kadar bakır oksit (CuO) yada yine her hesaplamada eşdeğer miktarda 0.95-1.25 g kadar bakır sülfat pentahidrat.
- 4.7. Sodyum hidroksit çözeltisi, yaklaşık %30 NaOH (d=1.33), amonyak içermeyen.
- 4.8. N sülfürik asit.
- 4.9. N sodyum veya potasyum hidroksit çözeltisi.
- 4.10. İndikatör çözeltileri.
- 4.10.1. Karışık indikatörler :
Çözelti A: 1 g metil kırmızısı 37 ml 0.01 N sodyum hidroksitte çözündürülür ve suyla 1 litreye tamamlanır.
Çözelti B: 1 g metilen mavisi bir miktar suda çözündürülür ve suyla 1 litreye tamamlanır.

1 hacim çözelti A ile 2 hacim çözelti B'yi birbiriyle karıştırın.

Bu indikatör asit çözeltilerde menekşe, nötr çözeltilerde gri ve alkali çözeltilerde yeşil ren verir. 0.5 ml kadar kullanın (10 damla)

4.10.2. Metil kırmızı indikatör çözeltisi :

0.1 g metil kırmızısı 50 ml % 95 etanolde çözündürülür ve suyla 100 ml ye tamamlanır. Gerekirse süzün. Bu indikatör (4-5 damla kadar) bir öncekinin yerine kullanılabilir.

4.11. Sünger taşı granülleri, hidroklorik asitte yıkanmış ve kalsine edilmiş.

4.12. Analiz için potasyum tiosiyanat.

5. ALETLER

5.1. Destilasyon Aleti Metot 2.1. "Amonyak azotu tayini" ne bakınız.

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

5.3. Yeterli kapasitede (300-500 ml), uzun boyunlu Kjeldahl erleni.

5.4. 50 ml'lik pipet.

5.5. Rotari çalkalayıcısı (dakikada 35-49 defa dönen).

6. NUMUNENİN HAZIRLANMASI

Metot 3'e bakınız.

7. PROSEDÜR

7.1. Güvenlik önlemi

DİKKAT: Amonyaklı gümüş çözeltisi ile çalışılırken mutlaka koruyucu gözlük takılmalıdır. Sıvının yüzeyinde ince membran bir tabaka oluşur oluşmaz ardından karışım nedeniyle şiddetli bir patlama ihtimali vardır. Bu nedenle son derece dikkatli çalışılmalıdır.

7.2. Analiz için çözeltinin hazırlanması

0.001 gram hassasiyetinde 2.5 g numune tartın ve ufak bir cam havana aktarın. Numuneyi suyla 3 defa ezin. Her ezme işlemini takiben suyu ilave edin. Daha sonra ilave edilen sularla beraber karışımı, kantitatif olarak bir 500 ml'lik dereceli stohmann erlenine aktarın. Havan, havaneli ve huniyi suyla yıkayın. Erlenindeki içeriği suyla yaklaşık 400 ml ye tamamlayın. Üzerine 15 ml asetik asit (4.1) ilave edin ve rotari çalkalayıcısında (5.5) 2 saat süreyle çalkalayın.

7.4. Kontrol testi

Analize başlamadan önce alet/aygıtın doğru çalışıp çalışmadığını ve üreden hazırlanan çözeltilerden alınan miktarda (4.11) doğru metodun uygulanıp uygulanmadığını kontrol edin.

8. SONUÇLARIN İFADE EDİLMESİ

9. TESLİM ALINAN GÜBREDEKİ AZOT (N) MİKTARINI YÜZDE OLARAK İFADE EDİN:

Varyant a : % N = (50-A) X 1.12

Varyant b : % N = (50-A) X 1.12

Varyant c : % N = (35-A) X 1.40

Metot 2.4.

SİYANAMİD AZOTU TAYİNİ

1. KAPSAM

Bu bölüm siyanamid azotu miktarının tayini ile ilgili prosedürü tanımlamaktadır.

2. UYGULAMA SAHASI

Kalsiyum siyanamid ve kalsiyum siyanamid/nitrat karışımı

3. ANA PRENSİP

Siyanamid azot bir gümüş kompleksi olarak çöktürülür ve Kjeldahl Metoda göre çökelti üzerinden miktarı hesaplanır.

4. AYIRACLAR

Destile su, mineralizesu, karbon dioksit ve azotlu bileşikler içermeyen.

4.1. Sirke asiti.

4.2. Amonyak çözeltisi, % 10 amonyak gazı içeren (ağırlık olarak) (d=0.96).

4.3. Amonyaklı gümüş çözeltisi, (Toliens'e göre)

Suda hazırlanmış 500 ml %10 gümüş nitrat (AgNo₃) çözeltisini 500 ml % 10 amonyak (4.2) ile karıştırın.

Karışımı gerekmedikçe ışığa ve ısıya maruz bırakmayın. Mutlaka hava ile temasını önleyin. Çözelti bu durumda yıllarca saklanabilir. Çözelti berrak olduğu sürece iyi kalitede sayılır ve kullanılabilir.

4.4. Konsantre sülfürik asit (d=1.84)

4.5. Analiz için potasyum sülfat.

4.6. Her hesaplamada 0.3-0.4 g kadar bakır oksit (CuO) yada yine her hesaplamada eşdeğer miktarda 0.95-1.25 g kadar bakır sülfat pentahidrat.

4.7. Sodyum hidroksit çözeltisi, yaklaşık %30 NaOH (d=1.33), amonyak içermeyen.

4.8. N sülfürik asit.

4.9. N sodyum veya potasyum hidroksit çözeltisi.

4.10. İndikatör çözeltileri.

4.10.1. Karışık indikatörler :

Çözelti A: 1 g metil kırmızısı 37 ml 0.01 N sodyum hidroksitte çözündürülür ve suyla 1 litreye tamamlanır.

Çözelti B: 1 g metilen mavisi bir miktar suda çözündürülür ve suyla 1 litreye tamamlanır.

1 hacim çözelti A ile 2 hacim çözelti B'yi birbiriyle karıştırın.

Bu indikatör asit çözeltilerde menekşe, nötr çözeltilerde gri ve alkali çözeltilerde yeşil ren verir. 0.5 ml kadar kullanın (10 damla)

4.10.2. Metil kırmızı indikatör çözeltisi :

0.1 g metil kırmızısı 50 ml % 95 etanolde çözündürülür ve suyla 100 ml ye tamamlanır. Gerekirse süzün. Bu indikatör (4-5 damla kadar) bir öncekinin yerine kullanılabilir.

4.11. Sünger taşı granülleri, hidroklorik asitte yıkanmış ve kalsine edilmiş.

4.12. Analiz için potasyum tiosiyanat.

5. ALETLER

5.1. Destilasyon Aleti Metot 2.1. "Amonyak azotu tayini" ne bakınız.

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

5.3. Yeterli kapasitede (300-500 ml), uzun boyunlu Kjeldahl erleni.

5.4. 50 ml'lik pipet.

5.5. Rotari çalkalayıcısı (dakikada 35-49 defa dönen).

6. NUMUNENİN HAZIRLANMASI

Metot 3'e bakınız.

7. PROSEDÜR

7.1. Güvenlik önlemi

DİKKAT: Amonyaklı gümüş çözeltisi ile çalışılırken mutlaka koruyucu gözlük takılmalıdır. Sıvının yüzeyinde ince membran bir tabaka oluşur oluşmaz ardından karışım nedeniyle şiddetli bir patlama ihtimali vardır. Bu nedenle son derece dikkatli çalışılmalıdır.

7.2. Analiz için çözeltinin hazırlanması

0.001 gram hassasiyetinde 2.5 g numune tartın ve ufak bir cam havana aktarın. Numuneyi suyla 3 defa ezin. Her ezme işlemini takiben suyu ilave edin. Daha sonra ilave edilen sularla beraber karışımı, kantitatif olarak bir 500 ml'lik dereceli stohmann erlenine aktarın. Havan, havaneli ve huniyi suyla yıkayın. Erlenindeki içeriği suyla yaklaşık 400 ml ye tamamlayın. Üzerine 15 ml asetik asit (4.1) ilave edin ve rotari çalkalayıcısında (5.5) 2 saat süreyle çalkalayın.

Su ile 500 ml'ye tamamlayın, karıştırın ve filtre ediniz.

Analiz olabildiğince çabuk yapılmalıdır.

7.3. Çözeltinin analizi

250 ml'lik bir cam kaba filtre edilen süzüntüden 50 ml kadar aktarın.

Üzerine 30 ml ılık amonyaklı gümüş nitrat (4.3) çözeltisi ilave edin. Sarı renkli siyanamid kompleksi meydana gelecektir.

Bu durumda bir gece bırakın. Daha sonra süzün ve amonyak bertaraf olana kadar çökeltiliyi soğuk suyla yıkayın.

Filtreyi ve hala ıslak olan çökeltiliyi bir Kjeldahl erlenine aktarın. Üzerine 10-15 g potasyum sülfat (4.5), belirtilen miktarda katalizör maddeleri (4.6) ve daha sonra 50 ml su + 25 ml konsantre sülfürik asit (4.4) ilave edin.

Erlenin yavaşça ısıtmaya başlayın. Bu arada kaynama başlayana kadar hafifçe çalkalayın. Sıcaklığı arttırın ve erlen içersindeki içerik renksiz yada çok açık yeşil oluncaya kadar kaynamaya bırakın.

1 saat kadar kaynatmaya devam edin ve soğumaya bırakın.

Kjeldahl erlenindeki sıvıyı kantitatif olarak destilasyon kabına aktarın. İçersine birkaç sünger taşı granülü atın (4.1) suyla gerekli toplam hacme kadar tamamlayın (yaklaşık 350 ml). Karıştırın ve soğumaya bırakın.

Metot 2.1, varyant a ya göre, üzerine yeterli miktarda NaOH çözeltisi eklemek suretiyle gerekli fazlalığı sağlayana kadar amonyağı destillenmeye bırakın.

7.4. Boş test

Aynı koşullar altında bir boş test (içersinde numune bulunmayan) yapın ve final sonuçlar hesaplanırken bunu göz önünde bulundurun.

7.5. Kontrol testi

Analiz prosedürüne başlamadan önce alet/aygıtın doğru çalışıp çalışmadığını ve 0.05 g azota eşdeğer standart potasyum tiosiyanat çözeltisi (4.12) üzerinde doğru metodun uygulanıp uygulanmadığını kontrol edin.

8. SONUCUN İFADE EDİLMESİ

Analiz için teslim alınan gübrede analiz sonucunu yüzde siyanamid azot olarak ifade edin :

$$\% N = (50-A) \times 0.56$$

Metot 2.5.

ÜRE'DE BİÜRENİN SPEKTROFOTOMETRİK TAYİNİ

1. KAPSAM

Bu bölüm üre içerisinde bulunan biüre miktarının tayini için uygulanan prosedürü tanımlamaktadır.

2. UYGULAMA SAHASI

Bu metot sadece üre üzerinde uygulanır.

3. **ANA PRENSİP**
Alkali ortamda potasyum sodyum tartarat yanında, biüre ve menekşe rengi bakır bileşiminden bivalan bakır miktarlarının tayini. Çözeltinin optik yoğunluğu 546 mm'lik (manometre) bir dalga boyunda iken saptanılır.
4. **AYIRACLAR**
Destile su yada mineralizesu, karbon dioksit ve amonyak içermeyen. Bu testte suyun kalitesi oldukça büyük önem taşır.
- 4.1. Metanol
4.2. 0.1 N sülfürik asit çözeltisi
4.3. 0.1 N sodyum hidroksit asit çözeltisi
4.4. Alkali potasyum sodyum tartarat çözeltisi
1 litrelik dereceli cam bir erlende 40 g sodyum hidroksiti 500 ml suda çözündürün ve soğumaya bırakın. Üzerine 50 g potasyum sodyum tartarat ($\text{NaKC}_4\text{H}_4\text{O}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) ilave edin. İşarete kadar tamamlayın. 24 saat bekletildikten sonra kullanın.
4.5. Bakır sülfat çözeltisi :
1 litrelik dereceli bir cam erlende 15 g bakır sülfatı ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 500 ml suda çözündürün. İşarete kadar tamamlayın.
4.6. Taze hazırlanmış standart biüre çözeltisi :
250 ml'lik dereceli bir erlen içerisinde 0.250 g saf biüreyi bir miktar suda çözündürün ve 250 ml ye tamamlayın. Bu çözeltinin 1 ml si 0.001 g biüre içerir.
4.7. İndikatör çözeltisi :
100 ml'lik dereceli bir erlende 0.1 g metil kırmızısını 50 ml % 95 etanolda çözündürün ve suyla 100 ml'ye tamamlayın. Elde edilen çözelti tortulu ise süzün.
5. **ALETLER**
5.1. % 0.5 T den daha düşük ölçümlemeye izin veren hassas ve kesin doğrulukta filtreleri bulunan spektrofotometre yada fotometre,
5.2. Dereceli erlenler : 100-250-1000 ml'lik
5.3. Dereceli pipetler : 2-5-10-20-25-50 ml'lik veya 25 ml'lik büret, 0.05 ml ye kadar derecelenmiş.
5.4. 250 ml'lik erlen
6. **NUMUNENİN HAZIRLANMASI**
Metot 1'e bakınız.
7. **PROSEDÜR**
7.1. Standart eğrinin hazırlanması
Biüre standart çözeltiden (4.6) 0,2,5,10,20,25 ve 50 ml'lik miktarları 7 adet derecelenmiş 100 ml'lik 2 seri erlene aktarın. Suyla 50 ml ye tamamlayın. Üzerine 1 damla indikatör damlatın (4.7) ve gerekirse 0.1 N sülfürik asit ile nötralize edin.
(4.2) 20 ml alkali tartarat çözeltisinde (4.4) ve daha sonra 20 ml bakır sülfat çözeltisi (4.5) içersinde çözündürün.
NOT
Her iki çözelti ya kesin doğru olarak ayarlanmış 2 adet büret ile yada daha iyisi 2 adet pipetle ölçümlenmelidir. Daha sonra destile suyla 100 ml ye tamamlayın ve 30 °C (+/-) 2 derece sıcaklıkta 15 dakika kadar bekletin.
Referans olarak "O" biüre çözeltisi kullanmak suretiyle her çözeltinin 546 nm dalga boyundaki absorbansını, uygun kalınlıkta hücreler kullanarak ölçümlen.
Absorbans değerlerini ordinat ve bunlara eşdeğer biüre miktarlarını (mg olarak) da apsis olarak kalibrasyon eğrisi üzerinde işaretleyin.
- 7.2. Analiz edilecek çözeltinin hazırlanması
0.001 gram hassasiyetinde hazırlanan numuneden 10 g kadar tartın ve 250 ml'lik dereceli cam bir erlen içersinde yaklaşık 150 ml suda çözündürün ve işarete kadar tamamlayın. Gerekirse süzün.
Görüş 1
Eğer analiz edilecek numune 0.015 gram dan fazla miktarda amonyak azotu bulunduruyor ise 250 ml'lik bir erlende çözün (4.1). hacmi 25 ml ye düşene kadar buharlaştırın. Kantitatif olarak 250 ml'lik dereceli bir erlene aktarın. İşarete kadar suyla tamamlayın. Eğer gerekiyorsa süzün ve kuru bir filtreden geçirerek temiz ve kuru bir cam erlene aktarın.
Görüş 2
Opallğin (ışığın renk yansımaları) giderilmesi: eğer ortamda herhangi bir şekilde kolloidal maddeler var ise filtrasyon prosedürüne bazı sorunlar çıkabilir bu durumda analiz edilecek çözelti şu şekilde hazırlanmalıdır: Analiz edilecek numuneden 150 ml'lik bir miktarı suda çözün ve üzerine 2 ml 1 N hidroklorik asit ilave edin. Daha sonra çözeltisi düz ve çok ince fitrelerden 250 ml'lik temiz bir cam erlene süzün. Filtreleri suyla yıkayın ve gerekli hacme kadar tamamlayın. Bu prosedürü 7.3'de belirtilen "Tayin" adlı bölüme göre devam ettirin.
- 7.3. Tayin
Varsayılan biüre miktarına göre 7.2 de tanımlanan çözeltiden bir pipet yardımıyla 25 yada 50 ml alıp, 100 ml'lik temiz bir dereceli erlene aktarın. Gerekiyorsa indikatör olarak metil kırmızısını kullanarak 0.1 N'lik bir ayıraç yardımıyla (4.2 veya 4.3) nötralize edin. Üzerine aynı kesin tartım ile 20 ml potasyum sodyum tartarat (4.4) ve 20 ml bakır çözeltisi (4.5) ilave edin (özellikle standartizasyon eğrisi çizilirken). Gerekli hacme kadar

işaretleyin ve hızlı bir şekilde karıştırın. Daha sonra 30 °C ± 2 derece sıcaklıkta 15 dakika dinlenmeye bırakın. Daha sonra gerekli ölçümleri yapın ve üre içerisinde bulunan biüre miktarını hesaplayın :

8. SONUÇLARIN İFADE EDİLMESİ

Standardizasyon grafiğinden mg olarak okunan biüre miktarı C olsun. Analiz edilen çözeltisinin hacmi şu şekilde hesaplanacaktır :

$$C \times 2.5$$

% Biüre : -----

$$V$$

9. EK

Transparan bir cisimden geçmeden önceki monokromatik ışınların ışık şiddeti değeri Jo (belli bir dalga boyunda) ve geçtikten sonraki ışık şiddet değeri J olsun :

$$J$$

- Transmisyon faktörü : $E = \frac{J}{J_0}$

$$J_0$$

$$J_0$$

- Opaklık : $O = \frac{J_0}{J}$

$$J$$

- Optik yoğunluk : $F = \log O$

$$E$$

- Her optik dönüşteki birim optik yoğunluk : $K = \frac{E}{S}$

$$S$$

$$E$$

- Özel optik yoğunluk katsayısı : $K = \frac{E}{S}$

$$S$$

$$E$$

- Özel optik yoğunluk katsayısı : $K = \frac{E}{C \times S}$

$$C \times S$$

S : Tabakanın cm olarak kalınlığı

C : Her litrede mg olarak konsantrasyon

K : Lambert-Beer Kuralına göre her madde için verilen özel faktör değeri

Metot 2.6.

AYNI NUMUNEDE AZOTUN FARKLI FORMLARININ TAYİNİ

Metot 2.6.1.

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

1. KAPSAM

Bu bölüm alışı gelmiş şekillerinden farklı şekilde bulunan azot miktarının tayini ile ilgili prosedürü tanımlamaktadır.

2. UYGULAMA SAHASI :

Farklı şekillerde azot içeren yönetmelik Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelik kapsamına giren her türlü gübreler.

3. ANA PRENSİP

3.1. Toplam çözünebilir ve çözünmez azot

Standart nitelikli gübrelere ilgili listeye göre (Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelik Ek I) burada tanımlanan prosedür kalsiyum siyanamid içeren ürünlere uygulanabilir.

3.1.1. Ortamda nitratlar bulunmuyor ise test numunesi doğrudan Kjeldahl dijestiyonu ile mineralize edilir.

3.1.2. Ortamda nitratlar buluyor ise test numunesi metalik demir ve kalay klorid yardımıyla indirgendikten

sonra Kjeldahl dijestiyonu ile mineralize edilir.

Her iki durumda amonyak miktarı Metot 2.1'deki tanımlamaya göre belirlenir.

NOT :

Eğer analiz sonuçları 0.5'den fazla çözünmez azot miktarı gösteriyor ise, o zaman adı geçen gübrenin, Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelik'te yer almayan çözünmez azottan farklı bir azot içerdiği anlaşılır.

3.2. Çözünür azot şekilleri

Aşağıda belirtilen maddeler aynı numune çözeltisinin farklı kısımlarından alınan çözeltilerde belirlenmiştir.

3.2.1. Toplam çözünür azot

Ortamda nitratlar bulunmuyorsa, doğrudan Kjeldahl dijestiyon ile.

3.2.1.1.

3.2.1.2.

Ortamda nitratlar bulunuyorsa, Ulsch'a göre indirgenen çözeltinin farklı kısımlarından alınan çözeltilerde Kjeldahl dijestiyonu ile her iki durumda Metot 2.1'de tanımlanan prosedüre göre amonyak miktarı belirlenir.

3.2.2.

Toplam çözünür azot (azot nitrat dışında) ferro sülfat içeren asitli ortamda bertaraf edilmesini takiben Kjeldahl dijestiyonu ile Metot 2.1'de tanımlanan prosedüre göre amonyak miktarı belirlenir.

3.2.3.

Fark ile nitrat azotu

3.2.3.1.

Kalsiyum siyanamidin bulunmadığı ortamlarda 3.2.1.2 ve 3.2.2 arasında veya toplam çözünür azot (3.2.1.2) ve amonyak azotu ve organik ürik azot (3.2.4 + 3.2.5) 3.2.3.2. toplamı.

3.2.3.2.

Kalsiyum siyanamidin bulunduğu ortamlarda, 3.2.1.2 ve 3.2.2 arasında veya 3.2.1.2 ve 3.2.4 + 3.2.5 + 3.2.6 toplamı.

3.2.4.

Amonyak azotu

3.2.4.1.

Yalnızca amonyak azotu ve amonyak + nitrat azotu bulunuyorsa metot uygulanır.

3.2.4.2.

Azot üre ve/veya azot siyanamid bulunan ortamda hafif alkali hale getirildikten sonra soğukta destilasyon edilerek. Bu şekilde standart sülfürik asit tarafından absorbe edilen amonyanın miktarı, metot 2.1'de tanımlanan prosedüre göre belirlenir.

3.2.5.

Üre azot

3.2.5.1.

Üreaze kullanarak konversiyon sonucu açığa çıkan amonyak standart hidroklorik asit çözeltisi ile titre edilir,

Veya

3.2.5.2.

Ksanhidrol kullanarak gravimetrik olarak: hata yapma ihtimali olmadan azot üre ile birlikte çöktürülen biüre miktarı çoklu gübreler ile ilgili kesin değerlerde genelde düşük çıkmaktadır.

Veya

3.2.5.3.

Aşağıda belirtilen Tablo'ya göre farklılıklar nedeniyle :

Durum	Nitrat azotu	Amonyak azotu	Siyanamid azotu	Fark
1	Yok	Var	Var	(3.2.1.1) - (3.2.4.2 + 3.2.6)
2	Var	Var	Var	(3.2.2) - (3.2.4.2 + 3.2.6)
3	Yok	Var	Yok	(3.2.1.1) - (3.2.4.2)
4	Var	Var	Yok	(3.2.2) - (3.2.1.2)

3.2.6.

Azot siyanamid, bir gümüş bileşiği olarak çöktürülen. Çökeltide azot miktarı Kjeldahl metoduyla belirlenir.

4.

AYIRAÇLAR :

Destile su yada mineralizesu.

4.1.

Analiz için potasyum sülfat

4.2.

Demir tozu, hidrojen ile indirgenmiş (belirtilen demir miktarı en az 50 mg azot nitratı indirgemeli).

4.3.

Analiz için potasyum tiyosiyanat

4.4.

Analiz için potasyum nitrat.

4.5.

Analiz için amonyum sülfat

4.6.

Analiz için üre

4.7.

Seyreltik sülfürik asit 1:1 hacim olarak

- 4.8. N standart sülfürik asit çözeltisi.
- 4.9. Konsantre sodyum hidroksit çözeltisi sulu çözeltisi yaklaşık % 30 NaOH, amonyak içermeyen.
- 4.10. 0.02 N standart sodyum yada potasyum hidroksit çözeltisi, karbonat içermeyen.
- 4.11. Kalay klorid çözeltisi.
120 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 'yu 400 ml konsantre hidroklorik asit içerisinde çözündürün ($d=1.18$) ve suyla 1 litreye tamamlayın. Çözelti berrak olmalı ve kullanımdan az önce hazırlanmalıdır.
NOT :
Kalay kloridin indirgeyici gücünü kontrol etmek lazımdır: 0.5 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ tartın ve 2 ml konsantre hidroklorik asit içerisinde çözündürün ($d=1.18$). Suyla 50 ml ye tamamlayın. Üzerine 5 g Rochelle tuzu (potasyum sodyum tartarat) ilave edin ve litmus kağıdında alkali reaksiyon verecek kadar yeterli miktarda sodyum bikarbonat ilave edilir.
İndikatör olarak nişasta çözeltisi kullanılacak, 1 ml 0.1 N İyot çözeltisi 0.01128 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 'ya eşdeğerdir.
Çözeltilerdeki toplam kalay miktarının en az % 80'ini bivalan şeklinde olmalıdır. Bu nedenle titrasyon işlemi sırasında en az 35 ml 0.1 N İyot çözeltisi kullanılmış olmalıdır.
- 4.12. Sülfürik asit ($d=1.84$)
- 4.13. Seyreltik hidroklorik asit 1:1 hacmen
- 4.14. Asetik asit % 96-100
- 4.15. Sülfürik asit çözeltisi %30 H_2SO_4 (a/h)
- 4.16. Ferro sülfat kristalize, $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$
- 4.17. 0.1 N Standart sülfürik asit çözeltisi
- 4.18. Oktil alkol
- 4.19. Doymuş potasyum karbonat çözeltisi
- 4.20. 0.1 N standart sodyum yada potasyum hidroksit çözeltisi, karbonat içermeyen.
- 4.21. Standart baryum hidroksit çözeltisi.
- 4.22. %10 (a/h) sodyum karbonat çözeltisi
- 4.23. 2 N Hidroklorik asit
- 4.24. 0.1 N standart hidroklorik asit çözeltisi
- 4.25. Üreaze çözeltisi
0.1 N hidroklorik asit (4.24) kullanmak suretiyle 0.5 g aktif üreaze 100 ml suda süspansiyon haline getirin. Bir pH metre ile pH'yi 5.4'e ayarlayın.
- 4.26. Ksanhidrol
Etanol yada metanol'deki (4.31) % 5'lik çözeltisi (çok zor çözünürlüğe sahip maddelerle çalışmayın). Elde edilen bu çözelti ışıktan uzakta, hava geçirmeyen bir şişede 3 ay saklanabilir.
- 4.27. Bakır oksit (CuO) : 0.3-0.4 g her hesaplamada kullanılır veya buna eşdeğer miktarda (0.9-1.25 g arasında) bakır sülfat pentahidrat
- 4.28. Taşmayı önleyici granüller, hidroklorik asit ile yıkanmış ve kalsine edilmiş.
- 4.29. İndikatör çözeltiler:
- 4.29.1. Karışık indikatör çözeltiler :
Çözelti A: 1 g metil kırmızısı 37 ml 0.1 N sodyum hidroksit çözeltisinde çözündürülür ve suyla 1 litreye tamamlanır.
Çözelti B: 1 g metilen mavisi bir miktar suda çözündürülür ve suyla 1 litreye tamamlanır.
Bu indikatör asit çözeltilerde menekşe renk, nötr çözeltilerde gri renk ve alkali çözeltilerde yeşil renk verir. 0.5 ml (yaklaşık 10 damla) kullanın.
- 4.29.2. Metil kırmızısı indikatör çözeltisi :
1 g metil kırmızısını 50 ml % 95 etanol içerisinde çözündürün. Suyla 100 ml'ye tamamlayın ve gerekiyorsa süzün. Bu indikatör çözeltisi (4-5 damla) bir öncekinin yerine kullanılabilir.
- 4.30. İndikatör kağıtları :
Litmus, brotımol mavisi (veya pH 6-8 e duyarlı diğer indikatör kağıtları).
- 4.31. % 95 etanol veya metanol çözeltisi.
5. **ALETLER :**
- 5.1. Destilasyon aleti :
Metot 2.1'e bakınız.
- 5.2. Analiz tekniği 7.2.5.3 (Şekil 6'ya bakınız) gereğince amonyak azot miktarının tayini için gerekli alet :

Bu alet özel olarak şekillendirilmiş tabandan boyunlu cam bir toplama kabıdır. Yan tarafında başlıklı bir bağlayıcı tüp ve diğer yan tarafında da hava girişine izin verecek dikey bir tüp vardır. Bu tüpler basit olarak delinmiş kauçuk bir tapan ile toplama kabına bağlanmıştır. Hava veren tüplere en uygun şekli vermek önemlidir. Çünkü toplayıcı kabta ve absorbede bulunan çözültiden gaz kabarcıkları rahatça geçerek çıkış yapabilmelidirler. En iyi randıman alınan düzenleme, 20 mm dış çapa sahip, çevresi etrafında 1 mm'lik 6 adet deliği olan eksternal (harici/dış) mantar şekilli parçaların kullanılması ile alınır.

5.3. Üreaz tekniğine göre (7.2.6.1.) üre azot miktarının tayini için gerekli alet :

Bu alet ayrıca bir huni ve küçük bir absorberi olan (Şekil 7'ye bakınız) 300 ml'lik bir erlenden oluşur.

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

5.5. pH metre

5.6. Ayarlanabilir fırın

5.7. Cam eşya:

- Pipetler: 2-5-10-20-25-50-100 ml'lik
- Kjeldahl erlenleri, uzun boyunlu ve 300/500 ml kapasiteli.
- Dereceli erlenler 100-250-500-1000 ml'lik
- Sinterize camdan yapılmış pota, gözenek çapı 5-15 mikron.

Havanlar

6. NUMUNENİN HAZIRLANMASI :

Metot 1'e bakınız.

7. ANALİTİK TEKNİK :

7.1. Toplam çözünür ve çözünmez azot miktarı

7.1.1. Ortamda nitratın bulunmadığı durumlarda:

7.1.1.1. Dijestiyon:

En çok 100 mg azot içeren numuneden 0.001 g kadar tam olarak tartın ve destilasyon aletine (5.1) aktarın. Üzerine 10-13 g potasyum sülfat (4.1) + katalizör + birkaç tane taşmayı önleyici granül ilave edin. Daha sonra 50 ml seyreltik sülfürik asit (4.7) ilave edin ve hızla çalkalayın. Önceleri hafif hafif ısıtmaya başlayın ve ısıtma zamanını giderek arttırın. Çözelti düzenli aralıklarla kaynamaya başlayınca çözelti berrak hale gelecektir. Bu durumda da 1 saat daha kaynatmaya devam edin. Bu arada erlen kenarına her türlü organik materyalin değmemesine dikkat edin. Soğutun, üzerine çok dikkat ederek 350 ml su ilave edin ve karıştırın. Çözünmenin mümkün olduğunca tamamlanıp tamamlanmadığını kontrol edin. Soğumaya bırakın ve erleni destilasyon aletine (5.1) bağlayın.

7.1.1.2. Amonyakın destilasyonu :

Bir pipet yardımıyla 50 ml 0.2 N standart sülfürik asit çözeltisi (4.8) çekerek toplama kabına aktarın. İçersine indikatörü ilave edin (4.29 veya 4.29.2). kondansatör tapasının çözeltinin seviyesinden en az 1 cm aşağıda olmasına dikkat edin.

Gerekli önlemleri alarak hiçbir şekilde amonyak kaybına neden olmaksızın, destilasyon kabına yavaşça yeterli miktarda konsantre sodyum hidroksit çözeltisi (5.9) ilave ederek çözeltisi güçlü alkali duruma getirin (genellikle 120 ml yeterli gelmektedir. Ortama birkaç damla fenolftalein ilave etmekle anlayabilirsiniz. Destilasyon işlemi sonunda erlendeki sıvı tamamen alkali hale dönüşmelidir.) 150 ml'yi yarım saatte destilleyecek şekilde erlenin ısısını ayarlayın. Destilasyon işleminin sona erdiğini indikatör kağıdıyla test ederek anlayın (4.30). eğer işlem sona ermemişse bir defa daha 50 ml ilavesi yapın ve bu prosedüre indikatör kağıdı (4.30) nötr renk verene kadar devam edin. Daha sonra toplayıcı kabın seviyesini alçatın ve birkaç dakika daha destillenmeye bırakın. Kondansatör tapasını durulayın. Açığa çıkan asit fazlalığını, indikatör kağıdının rengi dönene kadar 0.2 N standart potasyum yada sodyum hidroksit çözeltisiyle titre edin.

7.1.1.3. Boş test:

Aynı koşullarda bir boş test yapın ve final sonuçlar hesaplanırken bunu da göz önüne alın.

7.1.1.4. Sonuçların ifade edilmesi :

$$(a-A) \times 0.28$$

$$\% N = \frac{\quad}{M}$$

M

a = Boş test için ml olarak harcanan 0.2 N standart sodyum yada potasyum hidroksit çözeltisi (toplayıcı kaba pipet yardımıyla aktarılan) (5.1). (50 ml 0.2 N standart sülfürik asit çözeltisi).

A = ml olarak analiz için kullanılan 0.2 N standart sodyum yada potasyum hidroksit çözeltisini,

M = Test numunesinin gram olarak ağırlığı

7.1.2. Ortamda nitratlar bulunuyorsa :

7.1.2.1. Test numunesi:

En çok 40 mg nitrat azotu bulunduran numuneden yaklaşık tam olarak 0.001 g tartın.

7.1.2.2. Nitratın indirgenmesi

Küçük cam havanda test numunesini 50 ml suyla karıştırın. Minimum miktarda destile su yardımıyla 500 ml'lik bir Kjeldahl erlenine aktarın. Üzerine 5 g indirgenmiş demir (4.2) ve 50 ml kalay klorid çözeltisi (4.1) ilave edin. Çalkalayın ve bir saat kadar dinlenmeye bırakın. Dinlendiği süre içerisinde her dakikada bir tekrar tekrar karıştırın

7.1.2.3. Kjeldahl dijestiyonu :

30 ml sülfürik asit (4.12) + 5 g potasyum sülfat (4.1) + gerekli miktar katalizör + birkaç taşmayı önleyici granül (4.28) ilave edin. Erleni biraz eğik duruma getirin ve hafifçe ısıtmaya başlayın. Daha sonra ısıyı arttırın ve çözeltiyi sık sık çalkalayın. Erlenindeki sıvının rengi koyulaşacaktır ve daha sonra sarı-yeşil susuz demir sülfat süspansiyonunun meydana gelmesiyle renk açılacaktır. Berrak bir çözelti elde ettikten sonra bile kaynama noktasındaki çözeltiyi 1 saat daha ısıtmaya devam edin. Büyük bir dikkatle erlenindeki çözeltiyi bir miktar suya aktarın ve azar azar 100 ml suyu ortama ilave etmeye başlayın. Karıştırın ve erlenindeki çözeltiyi 100 ml'lik dereceli bir cam kaba aktarın. Suyla gerekli hacme tamamlayın. Karıştırın. Kuru bir filtreden geçirerek kuru bir toplama kabına süzün.

7.1.2.4. Çözeltinin analizi :

En fazla 100 ml azot bulunduran çözeltiyi, pipet yardımıyla bir destilasyon aletine (5.1) monte edilmiş erlene aktarın. Destile suyla 350 ml'ye seyreltin. İçersine taşmayı önlemek üzere birkaç süngertaşı granülü ilave edilir (4.28). Daha sonra erleni destilasyon aletine bağlayın ve 7.1.1.2. de tanımlandığı gibi miktarı saptamaya geçin.

7.1.2.5. Boş test :

7.1.1.3'e bakınız.

7.1.2.6. Sonuçların ifade edilmesi :

$$(a-A) \times 0.28$$

$$\% N = \frac{\text{-----}}{M}$$

M

a = Boş test için ml olarak harcanan 0.2 N standart sodyum veya potasyum hidroksit çözeltiyi. Bir pipet yardımıyla aletin toplama kabına aktarılan (5.1) 50 ml 0.2 N standart sülfürik asit çözeltisi (4.8).

A = Analiz için kullanılan 0.2 N standart sodyum yada potasyum hidroksit çözeltinin ml olarak miktarı

M = numunenin gram olarak ifade edilen ağırlığı 7.1.2.4'den alınan parça çözeltisi bulunan.

7.2. Çözünür azot formları

7.2.1. Analiz edilecek çözeltinin hazırlanması

1 mg hassasiyetinde 10 g numune tartın ve 500 ml'lik dereceli bir erlene koyunuz.

7.2.1.1. Siyanamid azotu içermeyen gübrelerde

Bir erlene 50 ml su koyun ve daha sonra üzerine 20 ml seyreltik hidroklorik asit ilave edin (4.13). çalkalayın ve karbondioksit kabarcıkları tamamen çıkana kadar bekletin. Daha sonra 400 ml su ilave edin ve rotari çalkalayıcısında yarım saat kadar çalkalamaya bırakın (5.4). suyla gerekli hacme tamamlayın, karıştırın ve kuru bir filtreden yine kuru ve temiz bir erlene süzün.

7.2.1.2. Siyanamid azotu içeren gübrelerde

Temiz bir erlene 400 ml su + birkaç damla metil kırmızısı aktarın. Gerekirse asetik asit (4.14) ilave etmek suretiyle ortamı asit duruma getirin. Üzerine 15 ml asetik asit ilave edin ve rotari çalkalayıcısında 2 saat çalkalanmaya bırakın (5.4). eğer gerekiyorsa operasyon sırasında yine asetik asit kullanarak (4.14) çözeltiyi tekrardan asitlendirin. Suyla gerekli hacme kadar tamamlayın, karıştırın ve derhal kuru bir filtreden süzerek kuru ve temiz bir toplama kabına aktarın ve derhal siyanamid azot miktarını saptayın.

Her iki durumda çözeltinin hazırlandığı aynı gün içerisinde çeşitli çözünür azot miktarlarını saptamaya çalışın, ilk önce siyanamid azot, ve ortamda bulunuyor ise üre azot miktarlarını saptamaya başlayın.

7.2.2. Toplam çözünür azot

7.2.2.1. Nitrat yokluğunda

Bir 300 ml'lik Kjeldahl erlenine en az 100 mg azot içeren filtreden alınan çözelti parçasını (7.2.1.1 veya 7.2.1.2) aktarın. Üzerine 15 ml konsantre sülfürik asit (4.12) + 0.4 g bakır oksit veya 1.35 g bakır sülfat (4.27) + taşmayı önleyici birkaç sünger taşı granülü ilave edin. İlk önceleri yavaşça ısıtarak dijestiyon işlemini başlatın, daha sonra çözelti renksiz yada çok açık yeşilimsi olana ve beyaz dumanlar ortaya çıkana kadar sıcaklığı arttırarak ısıtmaya devam edin. Soğuduktan sonra kantitatif olarak çözeltiyi bir destilasyon kabına aktarın ve suyla 500 ml'ye kadar tamamlayın. İçersine taşmayı önlemek üzere bir kaç sünger taşı granülü atın. Erleni destilasyon aletine (5.1) bağlayın ve 7.1.1.2. de tanımlandığı gibi miktarı saptamaya devam edin.

7.2.2.2. Nitrat varlığında

Bir pipet yardımıyla kesin olarak 500 ml'lik bir erlen içersine 7.2.1.1 veya 7.2.1.2 de belirtilen ve en az 40 mg azot nitrat içeren filtre çözeltisinden yeterli bir miktarı aktarın. Bu kademede azotun toplam miktarının tayini o kadar önemli değildir. Üzerine 10 ml %30 (4.16) sülfürik asit + 5 g indirgenmiş demir (4.2) ilave edin ve derhal erleni bir saat camıyla kapatın. Reaksiyon başlayana kadar çözeltiyi yavaş yavaş ısıtın. Bu son derece nazik zaman diliminde ısıtmayı durdurun ve oda sıcaklığında erleni en az 3 saat dinlenmeye bırakın. Suyla yıkayın ve çözünmeyen demiri erlenide bırakarak çözeltiyi derhal 250 ml'lik temiz bir dereceli kaba aktarın. İşaretli yere kadar su ile tamamlayın. Karışımı iyice karıştırın ve en az 100 mg azot içeren çözeltiyi bir pipetle 300 ml'lik bir Kjeldahl erlenine aktarın. Üzerine 15 ml konsantre sülfürik asit (4.22) + 0.4 g bakır oksit veya 1.25 g bakır sülfat + taşmayı önlemek üzere birkaç sünger taşı granülü ilave edin (4.28). Dijestiyonun başlaması için önce hafifçe ısıtmaya başlayın ve daha sonra çözelti renksiz yada çok açık yeşil oluncaya ve beyaz dumanlar ortaya çıkıncaya kadar ısıtmaya devam edin. Soğutulduktan sonra çözeltiyi kantitatif olarak destilasyon kabına aktarın. Suyla 500 ml'ye kadar seyreltin ve içerisine taşmayı önleyici sünger taşı granülleri atın (4.28). Erlenide destilasyon aletine bağlayın (5.1) ve 7.1.1.2 de tanımlandığı gibi miktarı hesaplamaya başlayın.

7.2.2.3. Boş test

7.1.1.8'e bakınız.

7.2.2.4. Sonuçların ifade edilmesi :

$$(a-A) \times 0.238$$

$$\% N = \frac{\quad}{M}$$

M

a = Boş test için harcanan ml olarak 0.2 N standart sodyum yada potasyum hidroksit çözeltisi, aletin toplama kabı içerisine N standart sülfürik asit çözeltisi (4.8) aktarmak suretiyle.

A = Analiz için harcanan 0.2 N standart sodyum yada potasyum hidroksit çözeltinin ml olarak miktarı.

M = Numunenin gram olarak ifade edilen ağırlığı (7.2.2.1 veya 7.2.2.2'ye göre alınan çözelti parçasında.)

7.2.3. Nitrat azotu hariç toplam çözünür azot

300 ml'lik bir Kjeldahl kabına pipet yardımıyla kesin miktarda filtre edilen çözeltiden (7.2.1.1) veya (7.2.1.2) aktarın (miktarı saptanacak azottan 50 mg'dan fazlasını içermeyen). Suyla 100 ml'ye kadar seyreltin, üzerine 5 g ferro sülfat (4.16) + 20 ml konsantre sülfürik asit (4.1) + taşmaya karşı birkaç adet sünger taşı granülü (4.28) ilave edin. İlk önce hafif hafif ısıtın ve daha sonra beyaz dumanlar ortaya çıkana kadar sıcaklığı arttırmaya devam edin. Dijestiyon prosedürü bir 15 dakika daha devam edin. Isıtmayı durdurun ve karışımın içerisine katalizör olarak bakır oksit (4.27) ilave edip, 10-15 dakika daha beyaz dumanların kaybolmasına izin verin. Soğuttuktan sonra Kjeldahl erlenindeki çözeltisi aletin destilasyon kabına kantitatif olarak aktarın (5.1). Destilasyon kabındaki çözeltiyi suyla yaklaşık 500 ml'ye kadar seyreltin ve içerisine taşmayı önlemek üzere birkaç süngertaşı granülü ilave edin (4.28). Erlenide destilasyon aletine bağlayın ve 7.1.1.2.'de tanımlandığı gibi saptama prosedürüne devam edin.

7.2.3.1. Boş test :

7.1.1.3'e bakınız.

7.2.3.2. Sonuçların ifade edilmesi :

$$(a-A) \times 0.28$$

$$\% N = \frac{\quad}{M}$$

M

a = Boş test için harcanan 0.2 N standart sodyum yada potasyum hidroksit çözeltisinin ml olarak miktarı, aletin toplama kabına (5.1) 50 ml 0.2 N standart sülfürik asit çözeltisi ilavesiyle

A = Analiz için kullanılan 0.2 N standart sodyum veya potasyum hidroksit çözeltinin ml olarak miktarı

Numunenin gram olarak ağırlığı (saptamanın yapılacağı çözelti üzerinde).

7.2.4. Nitrat Azotu :

7.2.4.1. Kalsiyum siyanamid yokluğunda,

7.2.2.4 ve 7.2.3.2'de elde edilen sonuçlar ve/veya 7.2.2.4'de elde edilen sonuçlar ve (7.2.5.5), (7.2.6.3 veya 7.2.6.5 veya 7.2.6.6) ve (7.2.7)'de elde edilen sonuçların toplamı arasındaki fark ile elde edilir.

7.2.4.2. Kalsiyum siyanamid varlığında

7.2.2.4 ve 7.2.3.2'de elde edilen sonuçlar arasındaki ve 7.2.2.4'de elde edilen sonuçlar ve (7.2.5.5), (7.2.6.3 veya 7.2.6.5) veya (7.2.6.6) ve (7.2.7)'de elde edilen sonuçların toplamı arasındaki fark ile elde edilir.

7.2.5. Amonyak azotu:

7.2.5.1. Sadece ortamda amonyak azotu ve amonyak + nitrat azotu bulunuyorsa :

Destilasyon aletindeki (5.1) erlene pipet yardımıyla filtre edilen çözeltilerden (7.2.3.1) yeterli bir miktarı kesin olarak aktarın (en fazla 100 mg amonyak azotu içeren). Üzerine 350 ml'lik toplam bir hacim oluşturacak kadar su + taşmayı önlemek üzere ve kaynama işlemini hızlandırmak için birkaç sünger taşı granülü ilave edin (4.28). Erleneyi destilasyon aletine bağlayın, içersine 20 ml sodyum hidroksit çözeltisi (4.9) ilave edin ve 7.1.1.2'de tanımlandığı gibi destillenmeye bırakın.

7.2.5.2. Sonuçların ifade edilmesi :

$$(a-A) \times 0.28$$

$$\% N (\text{amonyak}) = \frac{\text{-----}}{M}$$

M

a= Boş test için harcanan 0.2 N standart sodyum yada potasyum hidroksit çözeltinin ml olarak miktarı, aletin toplama kabına (5.1) pipet ile kesin miktarda 50 ml 0.2 N standart sülfürik asit çözeltinin aktarılması ile (4.8)

A = Analiz için harcanan 0.2 N standart sodyum veya potasyum hidroksit çözeltinin ml olarak miktarı.

M = Numunenin gram olarak ağırlığı, miktarı saptanacak çözeltilerde bulunan.

7.2.5.3. Ortamda üre ve/veya siyanamid azot bulunuyorsa:

Bir pipet yardımıyla alete takılı olan temiz ve kuru erlene (5.2) en çok 20 mg amonyak azotu içeren filtre edilmiş çözeltilerden veya 7.2.1.2) yeterli bir miktar aktarın daha sonra erleneyi alete bağlayın. 300 ml'lik bir erlene yine pipet kullanmak suretiyle 50 ml standart sülfürik asit çözeltisi (4.17) aktarın. Üzerine teslim tüpü ağzından yaklaşık 5 cm yukarıda olacak şekilde su ilave edin. Reaksiyon kabına yan boynundan 50 ml olacak şekilde su ilave edin ve karıştırın. İşlem sırasında köpürmeyi önlemek üzere içersine birkaç damla okril alkol (4.18) ilave edin. Daha sonra 50 ml doymuş potasyum karbonat çözeltisi (4.19) kullanmak suretiyle çözeltileri alkali duruma getirin ve derhal soğumuş süspansiyondan ayrılan amonyağı ortamdan bertaraf etmeye başlayın. Karışımı kuvvetli bir hava akımına maruz bırakın. Böylelikle seyreltik sülfürik asit ve seyreltik sodyum hidroksit erlenelerden geçerken (her 3 dakikada 3'er litre) saflaştırma operasyonu da gerçekleşmiş olur. Basınçlı hava kullanmak yerine vakum altında (su pompası ile) çalışmak da mümkündür. Bu arada amonyağın toplama kabında hava almayacak şekilde çok sıkı olarak kapatılmış durumda bulunması gerekmektedir. Amonyağın ortamdan bertaraf edilmesi (eliminasyonu) genelde 3 saat sonra mümkün olabilmektedir. Bu nedenle toplama kaplarını bu zamandan önce toplamak doğru olmayacaktır. Operasyon bittiğinde aletten erleneyi ayırt edin ve destile su ile tüpün ağzını ve erlenin yan tarafını durulayın. Açığa çıkan asidi 0.1 N standart sodyum hidroksit çözeltisi (4.20) ile indikatör gri renge dönene kadar titre edin. (4.29.1).

7.2.5.4. Boş test :

7.1.1.3'e bakınız.

7.2.5.5. Sonuçların ifade edilmesi :

$$(a-A) \times 0.14$$

$$\% N = \frac{\text{-----}}{M}$$

M

a= boş test için harcanan 0.1 N standart sodyum yada potasyum hidroksit çözeltisi, alete bağlanmış bulunan 300 ml'lik erlene pipetle 50 ml 0.1 N standart sülfürik asit çözeltisi aktarılmış (4.17).

A = Analiz için harcanan 0.1 N standart sodyum yada potasyum hidroksit çözeltinin ml olarak ifadesi.

M = Numunenin gram olarak ağırlığı, miktarı saptanacak çözelti içersinde bulunan.

7.2.6. Azot üre :

7.2.6.1. Üreaze metodu ile :

500 ml'lik dereceli bir erlene pipet ile 250 mg'dan daha fazla üre azotu içermeyen filtre edilmiş çözeltilerden (7.2.1.1. veya tam olarak gerekli miktarı alıp aktarın. Ortamdaki fosfatları çöktürmek için içersine başka çökelti oluşmayana kadar doymuş baryum hidroksit çözeltisi (4.21) ilave edin. Daha sonra açığa çıkan baryum fazlasını bertaraf edin (ve her türlü çözünmüş kalsiyum iyonunu da % 10 (4.22) sodyum karbonat çözeltisi ilave etmek suretiyle bertaraf edin).

Meydana gelen çökeltiyi çözeltiyi bir müddet dinlenmeye bırakın ve böylelikle çöktürme işleminin tamamlanmasını sağlayın. Daha sonra işaretli yere kadar tamamlayın, karıştırın ve kıvrımlı bir süzgeç kağıdından geçirerek süzün. Filtre edilen çözeltilerden bir pipet yardımıyla 50 ml alarak alete bağlanmış durumda olan 300 ml'lik erlene aktarın. Süzüntüyü pH metre ile pH 3 oluncaya kadar 2 N hidroklorik asit ile asit duruma getirin (4.23). daha sonra ortamın pH'sini 0.1 N sodyum hidroksit çözeltisi ile (4.20) 5-4'e kadar yükseltin.

Üreazın dekompoze olması sırasında amonyak kaybını önlemek üzere Erlenin ağzını ayırıcı huni ve içerisinde 2 ml 0.1 N standart hidroklorik asit çözeltisine eşdeğer bir baloncuk kapanı ile donatılmış bir tapa ile derhal kapatın (4.2.4). Ayırıcı huniden 20 ml üreaz akıtın (4.25) ve 20-25 °C derecede 1 saat kadar dinlenmeye bırakın. Daha sonra ayırıcı huniden 25 ml 0,1 standart hidroklorik asit ilave edin çözeltinin içinden geçmesine izin verin ve biraz su ile durulayın. Aynı şekilde erlendeki çözeltinin içerisine bu karışımı kantitatif olarak aynı yolla aktarın. Açığa çıkan asidi 0.1 N standart sodyum hidroksit çözeltisi ile pH metre ile pH 5-4 oluncaya kadar titre edin (4-20).

7.2.6.2. Boş test:

7.1.1.3'e bakınız.

7.2.6.3. Sonuçların ifade edilmesi

$$(a-A) \times 0.14$$

$$\% N (\text{Üre}) = \frac{\text{-----}}{M}$$

M

a= Boş test için harcanan 0.1 standart sodyum yada potasyum hidroksit çözeltinin ml olarak ifadesi, (analiz işlemi ile aynı koşullar altında çalışılmış).

A= Analiz için harcanan 14 ml olarak 0.1 N standart sodyum ve potasyum hidroksit çözeltisi.

M = Numunenin gram olarak ağırlığı, analiz edilmek üzere alınan miktar içerisinde bulunan.

Görüşler

1. Baryum hidroksit ve sodyum karbonat ile çöktürme işlemi takiben işarete kadar tamamlayıp süzün ve mümkün olduğunca hızla nötralize edin.

2. Ayrıca indikatör (4.29.3) kullanılmak suretiyle titrasyon işlemi tekrarlanmalıdır, ancak bitmiş noktasının kesin olarak saptanması biraz zor olmaktadır.

7.2.6.4. Ksanhidrol ile gravimetrik metot

Pipet kullanmak suretiyle, 20 mg'dan fazla üre içermeyen filtre edilmiş çözeltiden belli bir miktar alıp 250 ml'lik bir cam kaba aktarın. Üzerine 40 ml asetik asit (4.14) ilave edin. Cam bir çubukla 1 dakika kadar karıştırın, 5 dakika süreyle çökeltiyi dinlenmeye bırakın. İnce bir tabakadan geçirerek 100 ml'lik bir cam kaba aktarın, birkaç mililitre asetik asit ile (4.14) yıkayın. Daha sonra süzünüte damla damla 10 ml ksanhidrol (4.26) ilave edin ve cam bir çubukla devamlı olarak karıştırın. Çökelti tekrar meydana çıkıncaya kadar dinlenmesine izin verin. Sonra tekrar 1-2 dakika daha karıştırın. Bu sefer 1.5 saat dinlenmeye bırakın. Daha önce kurutulmuş ve darası alınmış cam süzgeçli bir potadan yavaşça bastırarak geçirin ve 3 defa 5 ml etanol (4.31) ile yıkayın (böylece asetik asidi ortamdan bertaraf etmiş olursunuz). Bir fırına yerleştin ve 130 °C derece sıcaklıkta 1 saat kadar tutun. Dikkat: 145°C dereceyi aşmayın. Kurutucuda soğumaya bırakın ve tartın.

7.2.6.5. Sonuçların ifade edilmesi

$$6.67 \times m_1$$

$$\% \text{üre N} + (\text{biüre}) = \frac{\text{-----}}{M_2}$$

M₂

m₁: meydana gelen çökeltinin gram olarak ağırlığı.

M₂: Numunenin gram olarak ağırlığı, miktarı saptanmak üzere alınan çözeltide.

Bir boş test ile sonuçları doğrulayın. Biüre genelde azot üre ile büyük bir hata ihtimali olmadan saptanabilir çünkü bileşik gübrelerdeki miktarı oldukça küçük değerdedir.

7.2.6.6. Farklılıklara göre uygulanan metot

Üre azotu aşağıdaki tabloya göre de hesaplanabilir:				
Durum	Nitrat azotu	Amonyak azotu	Siyanamid azotu	Üre N
1	Yok	Var	Var	(7.2.2.4)-(7.2.5.5 + 7.2.7)
2	Var	Var	Var	(7.2.3.2)-(7.2.5.5 + 7.2.7)
3	Yok	Var	Yok	(7.2.2.4)-(7.2.5.5)
4	Var	Var	Yok	(7.2.3.2)-(7.2.5.5)

7.2.7. Siyanamid azot :

Süzüntüden (7.2.1.2.) 10-30 mg siyanamid azot içerecek miktarda alın ve 250 ml'lik bir cam kaba aktarın. Metot 2.4. göre analiz işlemine devam edin.

8. SONUÇLARIN DOĞRULANMASI

8.1. Bazı durumlarda doğrudan doğruya tartılan numunedeki toplam azot ile çözünür toplam azot miktarları arasında belirgin farklılıklar olabilir (7.2.2.) bununla beraber bu farklılık %0.5 den büyük olmamalıdır. Eğer böyle bir durum yok ise, bu adı geçen gübrenin çözünmez azot şeklinde Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelikte yer alan listede bulunmadığını gösterir.

- 8.2. Her analizden önce aletin doğru çalışıp çalışmadığını ve test numunesindeki miktarlara göre farklı şekillerde olabilecek olan azot bulunduran standart bir çözelti kullanılarak doğru metodun uygulanıp uygulanmadığını kontrol edin. Bu standart çözelti potasyum tiyosiyanat (4.3), potasyum nitrat ve amonyum sülfat (4.5) ile üreden (4.6) hazırlanan standart çözeltilerden de elde edilebilir.

Metot 2.6.2.

SADECE NİTRAT, AMONYAK VE ÜRE AZOTU İÇEREN GÜBRELERDE AZOTUN FARKLI FORMLARININ TAYİNİ

1. **KAPSAM**
Bu bölüm azotu sadece amonyak, nitrat yada üre azotu olarak, içeren gübrelerde farklı şekillerde bulunan azot miktarının tayini için geçerli olan metodu belirlemek üzere hazırlanmıştır.
2. **UYGULAMA SAHASI**
Güncel olan metot yönetmelik 76/116/AT'da yer alan ve sadece nitrat, amonyak veya üre halinde azot bulunduran tüm gübrelerde uygulanabilir.
3. **ANA PRENSİP**
Aşağıda belirtilen saptamalar tek bir numune çözeltinin farklı kısımlar üzerinde yapılmıştır :
 - 3.1. Toplam çözünür azot
Ortamda nitratlar bulunmuyorsa, çözelti direkt olarak Kjeldahl dijestiyonu ile toplam çözünür azot miktarı belirlenir.
 - 3.1.2. Ortamda nitratlar bulunuyorsa, Ulsch metoduna göre çözeltinin indirgenmesini takiben Kjeldahl dijestiyonu toplam çözünür azot miktarı saptanır (Metot 2'de tanımlanan prosedüre göre her ikisinde de amonyak saptanmıştır).
 - 3.2. Toplam çözünür azot, nitrat azotu dışında: Ferro sülfat yardımıyla asit ortamda nitrat azotunun ortamdaki bertaraf edilmesini takiben Kjeldahl dijestiyonu ile saptanır. Metot 2.1 de tanımlanan prosedüre göre amonyak saptanmıştır.
 - 3.3. Nitrat azotu, 3.1.2 ve 3.2 veya toplam çözünür azot (3.1.2) ve amonyak ve üre azotun (3.4 + 3.5) toplamından.
 - 3.4. Amonyak azotu: yüksek derecede alkalizasyonu takiben soğukta destilasyon ile. Amonyak Metot 2.1 ile sülfürik asit çözeltisinden elde edilir.
 - 3.5. Azot miktarı 2 yoldan tayin edilir:
 - 3.5.1. Üreaz kullanmak suretiyle amonyak içerisinde dönüşüm ile belirlenir. (standart hidroklorik asit ile titrasyon yapılarak)
 - 3.5.2. Yada gravimetrik yoldan ksanhidrol kullanmak suretiyle saptanır :
Tekrardan çöktürülmüş biüre azot üre ile az bir hatayla tekrar elde edilebilir. Çoklu gübrelerdeki seviyesi küçük kesin değerler halindedir.
 - 3.6. Aşağıda belirtilen tabloya göre:

Durum	Nitrat azotu	Amonyak azotu	Fark
1	Yok	Var	(3.1.1) - (3.4)
2	Var	Var	(3.2) - (3.4)
4. **AYIRAÇLAR**
 - 4.1. Destile su yada mineralizesu.
 - 4.2. Analiz için potasyum sülfat.
 - 4.3. Analiz için demir, hidrojeni indirgenmiş (kullanılan demir miktarı en az 50 mg nitrat azotu indirgeyecek güçte olmalı).
 - 4.4. Analiz için potasyum nitrat
 - 4.5. Analiz için amonyum nitrat.
 - 4.6. Analiz için üre.
 - 4.7. 0.2 N sülfürik asit çözeltisi.
 - 4.8. Konsantre sodyum hidroksit çözeltisi : %30 (a/a) . NaOH sulu çözeltisi, amonyak içermeyen.
 - 4.9. 0.2 N sodyum yada potasyum hidroksit çözeltisi: karbonat içermeyen.
 - 4.10. Sülfürik asit ile ilgili yoğunluk ($d_{20}=1.84$).
 - 4.11. Seyreltik hidroklorik asit 1:1 hacmen.
 - 4.12. Asetik asit çözünürlüğü :% 96-100.
 - 4.13. Sülfürik asit çözeltisi, yaklaşık % 30 H₂SO₄ (a/h) içeren, amonyak içermeyen.
 - 4.14. Ferro sülfat kristali FeSO₄.7H₂O
 - 4.15. 0.1 N titre edilmiş sülfürik asit çözeltisi.
 - 4.16. Oktıl alkol
 - 4.17. Doymuş potasyum karbonat çözeltisi
 - 4.18. 0.1 N sodyum yada potasyum hidroksit çözeltisi.
 - 4.19. Doymuş baryum hidroksit çözeltisi.
 - 4.20. % 10 Sodyum karbonat çözeltisi (a/h)
 - 2 N hidroklorik asit

- 4.21. 0.1 N hidroklorik asit çözeltisi.
- 4.22. Üreaz çözeltisi :
0.1 N hidroklorik asit kullanmak suretiyle (4.21) 100 ml destile suda 0.5 g aktif üreazı ilave ederek bir süspansiyon hazırlayın. PH metre ile pH'yı 5-4 arasına ayarlayın.
- 4.23. Ksanhidrol :
Etanol yada metanol (4.28) içerisinde % 5 çözeltisi (fazla miktarlarda çözünmeyen materyalleri bulunduran ürünler kullanılmamalıdır). Hazırlanan çözelti dikkatle ve sıkıca kapatılmış bir şişede 3 ay saklanabilir.
- 4.24. Katalizör :
Bakır oksit (CuO) : Her saptama işlemi için 0.3-0.4 g arasında yada eşdeğer miktarda bakır sülfat 5H₂O 0.95-1.25 g saptamalarda kullanılır.
- 4.25. Sünger taşı granülleri, hidroklorik asit ile yıkanmış ve kalsine edilmiş.
- 4.26. İndikatör çözeltiler.
- 4.26.1. Karışık indikatörler :
Çözelti A: 1 g metil kırmızısını 37 ml 0.1 N sodyum hidroksit çözeltisinde çözündürün ve suyla 1 litreye tamamlayın.
Çözelti B:1 g metilen mavisi bir miktar suda çözündürülür ve suyla 1 litreye tamamlanır.
A çözeltisinden 1 hacim ve B çözeltisinden 2 hacim alıp birbiriyle karıştırın.
Bu indikatör asit çözeltilerde menekşe renk, nötr çözeltilerde gri renk ve alkali çözeltilerde yeşil renk verir.
0.5 ml kadar (4-5 damla kadar) kullanılabilir.
- 4.26.2. Metil kırmızısı indikatör çözeltisi :
0.1 g metil kırmızısı 50 ml % 95 etanol içerisinde çözündürülür ve suyla 100 ml'ye tamamlanır. Gerekirse süzülür. Bir önceki indikatörün yerine kullanılabilir (4-5 damla kadar).
- 4.27. İndikatör kağıtları :
Litmus, bromtimol mavisi (yada pH 6-8 arasına duyarlı olan diğer kağıtlar).
- 4.28. % 95 (a/h) etanol yada metanol.
- 5. ALETLER**
- 5.1. Destilasyon aleti
Metot 2.1'e bakınız.
- 5.2. Amonyak azotu miktarını saptamak üzere kullanılan alet (7.5.1).
Metot 2.6.1 ve Şekil 6'ya bakınız.
- 5.3. Üreaz Metodu ile (7.6.1.) üre azotu miktarının tayininde kullanılan alet:
Metot 2.6.1.ve Şekil 7'ye bakınız).
- 5.4. Rotari çalkalayıcısı (dakikada 35-40 defa dönebilen).
- 5.5. Bir pH metre.
- 5.6. Cam eşya:
- pipetler (kesin ölçümlü): 2-5-10-50-100 ml'lik.
- Kjeldahl erlenleri, uzun boyunlu, 300-500 ml'lik
- Dereceli erlenler: 100-250-500-1000 ml'lik.
- Sinterize camdan potalar, gözenek çapı 5-15 mikrometrede.
- Havan.
- 6. NUMUNENİN HAZIRLANMASI**
Metot 1'e bakınız.
- 7. METODLAR**
- 7.1. Analiz prosedürü için çözeltinin hazırlanması :
1 mg hassasiyetinde 10 g numune tartın ve 500 ml'lik dereceli bir erlene aktarın. Üzerine 50 ml su ve daha sonra 20 ml seyreltik hidroklorik asit (4.10) ilave edin ve çalkalayın. En son karbondioksit (CO₂) kabarcığı çıkana kadar bekleyin. Üzerine 400 ml su ilave edin ve yarım saat kadar çalkalayın. Suyla gerekli hacme kadar tamamlayın. Homojenleştirin ve kuru bir filtreden geçirerek temiz ve kuru bir kaba aktarın.
- 7.2. Toplam azot:
- 7.2.1. Ortamda nitratlar bulunmuyorsa:
300 ml'lik bir Kjeldahl erlenine pipet yardımıyla en fazla 100 mg azot içeren süzüntüden bir miktar (7.1) alıp aktarın. Üzerine 15 ml konsantre sülfürik asit (4.9), 0.4 g bakır oksit veya 1.25 g bakır sülfat (4.24) ve kaynama işlemi kontrol altında tutmak üzere birkaç tane cam bilye ilave edin. İlk başta orta derecede ısıtarak reaksiyonun başlamasını sağlayın. Daha sonra sıvı renksiz hale yada çok açık yeşil renk oluncaya kadar (ve beyaz dumanlar ortaya çıkana kadar) sıcaklığı arttırın. Soğutulduktan sonra destilasyon kabına aktarın ve suyla yaklaşık 500 ml'ye kadar seyreltin. Bu arada içersine birkaç tane sünger taşı granülü atın. (4.25). Erleneyi destilasyon aletine bağlayın (5.1= ve 7.1.1.2'de yer alan Metot 2.6.1'e göre saptamayı yapın.
- 7.2.2. Ortamda nitratlar bulunuyorsa:

40 mg nitrat azotundan fazlasını içermeyen süzüntüden (7.1) belli bir miktarı 500 ml'lik bir erlene aktarın. Analizin bu aşamasında toplam azot miktarı çok da önemli değildir. Üzerine 10 ml %30 sülfürik asit (4.12) indirgenmiş demir (4.2) ilave edin ve derhal erlenin ağzını bir saat camıyla kapatın. Reaksiyon kuvvetleninceye kadar erleni ısıtmaya devam edin. Daha sonra ısıtmayı durdurun ve oda sıcaklığında en az 3 saat kadar bekletin. Çözünmemiş demiri önemsemeyerek sıvıyı kantitatif olarak 250 ml'lik dereceli bir başka kaba aktarın. İşaretleli yere kadar suyla tamamlayın. Homojen hale getirene kadar hafifçe karıştırın ve en fazla 100 mg azot içerecek miktarda sıvıyı pipetle alarak 300 ml'lik bir Kjeldahl erlenine aktarın. Üzerine 15 ml konsantre sülfürik asit + 0.4 g bakır oksit veya 1.25 g bakır sülfat (4.24) + kaynama işlemini kontrol altına almak üzere birkaç cam bilye ilave edin. Reaksiyonun başlaması için sıvıyı önceleri çok hafif olarak ısıtın. Isıtma işlemine sıvı renksiz yada açık yeşilimsi hale gelene kadar ve beyaz dumanlar ortaya çıkana kadar devam edin. Soğuduktan sonra çözeltiyi destilasyon kabına aktarın ve yaklaşık 500 ml suyla seyreltin ve gerekirse içersine birkaç adet sünger taşı granülü atın. Kabı destilasyon aletine bağlayın (5.1) ve 7.1.1.2. de tanımlanan metot 2.6.1'e göre miktarı saptayın.

7.2.3. Boş test

Aynı koşullar altında bir boş test yapın ve son sonuçlar hesaplanırken bunu da göz önüne alın.

7.2.4. Sonuçların ifade edilmesi :

$$(a-A) \times 0.28$$

$$\% N (\text{toplam}) = \frac{\text{-----}}{M}$$

a = Boş test için titrasyonda harcanan 0.2 N sodyum veya potasyum hidroksit çözeltisinin (4.8) ml olarak ifadesi. Boş test aletin toplama kabına yerleştirilmiş olan 50 ml N sülfürik asit çözeltisi üzerinde yapılır.

A = Analiz için harcanan ml olarak titre edilmiş 0.2 N sodyum yada potasyum hidroksit çözeltisidir.

M = Test numunesinin gram olarak ağırlığı, analiz edilmek üzere numuneden alınan çözeltide (7.2.1 veya 7.2.2)

7.3. Toplam azot, nitrat azotu hariç

7.3.1. Analiz

300 ml'lik bir Kjeldahl erlenine, 50 mg dan fazla azot içermeyen süzüntüden (7.1) yeterli bir miktar aktarınız. Suyla 100 ml'ye tamamlayınız ve üzerine 5 g ferro sülfat (4.13) + 20 ml konsantre sülfürik asit (4.9) ve kaynama işlemini kontrol altında tutmak üzere birkaç cam bilye ilave edin. Yavaşça ısıtmaya başlayın ve daha sonra dumanlar ortaya çıkana kadar sıcaklığı arttırın. 15 dakika daha bu reaksiyonu sürdürün. Isıtmayı durdurarak katalizör olarak 0.4 g bakır oksit veya 1.25 g bakır sülfat (4.24) ilave edin. Dumanlar çıkmaya devam ederken, 10-15 dakika daha ısıtmaya sürdürün. Soğuduktan sonra Kjeldahl erlenindeki sıvıyı kantitatif olarak destilasyon kabına aktarın (5.1). Yaklaşık 500 ml suyla seyreltin ve birkaç granül sünger taşı ilave edin (4.1). Kabı destilasyon aletine bağlayın ve 7.1.1.2'de tanımlanan metot 2.6.3'e göre miktarı saptayın.

7.3.2. Boş test:

7.2.3'e bakınız.

7.3.3. Sonuçların ifade edilmesi :

$$(a-A) \times 0.28$$

$$\text{Toplam } \% N = \frac{\text{-----}}{M}$$

a= Boş test için aletin toplama kabında bulunan harcanan titre edilmiş 0.2 N sodyum yada potasyum hidroksit çözeltinin ml olarak miktarı (4.8).

A = Analiz için harcanan titre edilmiş 0.2 N sodyum yada potasyum hidroksit çözeltinin (4.8) ml olarak miktarı.

M = Test numunesinin gram olarak ağırlığı, miktarı saptanacak numune çözeltisinde.

7.4. Nitrat azotu

Aşağıda tanımlanan farklılıklara göre belirlenir:

(7.5.3.-7.6.3)

Veya

7.2.4-(7.5.3-7.6.5)

Veya

7.2.4-(7.5.3 + 7.6.6)

7.5. Amonyak azotu

7.5.1. Analiz prosedürü

Alette bulunan temiz ve kuru erlene (5.2), 20 mg amonyak azotundan fazlasını bulundurmeyen süzüntüden (7.1) bir miktar aktarın ve alete bağlayın. 300 ml'lik erlen içersine pipet ile tam olarak 50 ml titre edilmiş. 0.1 N sülfürik asit çözeltisi (4.14) ve bir miktar destile su ilave edin (sıvının seviyesi tüpün yaklaşık 5 cm yukarısında olmalıdır) Reaksiyon tüpün yan girişinden destile su ilave ederek yaklaşık olarak 50 ml hacme kadar gelin. Çalkalayın. Gaz geçişi sırasında köpürmeyi önlemek üzere çözeltinin içersine birkaç damla oktil alkol (4.15) ilave edin. Üzerine 50 ml doymuş potasyum karbonat çözeltisi (4.16) ilave edin ve derhal soğuk süspansiyondan serbest kalan amonyağı bertaraf edin. Bu prosedür için gerekli olan hava geçişi (hava geçiş hızı yaklaşık her dakika için 3'er litredir) daha önce seyreltik sülfürik asit ve seyreltik sodyum hidroksit içeren erlenleri iyice yıkamak suretiyle yapılarak tam bir arıtma elde edilmiş olmalıdır. Basıncılı hava kullanmak yerine vakum altında (aletteki donanım hava geçirmez şekilde kapatılmış olmalı) çalışmak çok daha uygun olabilir (su emme pompası yardımıyla).

Amonyanın bertaraf edilmesi genellikle 3 saat gibi bir zaman sonrasında halledilmiş olur. Bununla beraber çalışmanın yapıldığı erlen değiştirilmelidir. Prosedür sona erdiğinde erleni aletten çıkartın ve tüpün ağzını ve erlenin kenarlarını az miktarda destile su ile durulayın. Açığa çıkan asidi 0.1 N standart sodyum hidroksit çözeltisi ile titre edin (4.17).

7.5.2. Boş test:

7.2.3'e bakınız.

7.5.3. Sonuçların ifade edilmesi :

$$(a-A) \times 0.14$$

$$\% N = \frac{\quad}{M}$$

M

a= Boş test için harcanan titre edilmiş 0.1 N sodyum veya potasyum hidroksit çözeltisi (4.17), alete bağlı 300 ml'lik erlene pipet ile aktarılan 50 ml titre edilmiş 0.1 N sülfürik asit çözeltisi (4.14) içerisinde uygulanan.

A= Analiz için harcanan titre edilmiş 0.1 N sodyum yada potasyum hidroksit çözeltisi, ml olarak (4.17).

M = Analiz edilecek numunenin gram olarak ağırlığı.

7.6. Üre azotu

7.6.1. Üreaze metodu

500 ml'lik dereceli erlene en fazla 250 mg üre azot içeren süzütüden belli bir miktarı alıp aktarın (7.1). fosfatları çöktürmek için içersine yeterli miktarda baryum hidroksit çözeltisi (4.18) ilave edin (başka çökelti oluşmayana kadar). % 10'luk sodyum karbonat çözeltisi (4.19) kullanmak suretiyle fazla baryum iyonlarını bertaraf edin (çözünmüş kalsiyum iyonları dahil) işarete kadar tamamlayarak homojen olmasını için karıştırınız ve kıvrımlı bir süzgeç kâğıdından süzün. Pipet yardımıyla süzütüden 50 ml alıp alete bağlanmış 300 ml'lik bir erlene aktarın. 2 N hidroklorik asit ile pH=3 oluncaya kadar asitlendirin (pH metre ile pH'yı kontrol edin). 0.1 N sodyum hidroksit ilavesiyle (4.17) pH'yi 5-4 arasına getirin. Üreaz ile hidroliz işlemi sırasında amonyak kaybını azaltmak için derhal erlenin ağzını, küçük koruyucu kap içerisinde tam olarak tartılmış 2 ml 0.1 N hidroklorik asit çözeltisi (4.21) bulunan damlama hunisine bağlanmış bir tapa ile kapatın. Damlama hunisinden 20 ml üreaz çözeltisi (4.22) akıtın. 20-25 °C derece sıcaklıkta 1 saat kadar bırakın. 0.1 N standart hidroklorik asit çözeltisinden (4.2) pipet yardımıyla 25 ml alın ve çözeltinin içersinden geçmesine izin verin. Daha sonra az bir suyla durulayın. Erlenide bulunan çözeltiye koruyucu kaptaki sıvıyı kantitatif olarak aktarın. Açığa çıkan asit fazlasını 0.1 N standart sodyum hidroksit çözeltisi (4.17) kullanmak suretiyle, pH 5-4 arasında oluncaya kadar (pH metre ile pH'yı kontrol edin) titre edin.

Görüşler

1. Baryum hidroksit ve sodyum karbonat çözeltilerin çöktürülme işlemini takiben işarete kadar tamamlayın ve süzün. Derhal mümkün olduğunca çabuk nötralle edin.

2. Titrasyon işlemi ayrıca indikatör kullanılarak da yapılmalı (4.26) ancak renk değişimin gözlenmesinde bazı zorlanmalar olabilir.

7.6.2. Boş test

7.2.3'e bakınız.

7.6.3. Sonuçların ifade edilmesi:

$$(a-A) \times 0.14$$

$$\% N (\text{Üre}) = \frac{\quad}{M}$$

M

a = (Aynı analiz koşulları altında uygulanan) boş testte harcanan titre edilmiş 0.1 N sodyum veya potasyum hidroksit çözeltisinin ml miktarı

A = Analiz sırasında harcanan (ml olarak) 0.1 N sodyum veya potasyum hidroksit (4.17) miktarı

M = Analiz için alınan çözeltide numunenin gram olarak ağırlığı.

7.6.4. Ksanhidrol ile gravimetrik metot

100 ml'lik bir erlene 20 mg dan fazla üre içermeyen süzütüden bir miktar aktarın. Üzerine 40 ml asetik asit (4.11) ilave edin ve cam bir çubuk ile 1 dakika kadar karıştırın. Çökeltinin durulması için bir 5 dakika kadar bekleyin. Süzün ve birkaç mililitre asetik asit ile (4.11) yıkayın. Cam bir çubuk ile devamlı karıştırmak suretiyle süzütüye damla damla 10 ml ksanhidrol ilave edin. Çökelti ortaya çıkana kadar durulanmaya bırakın. Bu kademede tekrar bir iki dakika kadar cam bir çubukla karıştırın ve tekrar durulmaya bırakın, bu durumda 1.5 saat bekletin daha önceden kurutulmuş ve darası alınmış cam filtreli bir potaya süzün. Bu arada hafifçe bastırın. Böylelikle çökeltiyi 5 ml etanol ile (4.28) 3 defa yıkayın (asetik asidi ortamdan uzaklaştırmaya gerek yoktur). Potayı fırına yerleştirin ve 130 °C sıcaklıkta 1 saat kadar tutun (145 °C dereceyi aşmayın). Bir kurutucu da kurumasına izin verin ve daha sonra tartın.

7.6.5. Sonuçların ifade edilmesi :

$$6.67 \times m$$

$$\% N = \frac{\quad}{M}$$

M

m= Meydana gelen çözeltinin gram olarak ağırlığı

M= Numunenin gram olarak ağırlığı (miktarı tayin edilecek çözelti içerisinde bulunan)

Boş test içerisinde gerekli düzeltmeleri yapın. Biüre genelde üre azot ile büyük bir hata oluşmadan elde edilebilir. Çünkü bileşik gübrelerdeki kesin miktarı oldukça küçüktür.

7.6.6. Farklılık metodu

7.7.

Üre azotu aşağıdaki tabloda belirtildiği gibi de hesaplanabilir.

Durum	Nitrat N	Amonyak N	Üre N
1	Yok	Var	(7.2.4) – (7.5.3)
2	Var	Var	(7.3.3) – (7.5.3)

8.

SONUÇLARIN DOĞRULANMASI

Her analizden önce aletin doğru çalışıp çalışmadığını ve numunedekine eşdeğer miktarlarda farklı şekillerde azot içeren standart çözeltiler kullanmak suretiyle doğru metodun uygulanıp uygulanmadığını kontrol edin. Bu standart çözelti titre edilmiş potasyum nitrat (4.3), amonyum sülfat (4.4) ve üreden (4.5) hazırlanmışlardır.

Metot 3.

FOSFOR

Metot 3.1.

EKSTRAKSİYONLAR

Metot 3.1.1.

MİNERAL ASİTLERDE ÇÖZÜNEBİLEN FOSFATIN EKSTRAKSİYONU

1.

KAPSAM

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

2.

UYGULAMA SAHASI :

Burada tanımlanan metotlar sadece yönetmelik Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmeliğin I. No'lu ekinde belirtilen fosfat içeren gübrelere uygulanmak içindir.

3.

ANA PRENSİP

Nitrat asit ve sülfürik asit karışımı ile gübreleredeki fosfatın ekstraksiyonu.

4.

AYIRIÇLAR

Destile su veya mineralizesu.

4.1.

Sülfürik asit ($d_{40}=1.84$).

4.2.

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

5.

DONANIM

Standart laboratuvar donanımı

5.1.

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

5.2.

5000 ml'lik bir dereceli cam erlen.

6.

NUMUNENİN HAZIRLANMASI :

Metot 1'e bakınız.

7.

PROSEDÜR

7.1.

Numune :

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

7.2.

Ekstraksiyon

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

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

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

8.

MİKTAR TAYİNİ

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

Metot 3.1.2.

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

1.

KAPSAM

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

2. **UYGULAMA SAHASI**
Sadece yumuşak doğal fosfatlar için geçerlidir.
3. **ANA PRENSİP**
Sert doğal fosfatlar ile yumuşak doğal fosfatlar arasındaki farklılıkları belirlemek üzere, formik asitte çözünebilen fosfor miktarının tayini özel koşullar altında olmaktadır.
4. **AYIRAÇLAR**
 - 4.1. %2 Formik asit (litrede 20 g kadar).
NOT
Destile suyla 5 litreye kadar 82 ml formik asit (% 98-100 konsantrasyonda. $D_{10} = 1.22$) çözeltiyi hazırlayın.
5. **ALETLER**
Standart laboratuvar aletleri.
 - 5.1. 500 ml'lik dereceli bir erlen (örneğin:Stohmann)
 - 5.2. Rotari çalkalayıcısı (dakikada 35-40 defa dönen).
6. **NUMUNENİN HAZIRLANMASI**
Metot 1'e bakınız.
7. **PROSEDÜR**
 - 7.1. Numune
0.001 gram hassasiyetinde hazırlanan numuneden 5 g kadar tartın ve geniş boyunlu (5.1) 500 ml'lik dereceli bir stuhmann erlenine aktarın.
 - 7.2. Ekstraksiyon prosedürü
El ile (manuel olarak) erleni döndürerek çalkalayın ve işaretli yerden yaklaşık 1 cm aşağıya gelene kadar üzerine 20 °C (+/-1) derecede formik asit ilave ederek gerekli hacme tamamlayın.
Erlenin ağzını kauçuk bir tapa ile kapatın ve 20 °C derece sıcaklıkta rotari çalkalayıcısında çalkalayın (5.2). çözeltiyi fosfat bulundurmeyen kuru bir filtreden geçirerek kuru ve temiz cam toplama kabına aktarın. İlk gelen porsiyonu kullanmayın.
 - 7.3. Miktar Tayini
Tamamen berrak durumda olan süzüntüde Metot 3.2 ye göre fosfat miktarını saptayın.

Metot 3.1.3.

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

1. **KAPSAM**
Bu bölüm % 2 sitrik asit çözeltisinde çözünebilen (her litrede 20 g) fosforun ekstraksiyonu için uygulanan prosedürü tanımlamaktadır.
2. **UYGULAMA SAHASI**
Sadece cüruf türleri üzerinde uygulanabilir (Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmeliğin I. No'lu ekindeki A bölümüne bakınız)
3. **ANA PRENSİP**
Fosforun 2 %'lik sitrik asit çözeltisi ile (20 g/lit) ekstraksiyonu
4. **AYIRAÇLAR**
 - 4.1. Destile su veya demineralize su.
Kristalize sitrik asit den ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$) hazırlanan %2 sitrik asit çözeltisi (Litrede 20 gram).
Not
10 ml sitrik asit çözeltisini 0.1 N standart sodyum hidroksit çözeltisi ile titre ederek (indikatör olarak fenol ftalein kullanılacak) konsantrasyonunu onaylatın.
Eğer çözeltinin konsantrasyonu doğru sınırlar içindeyse standart çözeltiden 28.5 ml kadar harcanmış olunmalıdır.
5. **ALETLER**
 - 5.1. Rotari çalkalayıcısı (dakikada 35-40 defa dönen).
6. **NUMUNENİN HAZIRLANMASI**
Homojen olduğundan emin olunan orijinal numuneden dikkatle alınan ürün üzerinde analiz prosedürü uygulanır (Metot 1'e bakınız).
7. **PROSEDÜR**
 - 7.1. Numune
0.001 gram hassasiyetinde hazırlanan numuneden 5 g tartın ve yeterince geniş bir boyuna sahip, 500 ml kapasiteli temiz ve kuru bir erlene aktarın. Bu gibi bir erlen ile sıvının şiddetle çalkalanması mümkün olacaktır.
 - 7.2. Ekstraksiyon
20 °C (+/-1) derece sıcaklıkta 500 (+/-1) ml sitrik asit çözeltisini ilave edin. Ayıraçtan ilk birkaç mililitreyi ilave ederken elle şiddetli bir şekilde çalkalayın. Bu suretle kümeleşmenin ve maddenin erlenin yanlarına yapışmasının önüne geçin. Kauçuk bir tapa ile erlenin ağzını kapatın ve rotari çalkalayıcısında tam 30 dakika şiddetli bir şekilde çalkalanmaya bırakın (5.1) (20 °C (+/-2) derece sıcaklıkta).

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

7.3. Miktar Tayini

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

Metot 3.1.4.

NÖTR AMONYUM SİTRATTA ÇÖZÜNEBİLEN FOSFATIN EKSTRAKSİYONU

1. KAPSAM

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

2. UYGULAMA SAHASI

Nötr amonyum sitratta çözünürlüğü olan tüm gübrelere uygulanabilir (Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmeliğin I. No'lu ekine bakınız).

3. ANA PRENSİP

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

4. AYIRACLAR

Destile su ya da mineralizesu.

4.1. Nötr amonyum sitrat çözeltisi (pH=7)

Bu çözelti her litresinde 185 g kristalize sitrik asit bulundurulmalıdır ve özel bir graviteye (1.09.20 °C derecede) ve pH'a (pH=7) sahip olmalıdır.

Ayıraç aşağıda belirtildiği gibi hazırlanır.

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

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

5. ALETLER

5.1. 2 litrelik cam kap.

5.2. pH metre.

5.3. 200 yada 250 ml'lik erlen.

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

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

6. NUMUNENİN HAZIRLANMASI

Metot 1'e bakınız.

7. PROSEDÜR

7.1. Numune

Analiz edilecek gübreden (Yönetmelik 76/116/AT bağlı Ek I A ve B ye bakınız) 1-3 g kadar tartın. İçersinde önceden 65 °C dereceye ısıtılmış amonyum sitrat çözeltisi bulunan temiz bir 250 ml'lik erlene aktarın.

7.2. Çözeltinin analiz edilmesi

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

Yaklaşık 1 saat süren karıştırma işlemi takiben erleni su banyosundan çıkartın.

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

Miktar Tayini

Ekstredeki fosfat miktarı tayini Metot 3.2'ye göre yapılacaktır.

Metot 3.1.5.

ALKALİ AMONYUM SİTRAT İLE EKSTRAKSİYON

Metot 3.1.5.1.

PETERMANN'A GÖRE 65 °C SICAKLIKTA ÇÖZÜNEBİLEN FOSFORLARIN EKSTRAKSİYONU

1. KAPSAM

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

2. UYGULAMA SAHASI

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

3. ANA PRENSİP

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

4. AYIRACLAR

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

4.1. Petermann çözeltisi

4.2. Özellikleri

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

Amonyak: Amonyak azotu litrede 42 gr.

Ph 9.4-9.7 arasında

Diamonyum sitrattan hazırlanması

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

Sitrik asit ve amonyaktan hazırlanması

2500 mililitrelik kapasiteye sahip bir kaptaki, 65 g sitrik asit monohidratı 2500 ml destile suda çözündürün. Kabı bir buz banyosuna yerleştirin ve üzerine küçük miktarlar halinde ve devamlı sallamak suretiyle (bir huni kullanarak) amonyak çözeltisi ilave edin. (Huninin ince borusu sitrik asit çözeltinin içersine daldırılmış olmalıdır) örneğin $d(20/4) = 0.906$ amonyak azotunun %20.81'ine (ağırlık olarak) eşdeğerdir. Bu nedenle 11 ml amonyak çözeltisi ilave edilmelidir. Sıcaklığı 20 °C dereceye ayar edin ve sıvıyı standart bir 5 litrelik kaba aktarın. İşareti yere kadar destile suyla doldurun ve karıştırın.

Aşağıda belirtildiği gibi amonyak azotu miktarını kontrol edin

Çözeltiden 25 ml kadarını 250 ml'lik standart bir cam erlene aktarın ve gereken hacme destile suyla tamamlayın. Karıştırın. Amonyak azotu miktarını bu 25 ml'lik çözelti üzerinde Metot 2.1'e göre çalışarak saptayın. Eğer doğru çözelti kullanıldıysa 0.5 N H_2SO_4 den 15 ml kullanılmış olması gerekmektedir.

Eğer amonyak azotu kuvveti 42 g/litre'den fazlaysa, NH_3 içersinden inert gaz geçirilmek suretiyle ortamdan bertaraf edilebilir, ancak pH tekrardan 9.7 ye ayar edilmelidir. Gerekirse ikinci bir defa daha miktar saptama işlemi yapın.

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

$$P = (42 - n \times 2.8) \times \frac{500}{20.81 \times M} \text{ g}$$

$$\text{Veya hacim } V = \frac{\text{-----}}{0.906} \text{ (20 °C'de)}$$

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

Eğer V, 25 ml'den fazlaysa. Aşağıda belirtildiği gibi yeni bir ayıraç hazırlamak çok yerinde olur: 173 g sitrik asit tartın. 500 ml suda çözündürün. Ve daha önceden belirtilen gerekli önlemleri alarak üzerine $225 + V \times 1206$ ml amonyaktan daha fazlasını ilave etmemeliyiz. Bundan sonra suyla gerekli hacme kadar tamamlayın ve karıştırın.

Bu litreği daha önce hazırlanan 4975 ml ile karıştırın.

5. ALETLER

5.1. Bir su banyosu, sıcaklığı 65 °C (+/-1) °C derecede tutulabilen.

- 5.2. 500 ml'lik dereceli bir cam erlen (Stohmann).
6. **NUMUNENİN HAZIRLANMASI**
Metot 1'e bakınız.
7. **PROSEDÜR**
- 7.1. Numune
0.001 grama en yakın olarak, hazırlanan numuneden 1 g kadar tartın ve 500 ml'lik dereceli bir erlene aktarın.
- 7.2. Ekstraksiyon
Alkali amonyum sitrat çözeltisinden 200 ml ilave edin (4.1). Erlenin ağzını bir tapa ile kapatın ve sıvının yanlara yapışmasını önlemek için elle (manuel olarak) iyice çalkalayın. Böylelikle kümellemenin de önüne geçilmiş olunacaktır.
Erleni sıcaklığı 65 °C dereceye ayarlanmış bir su banyosuna daldırın ve ilk yarım saat sırasında her 5 dakikada bir çalkalayın. Her çalkalamayı takiben tapayı hafifçe aralayarak basıncı dengelemeye çalışın. Su banyosundaki suyun seviyesi erlende bulunan çözeltinin seviyesinden yukarda olmalıdır. Erlenin tekrar su banyosuna koyun ve 1 saat daha orada tutun (65°C derece sıcaklıkta). Her 10 dakikada bir çalkalayın. Daha sonra erleni kaldırın ve 20 °C dereceye kadar soğutup suyla 500 ml ye tamamlayın. Karıştırın ve kuru bir erlene kıvrımlı bir süzgeç kağıdından (fosfat içermeyen) geçirerek süzün. Süzütünün ilk porsiyonun kullanmayıp atın.
- 7.3. Miktar Tayini
Ekstrakte edilen fosfat miktarı, elde edilen çözeltiden alınan belli miktardaki numunede, Metot 3.2 ye göre yapılacaktır.

Metot 3.1.5.2.

PETERMANN'A GÖRE ODA SICAKLIĞINDA ÇÖZÜNEBİLEN FOSFORUN EKSTRAKSİYONU

1. **KAPSAM**
Bu bölüm soğuk alkali amonyum sitrat ta çözünebilir fosfor miktarının tayini için uygulanan prosedürü tanımlamaktadır.
2. **UYGULAMA SAHASI**
Sadece dağılmış durumda bulunan fosfatlar üzerinde uygulanacaktır.
3. **ANA PRENSİP**
Çok özel koşullar altında alkali amonyum nitrat çözeltisinde (petermann) 20 °C derece sıcaklıkta fosforun ekstraksiyonu.
4. **AYIRIÇLAR**
Metot 3.1.5.1'e bakınız.
5. **ALETLER**
- 5.1. Standart laboratuvar donanımı ve 250 ml'lik dereceli erlen (Stohmann)
- 5.2. Rotari çalkalayıcısı (dakikada 35-40 defa dönen).
6. **NUMUNENİN HAZIRLANMASI**
Metot 1'e bakınız.
7. **PROSEDÜR**
- 7.1. Numune
0.001 gram hassasiyetinde hazırlanan numuneden 2.5 g tartın ve 250 ml'lik (dereceli erlen-5.1) temiz bir erlene aktarın.
- 7.2. Ekstraksiyon
20°C derece sıcaklıkta petermann çözeltisinden az bir miktar işaret edin ve kümelenebilirliği önlemek için şiddetli bir şekilde çalkalayın. Bu arada erlenin kenarına sıvının yapışmasını da engelleyin. Derecelenmiş işaret yerine kadar petermann çözeltisi ilave edin ve erlenin ağzını kauçuk bir tapa ile kapatın.
Rotari çalkalayıcısında 2 saat süreyle çalkalayın (5.2). Derhal kuru bir filtreden (fosfat içermeyen) süzün ve süzüntüyü temiz ve kuru bir erlene aktarın. Süzütünün ilk kısmını kullanmayarak atın.
- 7.3. Miktar Tayini
Elde edilen bu çözeltisinden alınan çözelti üzerinde Metot 3.2'ye göre fosfor miktarı belirlenir.

Metot 3.1.5.3.

JOULIE'NİN ALKALİ AMONYUM SİTRATINDA ÇÖZÜNEBİLEN FOSFOR EKSTRAKSİYONU

1. **KAPSAM**
Bu bölüm Joulie'nin alkali amonyum sitrat çözeltisinde çözünebilir fosfor miktarının tayini için uygulanan prosedürü tanımlamaktadır.
2. **UYGULAMA SAHASI**
Bu metot fosfatın alimino-kalsik şeklinde bulunduğu tüm katkısız ve bileşik gübreler üzerinde uygulanabilir.

3. **ANA PRENSİP**
Belirtilen özel şartlarda (oksin bulunan ortamda) ve 20 °C derece sıcaklıkta, alkali bir amonyum sitrat çözeltisi ile numune şiddetle çalkalanır.
4. **AYIRAÇLAR**
Destile su yada mineralizesu.
- 4.1. Joulie'nin alkali amonyum sitrat çözeltisi:
Bu çözelti her litrede 400 g sitrik asit ve 153 g NH₃ içerir. Serbest amonyak miktarı yaklaşık 55 g/litre'dir. Bu çözelti aşağıda belirtilen metotlardan biriyle hazırlanır:
- 4.1.1. Bir litrelik dereceli erlende 400 g sitrik asiti 600 ml amonyak (d₂₀= 0.925, örneğin 200 g NH₃/litre gibi) içersinde çözündürün. Sitrik asit 50-80 gramlık porsiyonlar halinde, 50°C derecenin altında bir sıcaklıkta ilave edilmelidir. Amonyak ile 1 litreye tamamlayın.
- 4.1.2. Bir litrelik dereceli bir erlende 432 g dibazik amonyum sitratı 300 ml suda çözündürün. Üzerine 440 ml amonyak (d₂₀= 0.935) ilave edin. Suyla 1 litreye tamamlayın.
Not
Amonyak miktarının onaylanması
Sitrat çözeltisinden 10 ml kadar bir numune alın ve 250 ml'lik bir erlene aktarın. Gerekli hacme kadar suyla tamamlayın. Hazırlanan bu çözeltinin 25 ml sinde Metot 2.3'e göre amonyak azotu miktarını saptayın:
1 ml H₂SO₄ 0.5 N = 0.008516 g NH₃ dür.
Bu koşullar altında titrasyon sonucu elde edilen değer ml olarak 17.7-18 ml arasında ise, ayıraç doğru hazırlanmış sayılacaktır.
Eğer bu şekilde sonuç alınmamış ise çözeltiliye 0.1 ml için 4.25 ml amonyak daha (d₂₀ = 0.925) ilave edilecektir.
- 4.2. Toz haline getirilmiş 8-hidroksikinolin (oksin/oxine)
5. **ALETLER**
- 5.1. Standart laboratuvar donanımı ve küçük cam veya porselen havan ve havan eli.
5.2. 500 ml'lik dereceli erlen.
5.3. 1000 ml'lik dereceli erlen.
5.4. Rotari çalkalayıcısı (dakikada 35-40 defa dönen)
6. **NUMUNENİN HAZIRLANMASI**
Metot 1'e bakınız.
7. **PROSEDÜR**
- 7.1. Numune
0.0005 gram hassasiyetinde hazırlanan numuneden 1 g kadar tartın ve küçük bir cam havana yerleştirin. Üzerine 10 damla sitrat (4.5) ilave ederek biraz nemlendirin. Havan eli ile dikkatlice ezin.
- 7.2. Ekstraksiyon
20 ml amonyum sitrat (4.1) ilave edin ve hamur haline gelene kadar karıştırın. 1 dakika kadar bekletin. Sıvıyı 500 ml'lik dereceli bir erlen içersine boşaltın. Bu arada nemlendirme işlemi sırasında havanda kalmış partikülleri (tanecikleri) de erlene aktarın. Kalıntının üzerine 20 ml sitrat çözelti (4.1) ilave edin ve yukarıda belirtildiği gibi ezin. Yine sıvıyı erlene aktarın. Bu işlemi 4 defa uygulayın, öyle ki sonunda ürün erlene akıtılmış olsun. Bu işlem için kullanılacak toplam sitrat miktarı yaklaşık 100 ml olmalıdır. Havan ve havan elini 40 ml kadar destile su ile durulayın. Ağzında tapa bulunan erlen, rotari çalkalayıcısında 3 saat süreyle çalkalayın (5.4). Erleni 15-16 saat kadar dinlenmeye bırakın ve sonra aynı koşullar altında yine 3 saat çalkalanmaya koyun. Tüm bu prosedür süresince ısı 20 °C (+/-2) olmalıdır. Destile suyla işaretli yere kadar destile suyla tamamlayın. Kuru bir filtreden süzün, ilk süzüntüyü kullanmayarak atın. Berrak süzüntüyü temiz ve kuru bir erlende toplayın.
- 7.3. Miktar Tayini
Ekstrakte edilmiş fosfor miktarının tayini Metot 3.2 ye göre hazırlanan çözeltiliden alınan belli miktarda çözelti üzerinde yapılır.
8. **EK**
Oksin kullanılması ile magnezyum içeren gübreler üzerinde de bu Metodun uygulanabilmesine olanak tanınmaktadır. Özellikle bu uygulama magnezyum ve fosforik anhidrit miktarları (Mg:/P₂O₅) 0.03'den daha yüksek olduğunda önerilmektedir. Bu durumda analiz prosedürü için ısılatılmış olan numuneye 3 g daha oksin ilave edin. Eğer numune magnezyum içermiyorsa bile bu metotla saptamanın yapılması sonuç üzerinde çok da etkili olmayacaktır. Ancak magnezyumun ortamda bulunmadığı durumlarda oksin kullanılmaması daha uygun olacaktır.

Metot 3.1.6.

SUDA ÇÖZÜNÜR FOSFORUN EKSTRAKSİYONU

1. KAPSAM

- Bu bölüm suda çözünür fosfor miktarının tayini için gereken prosedürü tanımlamaktadır.
2. **UYGULAMA ALANI**
Bu metot suda çözünür fosfor miktarını saptamak üzere, çoklu gübreler dahil tüm gübreler üzerinde uygulanabilir.
 3. **ANA PRENSİP**
Çok özel koşullarda suda çalkalamak suretiyle ekstraksiyonu.
 4. **AYIRAÇLAR**
Destile yada demineralize su.
 5. **ALETLER**
 - 5.1. 500 ml'lik dereceli erlen (Stohmann)
 - 5.2. Rotari çalkalayıcısı (dakikada 35-40 defa dönen).
 6. **NUMUNENİN HAZIRLANMASI**
Metot 1'e bakınız.
 7. **PROSEDÜR**
 - 7.1. Numune
0.001 grama en yakın olacak şekilde 5 g numune tartın ve 500 ml'lik dereceli bir erlene aktarın (5.1).
 - 7.2. Ekstraksiyon
Erlenin içersine 450 ml su koyun (sıcaklığı 20-25°C derece)
Rotari çalkalayıcısında 30 dakika kadar çalkalayın (5.2).
Daha sonra işaretli yere kadar suyla tamamlayın ve bu arada şiddetle çalkalayın ve kuru bir filtreden (fosfat içermeyen) temiz ve kuru bir kaba süzün.
 - 7.3. Miktarın tayini
Metot 3.2. ile elde edilen çözeltinin bir kısmında fosfor miktarı belirlenir.

Metot 3.2.

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

1. **KAPSAM**
Bu bölüm gübrelerden elde edilen ekstrede fosfor miktarının tayini için uygulanması gereken prosedürü tanımlamaktadır.
2. **UYGULAMA ALANI**
Bu metot farklı şekillerde fosfor içeren tüm gübre ekstralarında uygulanabilir.
3. **ANA PRENSİP**
Hidroliz işlemi takiben asidik ortamda fosfor kinolin fosfomolibdat olarak çözer.
Filtre edilip yıkandıktan sonra, çökelti 250 °C ısıda kurutulur ve tartılır.
Yukarıda belirtilen koşullarda, eğer sodyum molibdat veya amonyum molibdat kullanılmak suretiyle çöktürme işlemi yapıldıysa, çözeltide bulunması muhtemel bileşikler (mineral ve organik asitler, amonyum iyonları, çözünür silikatlar gibi) nedeniyle herhangi bir etkileşim reaksiyonu gözlenmeyecektir.
4. **AYIRAÇLAR**
 - 4.1. Destile su yada demineralize su.
 - 4.1. Konsantre nitrik asit ($d_{20}=1.40$)
 - 4.2. Ayıracın hazırlanması
 - 4.2.1. Sodyum molibdat bazında hazırlanan ayıraç:
Çözelti A: 70 g sodyum molibdat dihidrat tartın ve 100 ml destile suda çözündürün.
Çözelti B: 60 g sitrik asit monohidrat tartın ve 300 ml destile suda çözündürün. Üzerine 85 ml konsantre nitrik asit (4.1) ilave edin.
Çözelti C: Çözelti B ile çözelti E birbiriyle karıştırılır ve çözelti C elde edilir.
Çözelti D: 50 ml destile suya 35 ml konsantre nitrik asit (4.1) ve 5 ml taze destile edilmiş kinolin ilave edin.
Bu çözeltinin içersine çözelti C ilave edip iyice karıştırın ve karanlık bir yerde bir gece bekletin. Daha sonra destile suyla 500 ml ye tamamlayın, tekrar karıştırın ve sinterize bir cam huniden (5.6) geçirmek suretiyle süzün.
 - 4.2.2. Amonyum molibdat bazında hazırlanan ayıraç
Çözelti A: 300 ml destile suda 100 g amonyum molibdat çözündürün ve bu arada sırada yavaşça karıştırarak ısıtın.
Çözelti B: 120 g sitrik asit monohidratı 200 ml destile suda çözündürün, üzerine 170 ml konsantre nitrik asit (4.1) ilave edin.
Çözelti C: Taze destillenmiş 10 ml kinolin üzerine 70 ml konsantre nitrik asit (4.1) ilave edin.
Çözelti D: İyice karıştırmak suretiyle yavaş yavaş çözelti A'yı
Çözelti B ye aktarın. Karıştırma işlemi sona erdiğinde bu karışıma çözelti C yi ilave edin ve 1 litreye tamamlayın. Karanlık bir odada 2 gün dinlenmeye bırakın. Daha sonra sinterize bir cam huniden geçirerek filtre edin (5.6)
Ayıraç 4.2.1 ve 4.2.2. aynı yolla kullanılabilir, ancak her ikisi de koyu renkli, ağızda tapa bulunan polietilen şişeler içersinde saklanmalıdırlar.

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

6. PROSEDÜR

- 6.1. Çözeltilerin muamele edilmesi

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

Tablo 2

Fosfat çözeltilerinin aliyot kısımlarının tayin edilmesi

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

- 6.2. Hidroliz
Eğer çözeltilerin içerisinde metafosfatların, pirofosfatların veya polyfosfatların varlığından şüphe ediliyorsa, o zaman aşağıda belirtildiği gibi hidroliz edilir:
Erlendeki karışımı yavaşça kaynamaya bırakın ve hidroliz tamamlana kadar bu ısıda tutun (hidroliz işlemi yaklaşık 1 saat kadar sürer). Çözeltinin erlendenden dışarıya sıçramamasına dikkat edilmesi ve aşırı buharlaşmaya izin verilmemesi gerekir. Bu durum başlangıçtaki hacmini yarıya inmesine neden olabilir. Hidroliz sona erdiğinde başlangıçtaki hacmine kadar suyla tamamlayın.
- 6.3. Potanın tartılması
En az 15 dakika kadar filtre potasını, sıcaklığı 250°C(+/-10) olan bir fırında kurutun (5.3). kurutucuda soğumasını takiben tartın.
- 6.4. Çöktürme
Erlende bulunan asitli çözeltiyi kaynayanaya kadar ısıtın, daha sonra içersine, devamlı karıştırarak, 40 ml çöktürücü ajan (ayraç 4.2.1 veya 4.2.2) damla damla ilave edin. Kinolin fosfomolibdat çökmeye başlayacaktır. Erlenin bir buhar banyosuna yerleştirin ve ara sıra sallayarak 15 dakika kadar tutun. Çözelti soğuduktan hemen sonra süzülmalıdır.
- 6.5. Süzme ve yıkama
Boşaltmak suretiyle vakum altında çözeltiyi süzün. Erlendeki çökeltiliyi 30 ml suyla yıkayın. Boşaltın ve tekrar süzün. Bu işlemi 5 defa tekrarlayın. Suyla yıkayarak bir pota içersine kantitatif olarak aktarın. 20 ml suyla 4 defa yıkayın, her yıkamadan sonra potadan fazla suyun akmasına izin verin. Derhal çökeltiliyi kurutun.
- 6.6. Kurutma ve tartım
Bir süzgeç kağıdı ile potanın etrafını silin ve potayı bir kurutucu fırına yerleştirin. 250 °C (5.5) derece sıcaklıkta çökeltilinin ağırlığı sabit kalacaktır (genelde 5 dakika). Oda sıcaklığında kurutucuda kurumaya bırakın ve derhal tartın.
- 6.7. Boş test
Her seri miktar saptama işleminde mutlaka bir boş test yapın, burada ekstraksiyon işleminde kullanılan ayraç ve solventlerden yararlanabilirsiniz (sitrata çözeltilisi gibi). Son sonucun hesaplanmasında bunları da dikkate alın.
- 6.8. Onaylama
0.01 g P₂O₅ içeren potasyum dihidrojen fosfat çözeltilisinden alınan belli miktardaki numunede miktarı saptayın.
- 7. SONUÇLARIN İFADE EDİLMESİ**
EĞER Tablo 2'de analiz ve seyreltme için belirtilen numuneler kullanılacak ise aşağıdaki formül uygulanacaktır.
Gübredeki % P = (A-a) x F'
Veya

Gübredeki % P₂O₅ = (A-a) x F

A = kinolin fosfomolibdatın ağırlığı, g olarak.

a = boş testteki kinolin fosfomolibdatın ağırlığı, g olarak.

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

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

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

Veya

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

$$\text{Gübredeki \% P}_{2}O_{5} = \frac{\text{-----}}{M}$$

f ve f' = kinolin fosfomolibdatın dönüşüm faktör sayısı P₂O₅ = 0.032074 (f) veya P = 0.013784 (f')

D = Seyreltme faktörü

M = Analiz edilen numunenin ağırlığı, g olarak.

Metot 4

POTASYUM

Metot 4.1.

SUDA ÇÖZÜNÜR POTASYUM TAYİNİ

- KAPSAM**
Bu bölüm suda çözünür potasyum miktarının tayini için uygulanan prosedürü tanımlamaktadır.
- UYGULAMA ALANI**
Yönetmelik 76/116/AT Ek I de yer alan tüm potasyumlu gübrelerde uygulanacaktır.
- ANA PRENSİP**

Analiz edilecek numunedeki potasyum bir miktar suda çözüldürülür. Kantitatif tayini engellemeye yönelik maddeleri ortamdaki uzaklaştırdıktan yada sabitledikten sonra, hafif alkali ortamda potasyum çöktürülür (potasyum tetrafenil borat olarak).

4. AYIRACLAR

- 4.1. Destile su yada demineralize su
- 4.2. Formaldehit
- 4.3. % 25-35'lik berrak formaldehit çözeltisi.
- 4.4. Analiz için potasyum klorür
- 4.5. 10 N sodyum hidroksit çözeltisi:
Mutlaka potasyum içermeyen sodyum hidroksit kullanıldığından emin olunmalıdır.
- 4.6. İndikatör çözeltisi
0.5 g fenolftalein % 90 etanolde çözüldürülür ve 100 ml ye tamamlanır.
- 4.7. EDTA çözeltisi
4 g etilen diamin tetra asetik asitin dihidrat disodyum tuzunu 500 ml'lik dereceli erlende çözüldürün ve suyla gerekli hacme kadar tamamlayın, karıştırın.
Bu ayırıcı plastik şişede saklayın.
- 4.8. STPB çözeltisi
32.5 g sodyum tetrafenil boratı 480 ml suda çözüldürün üzerine 2 ml sodyum hidroksit çözeltisi (4.3) ve 20 ml magnezyum klorür çözeltisi ilave edin (100 g MgCl₂. 6H₂O/lt.).
15 dakika kadar karıştırın ve ince, külsüz filtreden süzün.
Bu ayırıcı plastik şişede saklayın.
- 4.9. Yıkama sıvısı
20 ml STPB çözeltisi (4.6) suyla 1000 ml ye kadar tamamlanarak seyreltilir.
- 4.10. Brom çözeltisi
Suda doymuş brom çözeltisi.

5. ALETLER

- 5.1. 1000 ml'lik dereceli erlen.
- 5.2. 250 ml'lik cam kap
- 5.3. 5-20 mikron gözenek büyüklüğündeki filtreli pota.
- 5.4. 120 °C (+/-10 °C) ye ayarlanmış fırın.
- 5.5. Desikatör.

6. NUMUNENİN HAZIRLANMASI

Metot 3'e bakınız.

Potasyum tuzlarının ortamda bulunması durumunda, eğer örnek numune analiz için hazırlanmış ise, numune iyicene öğütülmelidir. Bu ürünler için mutlaka Metot 1 (6) kullanılmalıdır.

7. PROSEDÜR

- 7.1. Numune
0.001grama en yakın olacak şekilde, hazırlanan numuneden 10 g tartın (% 50 den fazla potasyum oksit içermeyen tuzlar için). Bu test numunesini yaklaşık 400 ml suyla birlikte 600 ml'lik bir cam kaba aktarın.
Kaynama noktasına kadar ısıtın ve 30 dakika kadar kaynatın, soğutun ve kantitatif olarak 1000 ml'lik dereceli bir erlene aktarın. Gerekli hacme kadar tamamlayın, karıştırın ve kuru ve temiz bir toplayıcı kaba süzün. İlk 50 ml'yi kullanmayıp atın (7.6'ya bakınız: prosedür hakkında daha fazla bilgi).
- 7.2. Çöktürme için aliquot hazırlanması
Pipet yardımıyla süzüntüden 25-50 mg potasyum içerecek şekilde belli miktarda (Tablo 3'e bakınız) alın ve 150 ml'lik cam bir erlene aktarın. İstenirse suyla 50 ml ye tamamlayın.
Her türlü etkileşimi bertaraf etmek üzere 10 ml EDTA çözeltisi (4.5) damla damla fenolftalein (4.4) ilave edip karıştırın. Daha sonra içersine, kırmızı renge dönene kadar yine damla damla sodyum hidroksit çözeltisi ilave edin (4.3). en son olarak birkaç damla daha sodyum hidroksit çözeltisinden ilave edin (fazlalık için: genelde 1ml sodyum hidroksit çözeltisi numuneyi nötrale etmeye ve ortamda bir fazlalık yaratmaya yeterli gelecektir).
Amonyakın çoğundan kurtulmak için 15 dakika yavaşça kaynatın (7.6 (b)'ye bak).
Gerekirse hacmi 60 ml yapmak için su ekleyin.
Çözeltiyi kaynatın, beheri ısıdan alın ve 10 ml formaldehit ekleyin (4.1). Açık kırmızı renk çıkana kadar birkaç damla fenolftalein ve, gerekirse, biraz daha sodyum hidroksit damlatın. Beheri saat camı ile kapatın ve 15 dakika için buhar banyosuna yerleştiriniz.
- 7.3. Potanın tartılması
Filtre potasını kurutun (5.Aygıt Bölümüne bakınız). Sabit ağırlık (yaklaşık 15 dakika), 120 °C (5.4) e ayarlanmış fırında. Potayı kurutucuda kurutun ve daha sonra tartın.
- 7.4. Çöktürme
Erleni su banyosundan alın, devamlı karıştırmak suretiyle damla damla 10 ml STPB ilave edin (4.6). bu işlem yaklaşık 2 dakika sürmelidir. Süzmeden önce en az 10 dakika bekletin.
- 7.5. Süzme ve yıkama
Çözeltiyi vakum altında, tartısı alınmış bir potaya yıkama suyu yardımıyla aktarın (4.7). Yıkama suyuyla çökeltiyi 3 defa yıkayın (toplam 60 ml su) ve iki defa da 5 ml ve 10 ml'lik suyla yıkamayı tekrarlayın.
Çökeltiyi iyice kurutun.
- 7.6. Kurutma ve tartım

Süzgeç kağıdıyla potanın dışını silin. Potayı ve içersindeki numuneyi 120 °C sıcaklıktaki bir fırına yerleştirin ve yaklaşık 1.5 saat kadar burada tutun. Daha sonra potayı oda sıcaklığında duran bir kurutucu da kurutun ve işlem sona erdiğinde derhal tartın.

Prosedür hakkında not

Eğer süzöntü çok koyu renkte ise belli bir miktarını pipetle alarak 100 ml'lik dereceli bir erlene aktarın. Üzerine bromlu su ilave edin ve fazla bromu bertaraf etmek için kaynatın. Soğuduktan sonra istenilen hacme kadar tamamlayın, süzün ve kantitatif olarak alınan süzöntüde potasyum miktarını hesaplayın.

Amonyak azotu çok az veya hiç yoksa 15 dakika kaynatmaya gerek yoktur.

7.7. Numuneler ve dönüşüm faktörleri

Tablo 3.1

Metot 4 için

Gübrede %K ₂ O	Gübrede %K	Analiz için numune (g)	Seyreltme için ekstrakt çözeltisi numunesi (ml)	Seyreltme (ml'ye)	Çöktürme için numune olarak alınacak aliquot kısmı (ml)	Dönüşüm faktörü (F)	
						%K ₂ O g TPBK	%K g TPBK
5-10	4.2-8.3	10	-	-	50	26.280	21.812
10-20	8.3-16.6	10	-	-	25	52.560	43.624
20-50	16.6-41.5	10	ya – veya 50	- 250	10 50	131.400 131.400	109.060 109.060
50'den fazla	41.5'den fazla	5	ya – veya 50	- 250	10 50	262.800 262.800	218.120 218.120

7.8. Boş test
Her saptama için ayrı ayrı seriler hazırlayın ve analizde kullanıldığı gibi aynı miktar ve ayıracıları kullanın. Son hesaplamalarda bu sonuçları dikkate alın, üzerinde bir boş test uygulayın.

7.9. Kontrol testi
Analiz metodunu kontrol etmek için en fazla 40 mg K₂O içeren sulu potasyum klorürün aliquotunda bir tayin yapınız.

8. SONUÇLARIN İFADE EDİLMESİ

Eğer numune analiz amacıyla kullanılacak ise, Tablo 3.de tanımlanan seyreltmeler yapılır ve aşağıda verilen formül kullanılır :

Gübredeki % K₂O : (A-a) x F

Veya

Gübredeki % K : (A-a) x F'

A = Numuneden çöktürülen çökeltinin ağırlığı, g olarak.

a = Boş numuneden çöktürülen çökeltinin ağırlığı, g olarak.

F ve F' = Faktörler (Tablo 3'e bakınız).

Tablo 3'de belirtilenlerden farklı olan numune ve seyreltmelerde aşağıda belirtilen formül kullanılır :

(A – a) x f x D x 100

M

Veya

(A-a) x f' x D x 100

M

f= dönüşüm faktörü, KTPB K₂O için = 0.1314

f' = dönüşüm faktörü, KTPB K için = 0.109

D = seyreltme faktörü

M = numune ağırlığı, gr olarak

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. 1.0 N nitrik asit.
 - 4.3. İndikatör çözeltiler:.,

40 g ferrik amonyum sülfat (Fe(SO₄)₂·(NH₄)₂SO₄) bir miktar suda çözündürülür ve 1 litreye tamamlanır.

4.4. 0.1 N standart gümüş nitrat çözeltisi.

4.5. 0.1 N standart amonyum tiyosiyanat çözeltisi.

Hazırlanması

Adı geçen tuz hidroskopik olduğundan ve dekompoze olmadan kuruması hemen hemen mümkün olmadığından, ilk başta yaklaşık 9 g tartıp bir miktar suda çözündürülmesi ve daha sonra 1 litreye tamamlanması önerilir. 0.1 N gümüş nitrat (AgNO₃) 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 2450 ml su ilave edin. Rotari çalkalayıcısında yarım saat kadar çalkalamaya bırakın (5.1). daha sonra suyla 500 ml ye tamamlayın. Karıştırın ve temiz ve kuru bir cam erlene süzün.

7.2. Miktarın tayini

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

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

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

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:

$$(V_x - V_{cx}) - (V_a - V_{ca}) \times 100$$

Klorür yüzdesi = 0.003546 x -----

M

V_x = 0.1 N gümüş nitrat sayısı, mililitre olarak,

V_{cx} = 0.1 N gümüş nitrat sayısı, mililitre olarak boş testte kullanılan,

V_a = 0.1 N amonyum tiyosiyanat sayısı mililitre olarak,

V_{ca} = 0.1 N amonyum tiyosiyanat olarak sayısı, mililitre olarak, boş testte kullanılan.

M = Alınan numunenin ağırlığı, gram olarak.

Metot 6

ÖĞÜTME PROSEDÜRÜ İLE İLGİLİ İNCELİK

Metot 6.1. (KURU PROSEDÜR)

1. **KAPSAM**
Bu bölüm öğütme ile ilgili inceliğin tayini için uygulanan kuru prosedürü tanımlamaktadır.
2. **UYGULAMA SAHASI**
Tüm EC ibareli gübrelerde, ki bunların hepsinde 0.63 ve 0.160 mm'lik elek deliğine sahip eleklerden elenmeleri istenmektedir.
3. **ANA PRENSİP**
Mekanik elekten elemeye: bir defa granül büyüklüğü 0.63 mm den büyük olan ve ikincisi: granül büyüklüğü 0.16 ile 0.63 mm arasında olan granüller göz önüne alınarak yüzde olarak hesaplanacaktır.
4. **ALETLER**
 - 4.1. Mekanik elek sallayıcısı.
 - 4.2. 0.16 ve 0.63 mm delik büyüklüğüne sahip elekler ve sırasıyla Standart araları 120 cm çapında ve 5 cm yüksekliğinde olan elekler.
5. **PROSEDÜR**
0.05 grama en yakın olarak 50 g madde tartın. Her iki eleği birbiriyle birleştiriniz ve sallayıcı üzerinde içeriği biriktirin (4.1). En büyük deliğe sahip olan elek en üstte takılı olmalıdır. analiz edilecek numuneyi de en üstte yerleştirin. 10 dakika süreyle eleyin. Dipte toplanan kısmı alın. Aleti tekrar çalıştırın ve 1 dakika sonra dipte toplanan miktarın 250 mgr'ı geçmemesine dikkat edin. Bu ameliyeyi (her seferinde 1'er dakika) tekrarlayın. Daha sonra toplanan kalıntı materyali ayrı ayrı tartın.
6. **SONUÇLARIN İFADE EDİLMESİ**
0.63 MM delikli elekten geçen numunenin % olarak inceliği = $(50-M_1) \times 2 \cdot 0.16$

0.16 mm delikli elekten geçen numunenin % olarak inceliği = $(50 - M_1 + M_2) \times 2$
M₂ = Elekte kalan kalıntının ağırlığı. Gram olarak, delik büyüklüğü. (0.63 mm olan elekten elenen)
M₂ = elekte kalan kalıntının ağırlığı, gram olarak, delik büyüklüğü. (0.16 mm olan elekten elenen)
0.63 mm deliğe sahip elek ile yapılan çalışmalar hali hazırda kullanılmamaktadır.
Hesaplama sonunda ortaya çıkan değerler en yakın ondalık birime yuvarlanacaktır.

Metot 6.2

YUMUŞAK DOĞAL FOSFATLARIN ÖĞÜTÜLME İNCELİĞİ TAYİNİ

1. **KAPSAM**
Bu bölüm yumuşak doğal fosfatın öğütülmesi ile ilgili inceliğin tayini için uygulanan prosedürü tanımlamaktadır.
2. **UYGULAMA SAHASI**
Yumuşak doğal fosfatlar.
3. **ANA PRENSİP**
İnce partikül büyüklüğüne sahip numunelerde aglomeratlar oluşabilir. Bu da numunenin kuru halde elenmesinde zorluklar yaratabilir. Bu nedenle genellikle ıslak olarak eleme tercih edilmelidir.
4. **AYIRIÇLAR**
% 1 sodyum heksametafosfat çözeltisi.
5. **ALETLER**
 - 5.1. Sırasıyla 0.063 ve 0.125 mm'lik elek deliğine sahip standart elekler (çapları 20 cm ve yükseklikleri 5 cm olan) ve toplama kapları.
 - 5.2. 20 cm çapında bir stand tutturulmuş cam huni.
 - 5.3. 250 ml'lik cam erlen.
 - 5.4. Kurutucu fırın.
6. **ANALİZ İLE İLGİLİ METODLAR**
 - 6.1. Numune alma
0.05 grama en yakın olarak 50 g kadar maddeden tartın ve eleğin her iki tarafını suyla iyice yıkayın. Eleme işlemine geçmeden önce 0.125 mm elek deliğine sahip eleği 0.063 mm elek deliğine sahip olan eleğin üzerine koyun.
 - 6.2. **PROSEDÜR**
Analiz edilecek olan numuneyi eleğin en üstüne yerleştirin ve üzerinden bir soğuk su akımı (musluk suyu kullanılabilir) geçmesine izin verin. Ancak su akımının asla en alttaki eleğin su ile dolmasına izin vermeyin.
Bir toplayıcı kap içerisinde belirtilen elekten geçen kalıntıyı alarak toplayın ve tekrar elek içerisinde yerleşimini yapın. En alttaki elekte birkaç dakika daha ıslak eleme işlemine devam edin.
Eleme işlemi içerisinde geçen çözelti tamamıyla berrak hale gelene kadar devam edilmelidir.
0.125 mm'lik elek deliğine sahip eleğin üzerine 0.063 mm'lik elek deliğine sahip eleği yerleştirin. Toplama kabında en üst bölümünde toplanmış olan her türlü materyali toplama kabına toplayın ve aynı işlemin eleğin kenarlarından bir su akımı geçirmek suretiyle (birkaç defa) tekrarlayın.
Kalıntıların her birini kantitatif olarak farklı cam erlenlere bir huni yardımıyla aktarın. Erlenlerdeki kalıntıları su ile süspansiyon hale getirin. Yaklaşık bir dakika dinlendirin, boşaltın ve bu arada gerekirse daha fazla su kullanın.
Bu erlenlerin sıcaklığı 150 °C derece olan bir fırında kurumaya bırakın. (Yaklaşık 2 saat)
Daha sonra soğutun. Arta kalan kalıntıları yumuşak bir fırça ile fırçalayarak toplayın ve tartın.
7. **SONUÇLARIN İFADE EDİLMESİ**
Alınan sonuçlar en yakın ondalık birime yuvarlanarak hesap edilecektir.
% incelik, 0,125 mm'lik elekte kalan = $(50 - M_1) \times 2$
% incelik, 0.063 mm'lik elekte kalan = $(50 - M_1 + M_2) \times 2$
M₁ = 0.125 mm'lik elekte arta kalan kalıntının ağırlığı, gram olarak
M₂ = 0.063 mm'lik elekte kalan kalıntının ağırlığı, gram olarak
8. **GÖRÜŞLER**
Eğer yukarıda anlatılan işlemlerde herhangi bir şekilde numunede kümeleşmeler görüldüğü takdirde analiz aşağıda belirtilen şekilde uygulanmalıdır :
Çok yavaş bir şekilde 50 gram numune tartıp 1 litrelik erlen içerisine yerleştirin. Üzerine 500 ml sodyumheksametafosfat çözeltisini dikkatli bir şekilde karıştırarak ilave edin. Erlenin ağzını bir tapa ile kapatın ve şiddetli bir şekilde çalkalayın. Bu şekilde kümelene bertaraf edilmiş olacaktır. Daha sonra tüm süspansiyonu en üstteki eleğe yerleştirin ve bol su ile yıkayın. Analiz prosedürünü 6.2'de tanımlandığı üzere devam edin.

Metot 7

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

EK 1

1. Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmeliğin 31 nci maddesi 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 transmision 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 azotlu amonyum nitrat gübrelere, yağ-tutma ve patlama testlerinden önce uygulanacak termik çevrimler için gerekli işlemleri tanımlamaktadır.

2. TARIMDA KULLANILAN KİMYEVİ GÜBRELERE DAİR YÖNETMELİĞİN BÖLÜM V' E GÖRE TERMİK ÇEVİRİMLER

2.1. Uygulama alanı

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

2.2. Ana kurallar ve tanımlamalar

Normal ısıda bulunan test numunesi 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).

Bu iki test numunesiyle bir termik çevrim oluşturulduktan sonra, yağ tutulmasını belirlemek üzere test numunesi 20 °C 3 saat süreyle tutulur.

2.3. Aletler

Normal laboratuvar aletleri, özellikle :

- Sırasıyla 25 °C ve 50 °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. BU YÖNETMELİK METOT 7'DE TANIMLANAN PATLAMAYA DAYANIM TESTİNDE KULLANILACAK TERMİK ÇEVİRİMLER

3.1. Uygulama sahası

Bu işlem patlama testi uygulanmadan önceki termik çevrimler içindir.

3.2. Ana kurallar ve tanımlamalar

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

3.3. Aletler

- Minimum ısıtma ve soğutma hızı 10°C/saat olan 20-51°C sıcaklık aralığına termostatlı bir adet su banyosu veya biri 20 °C diğeri 51 °C'a termostatlı 2 adet su banyosu. Banyo(lar) daki su devamlı karıştırılır, banyo hacmi suyun yeterli sirkülasyonunu sağlayacak kadar geniş olmalıdır.
- Ortasında termokapısı bulunan her tarafı su sızdırmaz paslanmaz çelik bir kap. Kabın dış genişliği 4.5 (± 2) mm ve kap kalınlığı da 1.5 mm'dir (şekil 9'a bakınız). Kabın yüksekliği ve uzunluğu su banyosunun boyutlarına uygun olarak seçilebilir, örneğin uzunluk 600 mm ve yükseklik 400 mm.

3.4. İşlem

Kabın içerisine patlama yapabilecek miktarda gübre numunesi yerleştirin ve kapağını kapatın. Kabı su banyosuna daldırın. Suyu 51 °C dereceye kadar ısıtın ve gübrenin orta kısmındaki sıcaklığı ölçün. Orta kısmındaki ısı 51 °C dereceye ulaştıktan 1 saat sonra, suyu soğutun. Yine orta kısmındaki 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 gübrelere 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 yapılı ve alınan sonuç % kütle olarak ifade edilir.

3. ANA PRENSİP

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

4. AYIRIÇLAR

Gaz yağı

Max.akışkanlık: 5 ml, 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 1.50 g/m² ağırlıkta.

5.6. Emici kağıt mendil (laboratuvarda kullanılan cinsten)

6. İŞLEMLER

Aynı test numunesinin iki ayrı numunesinde iki ayrı tayin yapılır.

6.1. Bir test eleği (5.4.) kullanmak suretiyle 0.5 mm den küçük parçacıkları ayırın. Bir cam kaba yaklaşık 50 g numune tartıp behere aktarın (5.2). Prilleri tamamen örtecek şekilde yeterli miktarda gaz yağı (bölüm 4) ilave edin. Karışımı yavaşça karıştırarak taneciklerin her tarafının ıslanmasını sağlayın. Bir saat camıyla cam kabın ağzını kapatın ve 25 (± 2) °C'da 1 saat kadar bekletin.

6.2. 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.

6.3. 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 alı konmuş durumda bekleyen tüm kalıntıyı aktarın. Gerekirse tanecikleri yaymak için yumuşak bir fırça kullanabilirsiniz. İki dakika kadar sonra kağıt mendildeki tanecikleri süzgeç kağıdından süzün. Tekrar bir başka süzgeç kağıdı çıkarıp banko üzerine yayın ve aynı işlemi tekrarlayın. Bu sefer taneciklerin üzerine biraz basınç yapabilirsiniz. Her bir 8 denemeden sonra ara verin ve tekrar başa dönüp işlemi tekrarlayın. Tam olarak 4 adet hareket tamamlayın : önce ikisi yelkovan yönünde, diğer ikisi yelkovanın tersi yönünde olmalıdır sonra tanecikleri tekrar ortaya doğru yuvarlayın. Anlatılan bu işlem 3 defa tekrarlanmalıdır. (24 sirküler hareket, kenarlardan da ikişer defa kaldırarak). Dikkatlice yeni bir kağıt ile dipte kalan kalıntıları da süzün. Tanecikleri yeni bir süzgeç kağıdı ile örtün ve yukarıda anlatılan işlemi tekrarlayın. Derhal tanecikleri darası alınmış bir cam tabağa aktarın, yeniden tartın. Böylece tanecikler tarafından tutulan gaz yağı miktarını bulun.

6.4. Yuvarlama işleminin tekrarlanması ve yeniden tanımlama

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. Hesaplamalarla ilgili metot ve formül

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

$$\text{Yağ tutulması} = \frac{m_2 - m_1}{m_1} \times 100$$

m_1 : elenmiş test edilen miktarın kütlesi, (gram olarak) (16.1)

m_2 : 6.3 ve 6.4 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, yüksek azotlu amonyum nitrat gübrelere 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 gerititrasyonla ölçülür.

3. AYIRAÇLAR

- 3.1. Analitik tip krom trioksit (Cr_2O_3)
- 3.2. 200C derecede sülfürik asit yoğunluğu = 1.83 g/ml: hacimce %60 1 litrelik bir behere 340 ml su döküm 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: suda litrede 0.4 g.lık solüsyon
- 3.8. Fenoltalein : hacimce %60'lık etanolde litrede 2 g.lık solüsyon
- 3.9. Soda kireci: partikül büyüklükleri, 1.0 ile 1.5 mm arasında.
- 3.10. Demineralize su: karbondioksitin çıkarılması için yeni kaynatılmış.

4. ALETLER

- 4.1. Standart laboratuvar aletleri, özellikler :
 - sinterize cam tabaklı ve 15 ml kapasiteli fitre pota; tabak çapı: 20 mm; toplam yüksekliği: 50 mm; porosite 4 (gözenek büyüklüğü 5-15 mikrometre)
 - 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, fiberglas tapalarla yerleştirilmiş Absorpsiyon tüpü A.
 - 4.3.2. Yan kulplu ve yuvarlak tabanlı 500 ml'lik reaksiyon kabı B.
 - 4.3.2. 150 mm uzunluğunda küçük bölümlendirilmiş kolon (C').
 - 4.3.4. 200 mm uzunlukta çift yüzeyli kondanser C.
 - 4.3.5. Distile olabilecek fazla asit için 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, 10 düşük-gözenekli sinterize cam bulunan bir gaz distribütörü.
 - 4.3.8. Serbest kolu vidalı bir mengene ile sabitlenen kısa bir lastik tüp vasıtasıyla ince kapilari tüpe bağlanan devreye yerleştirilmiş T-şeklinde bir cam parçası bulunan bir emme pompası ve bir emme ayarlama aleti G.

D i k k a t :

Azaltılmış basınç altındaki bir alette kaynak kromik asitin 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 bertaraf edilmesi
Reaksiyon kabı B içerisine analizi yapılacak olan numuneyi yerleştirin. Üzerine 100 ml H_2SO_4 ilave edin. Oda sıcaklığında tanecikler 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 (5-6 mm'lik civa bulunan) azot kaynağına (4.2) ve diğer ucu reaksiyon kabına giren besleyici tüpe bağlayın. Vigreuz bölümlü kolonunu (C) ve soğuk suya bağlı kondenseri yerleştirin. Azotlu ayarlayarak solüsyon içerisinden orta derecede bir hızla akışını sağlayın. Solüsyonun kaynama noktasına gelmesine izin verin. 2 dakika kadar kaynatın. Bu zaman sonunda artık hiçbir surette köpürme olmamalıdır. Eğer hala kabarcıklar veya küçük baloncuklar görülüyorsa 30 dakika daha ısıtmaya devam edin içinden azot akar iken solüsyonu 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 içerisinden 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 içeriden azot geçmesini sağlayın. Kaptan gelen suyla diğer suları birleştirin. Distribütörlerin tamamen temizlendiğinden emin olana kadar bu işlemi tekrarlayın.

5.4. Organik materyallerden geçen karbonatın tayini

Belirtilen çözeltilerdeki solüsyona 5 damla fenolftalein (3.3) 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 ayıraçları 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 :

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

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. **AYIRAÇLAR**

Destile veya demineralize su, karbondioksitten arındırılmış.

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

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

3.2. Tampon solüsyon, pH=4.00, 20 °C'da

10.21 (± 0.01) g potasyum hidrojen ftalatı (KHC₄O₄H₄) suda çözündürün. Kayıp etmeden 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 hassasiyetinde.

5. **İŞLEM**

5.1. pH metrenin kalibre edilmesi

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

5.3. Tayin

250 ml'lik bir cam erlende bulunan 10 g (± 0.01) numunenin üzerine 100 ml kadar su ilave edin.

Çözünmeyen maddeleri süzerek, santirifüleyerek yada yavaşça boşaltarak ayırın. pH birimi olarak (0.1 birim) ifade edin. Ayrıca çalışılan ısı derecesini de belirtin.

Metot 7. 5 TANE BÜYÜKLÜĞÜNÜN TAYİNİ

1. KAPSAM VE UYGULAMA SAHASI

Bu bölüm, yüksek azotlu amonyum nitrat gübrelerinin elenmesi ile ilgili işlemi tanımlamaktadır.

2. ANA PRENSİP

Test numunesi 3 gözenekli bir elekten elle ya da mekanik olarak elenir. Her gözenekte tutulan kütle 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 gram olana kadar tartmak için terazi.

3.3. Mekanik elek sallayıcısı, test numunesini hem dikey hem de yatay durumda sallayabilen.

4. İŞLEM

4.1. Numune 100 gram'lık iki eşit miktara bölünür.

4.2. En yakın 0.1 g olarak 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 yerleştirin 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 saniyede geçen miktar 0.1 gramdan az olmamasına dikkat edin.

4.5. Zaman dolunca eleği yuvasından çıkartın ve geride kalan kalıntıyı toplayın. Gerekirse yumuşak bir fırça ile tersinden fırçalayın.

4.6. Her elekte kalan kalıntıyı tartın ve en az 0.1 gram ağırlıklarda olmak üzere toplayın.

5. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ

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

Alıcı ile ilgili yüzdeyi hesaplayın : (örn. <0.5 mm) : % A

0.5 mm'lik elekte kalan kalıntıyı hesaplayın : % B

1 mm'lik elekten geçen miktarı yüzde olarak hesaplayın, % A+B

Fraksiyon kütleleri toplamı başlangıçta çalışılan kütleinin % 2'lik sınırı içerisinde bulunmalıdır.

5.2. Ayrı ayrı en az iki adet analiz çalışması yürütülmelidir. A ile alınan tekil sonuçlar % 1.0 dan 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 değerini ortalamasını rapor ediniz.

Metot 7. 6. KLOR TAYİNİ (KLORÜR İYONU OLARAK)

1. KAPSAM VE UYGULAMA SAHASI

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

2. ANA PRENSİP

Suda çözünmüş haldeki klor iyonları, asitli bir ortamda gümüş nitrat yanında potansiyometrik titrasyon ile saptanırlar.

3. AYIRIÇLAR

Destile su yada demineralize su, klorür iyonlarından arındırılmış.

3.1. Aseton

3.2. Konsantrik asit (20 °C derecedeki yoğunluk = 1.40 g/ml)

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

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

3.5. 0.1 M standart referans solüsyonu: Daha önceden 139 °C sıcaklıktaki bir fırında kurutulmuş olan analitik dereceli potasyum klorürden tam olarak yaklaşık 3.7276 g tartın ve oda sıcaklığına gelene kadar bir kurutucu içerisinde soğumaya bırakın. Bir miktar suda çözdürdükten sonra kayıp vermemeye dikkat ederek 500 ml lik bir standart erlene aktarın ve işaretli yere kadar seyreltip karıştırın.

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

4. ALETLER

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

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

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

4.3. Manyetik karıştırıcı, teflon kaplanmış çubuk ile birlikte.

4.4. Net olarak derecelenmiş mikropipet, 0.01 ml'lik birimlerle bölünmüş.

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 işlemi uygulayın:

Bir kaba 5 ml nitrik asit (3.2) + 120 ml eseton (3.1) + toplam hacim 150 ml oluncaya kadar yeterince su ilave edin. Manyetik karıştırıcıya ait çubuğu kabin içersine yerleştirin (4.3) ve karıştırıcıyı harekete geçirin. Solüsyonun içersine gümüş elektrodu (4.1) ve köprünün serbest kalan ayağını (4.2) daldırın. Elektrodları potansiyometreye bağlayın ve aletin sıfır noktasını ayar ettikten sonra, başlama gücünü 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 lik 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 zaman ayırın.

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

Toblonun üçüncü sütünuna ise potansiyel E ile ilgili ardarda gelen artışları kaydedin (∇_1E). Dördüncü sütuna 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:

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

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

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

b : (∇_2E) ile ilgili son hacim

B : (∇_2E)'nin son pozitif değerleri ile ilk negatif değeri arasındaki net hacimler (Tablo 1.deki örneğe bakınız).

5.2. Boş test

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

∇_4 boş testin sonucu olsun ve ilave edilen ayıraçlar ml olarak ifade edilsin. (aşağıda belirtilen formüle göre)

$$\nabla_4 = 2V_1 - V_2$$

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

V_1 : kullanılan 5 ml potasyum klorür standart referans solüsyonunun titrasyonu için gerekli olan gümüş nitrat solüsyonunun net hacmi, 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 asetona (3.1) ilave edin ve toplam hacim 150 ml olana kadar suyla tamamlayın.

Kabin içersine 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 sütunun"

6. SONUÇLARIN İFADE EDİLMESİ

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

Aşağıda belirtilen formül ile klor miktarı yüzdesini hesaplayın :

$$0.03545 \times T \times (V_1 - V_4) \times 100$$

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

T : kullanılan gümüş nitrat solüsyonunun molaritesi

V_4 : boş testin sonucu, ml olarak (5.2).

V_1 : V_{eq} değerinin tayini ilk bulunan değer, ml olarak.(5.4)

M : Test edilen miktarın kütleli ağırlığı, gram olarak.

Tablo 1

Ö R N E K

Gümüş Nitrat Solüsyonunun hacmi V Ml	Potansiyel E MV	∇_1E	∇_2E
4.80	176		
4.90	211		+37
5.00	283		-49
5.10	306		-10
5.20	319		

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

Metot 7. 7. BAKIR TAYİNİ

1. KAPSAM VE UYGULAMA SAHASI

Bu belge yüksek azotlu amonyum nitrat gübrelere bakır tayinini tanımlamaktadır.

2. ANA PRENSİP

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

3. AYIRACLAR

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

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

Bu solüsyon, kullanılacağı zaman hazırlanmalıdır.

4. ALETLER

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

NOT : standart ticari bakır solüsyonları kullanılabilir.

5. İŞLEMLER

5.1. Analiz için bir solüsyonun hazırlanması

Numuneden (en yakın 0.001 grama kadar) 25 gram kadar tartın ve 400 ml'lik bir cam kaba aktarın. Üzerine dikkatle 20 ml hidroklorik asit ilave edin (dikkat : karbondioksitin açığa çıkması nedeniyle hafif şiddetli bir, reaksiyon meydana gelebilir). Gerekliyse 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 içersinde 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. İşaretleli yere kadar 0.5 M hidroklorik asit ile doldurun (3.2) 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 (5.3) 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) yı 0.5 M hidroklorik asit ile seyreltmek suretiyle, spektrofotometrenin optimal ölçüm sahası (0-0.5 mg/L Cu) içerisinde kalacak şekilde en az 5 adet standart solüsyon hazırlayın. İşaretleli yere kadar solüsyonu tamamlamadan önce, her solüsyona amonyum nitrat (3.4) ilave etmek suretiyle, %10 ağırlık/hacim şeklinde bir konsantrasyona ulaşılmasını sağlayın.

5.4. Ölçüm

Okside edici bir hava/asetilen alevi kullanarak spektrofotometrenin (4) dalga boyunu 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 (mikrogram/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, analiz işlemi süresince yapılan seyreltmeleri ve boş solüsyondan elde edilen değerleri göz önüne alarak numunedeki bakır miktarını saptayın.

PATLAMAYA DAYANIM TESTİ

1. KAPSAM VE UYGULAMA SAHASI

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

2. ANA 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.

3. MALZEMELER

3.1. %83-86 pentrit içeren plastik patlayıcı

Yoğunluk: 1.500-1.600 kg/m²

Patlama hızı : 7300-7700 m/s

Ağırlık : 500 (± 1) gram

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

Her bir telin uzunluğu : 400 (± 2) mm

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/m²

Çap: 19-21 mm

Yükseklik 19-23 mm

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

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

Serisi : Nominal boyutları DN 100 (4'')

Dış çapı : 113.1-115.0 mm

Duvar kalınlığı: 5.0-6.5 mm

Uzunluğu: 1005 (± 2) mm

3.5. Alt levha

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

Boyutları: 160 x 160 mm

Kalınlığı : 5-6 mm

3.6. Altı adet kurşun silindir

Çapı : 50 +/-1 mm

Yüksekliği: 100-101 mm

Kurşundan yapılmış materyaller (en az %99.5 saflıkta)

3.7. Çelik kütükler

- Uzunluğu: en az 1000 mm
Geniřlięi : en az 159 mm
Yükseklilięi: en az 150 mm
Aęırlılıęı : en az 300 kg (eęer elik kütükler için destekli bir taban bulunmuyorsa)
- 3.8. Güçlendirilmiş patlayıcı řarj edilmesi için plastik yada mukavvadan imal edilmiş silindirler
Duvar kalınlılıęı: 1.5-2.5 mm
ap: 92-96 mm
Yükseklik: 64-67 mm
- 3.9. Patlatıcı (elektrikli yada elektriksiz), en az 8-10 patlama gücünde.
- 3.10. Tahta disk
apı: 92-96 mm (elik tütün (3.4) iç apına uygun olup yerleşebilmeli)
Kalınlılıęı : 20 mm
- 3.11. Patlatıcı (3.4) ile aynı ap ve boyutlarda olan tahta çubuk.
- 3.12. Toplu ięneler (maksimum uzunlukları 20 mm) ve tabanca zımba teli
- 4. İŐLEM**
- 4.1. elik tütün içersine yerleştirilmek üzere ateşleyicinin hazırlanması.
Elde mevcut donanıma göre patlayıcıyı harekete geçirmek için 2 metod vardır.
- 4.1.1. 7 noktalı simültane ateşleyici
Őekil 9'da gösterildięi gibi ateşleyici hazırlanır.
- 4.1.1.1. Tahta diskin (3.10) merkezine, diskin eksenine paralel gelecek şekilde delikler açın. Delikler 5 mm apında konsantrik bir daire üzerinde simetrik olarak açılmalıdır. Kullanılan ateşleyici telin apı göz önünde tutularak delik yerlerinin apı 6-7 mm (Őekil 11 Bölüm A-B'ye bakınız) olmasına dikkat edilmelidir.
- 4.1.1.2. Bükülebilen ateşleyici telden her biri 400 mm uzunlukta olmak üzere adet kesin (3.2). Uları patlayıcı madde kaybına neden olmayacak şekilde düz olarak kesmeye dikkat edin ve derhal her ucu bir yapıřtırıcı ile kapatın. Tahta diske (3.10) açılan deliklerden hazırlanan bu ateşleyici telleri diskin öbür tarafında uçları birkaç cm dıřarda kalacak şekilde geçirin. Daha sonra her biri 5-6 mm uzaklıkta olmak üzere toplu ięneleri ateşleyici telin sarılı bulunduęu tekstilin ucuna tutturun ve 2 cm geniřlięinde yapıřtırıcı bir bant ile hazırladığınız patlayıcı materyallerini epeevre sarın. Son olarak, tahta diskle temas etmesini saęlamak üzere ateşleyici telin uçlarını alttan çekerek toplu ięnelerin tahta diskle temas etmesini saęlayın.
- 4.1.1.3. Plastik patlayıcı materyali (3.1) 92-96 mm lik bir silindir oluřturacak şekilde ve 3.8 de belirtilen silindire uygun olarak biçimlendirin. Bu silindiri dik olarak yatay bir yüzey üzerine yerleştirin ve biçimlendirmiş olduęunuz patlayıcıyı içersine koyun. Daha sonra silindirin üst kısmına gelecek şekilde 7 adet ateşleyici tel bulunan tahta diski yerleştirip hafife ařaęıya doęru bastırın. Silindirin yükseklięi (64-67 mm) üst ucu dıřarıya tařmayacak şekilde olmalı ve tahtaya düz olarak yerleştirilmelidir. Son olarak silindiri tahtaya tellerle epeevre sarın.
- 4.1.1.4. Tahta çubuęun (3.11) etrafına bu 7 adet eřit uzunluktaki ateşleme tellerini uçlarını toplayarak sarın. Telin uçları tahta çubuęa dikey bir düzlemde duracak şekilde yerleştirilmelidir. Yapıřkanlı bir bant ile hepsini emniyetli bir biçimde epeevre sarın.
- 4.1.2. Sıkıřtırılmış sama taneleriyle patlamanın başlatılması
Ateşlemenin yapılması için hazırlanan patlayıcı ile ilgili őema őekil 12'de gösterilmiştir.
- 4.1.2.1. Sıkıřtırılmış sama tanelerinin hazırlanması
Gerekli emniyet önlemleri olarak 10 gram kadar sekonder patlayıcıyı iç apı 19-21 mm olan bir kalıp içersine yerleştirin ve belirtildięi gibi biçimlendirip hafife bastırın.
Ortalama ap yükseklięi yaklaşık 1.1 olmalıdır.
Kalıbın alt kısmının ortasında 12 mm yükseklikte ve 7.0-7.3 mm apında, kullanılan patlayıcıya göre ayarlı bir mandal bulunmaktadır. Bu mandal patlayıcının kartuř içersinde yerleştirilmesi sırasında őekil verilmesi aısından gerekli olacaktır.
- 4.1.2.2. Güçlendirilmiş ateşleyicinin hazırlanması
Silindirin içersine düz bir düzlem üzerinde dik olarak plastik patlayıcıyı (3.8) yerleştirin ve patlayıcıya silindirik bir biçim verecek şekilde tahta bir çubukla hafife bastırın. Ortasında açılan yuvalara sama tanelerini doldurun ve üzerini içersine patlayıcıyı yerleřtirebilecek kadar ortasında bir delik (7.0-7.3 mm apında) bulunan tahta bir disk ile kapatın. Tahta diski ve silindiri yapıřkan bir bant ile aprazlama sakın. Tahta disk üzerinde açılan deliklerle içersine doldurulan patlayıcının tahta bir çubukla gereęi kadar sıkıřtırılmış olmasına dikkat edin.
- 4.2. Patlama testi için elik tüplerin hazırlanması
elik tütün ucuna (3.4) birbirlerine ters yönde apları 4 mm olan 2 delik açın. Delikler tütün yan duvarına dik durumda olmalı ve kenardan 4 mm'lik bir mesafede bulunmalıdır.
Alt levhadaki saę aıęı tamamıyla kapatacak şekilde alt plakayı tütün dięer ucuna kaynak yapmak suretiyle birleřtirin. Aynı kaynak yapılmış metal ile tütün epeevre sarın.
- 4.3. elik tütün doldurulması ve boşaltılması
(Őekil 11,12 ve 13'e bakınız:)
- 4.3.1. Test numunesi, elik tütün ve ateşleyici řarj 20 °C (± 5)'e tutularak ısıları ayar edilmelidir. İki patlama testinin yapılması için 16-18 kg test numunesi gerekli olacaktır.
- 4.3.2. Tercihen beton olmak üzere düz ve sert bir zemin üzerinde kare bir altlık üzerine tütün dik bir durumda olacak şekilde yerleřtirin. Tütün yükseklięinin 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, numunenin tüm yüzeyini kaplaması açısından daha sonra büyük önem taşıyacaktır.

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. Çelik tüpün ve kurşun kütüklerin pozisyonlarının ayarlanması

4.4.1. Kurşun silindirlerin alt yüzeylerini (3.6) 1'den 6 ya kadar numaralandırın. Yatay duran çelik silindirin 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).

4.4.2. (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 650 mm ötesine uzanabilsin. Tüpün yuvarlanmasını önlemek üzere, kurşun silindirin ayakları ile tüpün duvarı (her biri bir tarafında bulunan) arasına küçük tahta destekler koyun.

Not : Tüpün altı kurşun silindirin hepsiyle temas ettiği için emin olunuz : tüp yüzeyindeki az bir eğiklik tüpü uzunlamasına eksenini etrafında döndürerek giderilebilir : kurşun silindirlerden birisi çok uzunsa (100 mm) bu silindiri istenilen yüksekliğe kadar çekiç ile dikkatlice alçaltınız.

4.5. Patlama için hazır olma

4.5.1. (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.

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

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

4.5.4. Patlatıcıyı ateşleyin.

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.

4.7. Gerekliyse, patlama hızının devamlı olarak ölçülebilmesi için bir prob (sonda) kullanılabilir. Prob boylamasına yada yanlamasına tüp kenarına yerleştirilmiş olmalıdır.

4.8. Her numuneye iki patlama testi uygulanmalıdır.

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 ısısı.
- Çelik tüp içersinde bulunan numunenin kesin yoğunluk değeri (kg/m³)
- Ateşlemeden sonra her iki çelik silindirin yüksekliği, yanında silindir numarası belirtilmiş olarak.
- Ateşleme şarjının görevine başlaması için kullanılan metod.

5.1. Test sonuçlarının değerlendirilmesi

Eğer her patlamada 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.

METOT 8 GENEL HÜKÜMLER

1. Reaktifler

Analiz metotlarında belirtilen aksi hükümler hariç, analiz için kullanılacak olan bütün reaktifler saf olmak zorundadırlar (p.a.) Mikroelement analizleri için

reaktiflerin saflığı boş bir deney ile kontrol edilmelidir. Elde edilen sonuçlara göre, ek bir saflaştırma işlemi gerekli olabilir.

2. Su

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

3. Laboratuvar malzemesi

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

İKİNCİL ELEMENTLER

Metot 8.1

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

1. Amaç

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

2. Uygulama alanı

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

3. Prensipte

Solüsyon sulandırılmış hidroklorik asit içinde kaynatılır.

4. Reaktifleri

4.1. Sulandırılmış hidroklorik asit 1:1

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

5. Aletler

Elektrikli, ayarlanabilir ısı plaka.

6. Numunenin hazırlanması

Kimyevi Gübre Denetim Yönetmeliğinde yer alan EK-3 Metot 1'e bakınız.

7. Metot

7.1. Numunenin alınması

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

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

Numune 600 ml'lik beher içinde konmalıdır.

7.2. Solüsyonun hazırlanması

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

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

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

Süzülen miktar hemen kullanılamayacaksa kabın ağzını kapatınız.

Metot 8.2

DEĞİŞİK ŞEKİLLERDE BULUNAN TOPLAM KÜKÜRTÜN BELİRLENMESİ

1. Amaç

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

2. Uygulama alanı

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

3. Prensi

Alkalın ortamda elementel kükürdün polisülfür ve thiosülfat olarak değiştirilmesi, daha sonra da buradakilerin hidrojen peroksitle bulunabilecek olan olası sülfatların oksidasyonu gerçekleştirilir.

Böylece, baryum sülfat (metot 8.9) çökeltisi ile belirlenen kükürdün değişik şekilleri sülfata dönüşür.

4. Reaktifleri

4.1. Sulandırılmış hidroklorik asit 1:1

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

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

4.3. % 30 hacimli hidrojen peroksit solüsyonu

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

5. Aletler

Elektrikli, ayarlanabilir ısı plaka.

6. Numunenin hazırlanması

Kimyevi Gübre Denetim Yönetmeliğinde yer alan EK III Metot 1'e bakınız.

7. Metot

7.1. Numunenin alınması

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

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

Numuneyi 400 ml bir behere boşaltınız.

7.2. Oksidasyon

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

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

7.3. Analiz edilecek olan numunenin hazırlanması

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

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

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

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

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

Metot 8.3

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

1. Amaç

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

2. Uygulama alanı

Bu metot, Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelikte tarif edilen EC FERTILIZER ibareli ikincil elementli gübrelere suda eriyen haldeki kalsiyum, magnezyum, sodyum ve sülfat halindeki kükürdün bulunmasını tarif eder.

3. Prensi

Elementler kaynar suya konarak solüsyon yapılır.

4. Reaktifleri

Damıtılmış ya da denk kalitedeki demineralize su.

5. Aletler

Elektrikli, ayarlanabilir ısı plaka.

6. Numunenin hazırlanması

Kimyevi Gübre Denetim Yönetmeliğinde yer alan EK III Metot 1'e bakınız.

7. Metot

7.1. Numunenin alınması

a) 1 mg. yanılma payı ile 5 g gübre tartınız : kükürt içermeyen ya da kükürt içeriyorsa kükürt oranı %3'ten fazla (S) (= % 7,5 SO₃) ve %4'ten fazla da kalsiyum (Ca) (= % 5,6 CaO) içermelidir.

b) 1 mg. yanılma payı ile 1 g gübre tartınız : %3'ten fazla kükürt (S) ve %4'ten fazla kalsiyum (Ca) içeren gübre. Numuneyi 600 ml bir behere boşaltınız.

7.2. Solüsyon hazırlama

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

Metot 8.4

DEĞİŞİK HALLERDE BULUNAN SUDA ERİYEN HALDEKİ KÜKÜRDÜN BELİRLENMESİ

1. Amaç

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

2. Uygulama alanı

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

3. Prensi

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

4. Reaktifleri

4.1. sulandırılmış hidroklorik asit 1:1

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

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

4.3. Kütle olarak en az % 30 hidrojen peroksit solüsyon.

5. Aletler

5.1. 500 ml'lik dereceli şişe (Stohmann)

5.2. Dakikada 30/40 devir yapan karıştırıcı

5.3. Elektrikli, ayarlanabilir ısı plaka.

6. Numunenin hazırlanması

Kimyevi Gübre Denetim Yönetmeliğinde yer alan EK III Metot 1'e bakınız. .

7. Metot

7.1. Numunenin alınması

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

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

Numuneyi 500 ml bir behere boşaltınız. (5.1)

7.2. Solüsyon hazırlama

Yaklaşık olarak 400 ml su ilave ediniz. Kapatınız. Yarım saat boyunca karıştırınız (5.2) Hacmi su ile tamamlayınız. Karıştırarak homojenliği sağlayınız.

Kuru bir süzgeç ile kuru bir kaba süzünüz. Eğer solüsyon hemen kullanılmayacaksa şişenin ağzı kapatılmalıdır.

7.3. Analiz edilecek olan bölümün oksidasyonu

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

Metot 8.5

MECBURİ TEMEL KÜKÜRDÜN BELİRLENMESİ VE DOZAJI

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

- CS₂'nin depolanması

- Personelin korunma kıyafetleri
- İş temizliği
- Yangın ve patlamalara karşı önlemler.
- Reaktifin çıkarılması

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

1. Amaç

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

2. Uygulama alanı

Bu metot, Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelikte tarif edilen EC FERTILIZER ibareli ikincil elementli gübrelere suda eriyen halde bulunan toplam kükürdün elementel halde ifade edilmesi öngörülen gübrelere uygulanır,

3. Prensiptir

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

4. Reaktifleri

Karbondan gelen sülfür.

5. Aletler

5.1. 100 ml'lik uygun boğazlı ayrıştırma balonu.

5.2. Uygun filtre kartuşları olan Soxhlet aygıtı.

5.3. Havasız ortamda döner buharlaştırıcı.

5.4. 90 g Cp₂'ye ayarlanmış havalandırılmalı elektrikli etüv.

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

5.6. Elektrikli, ayarlanabilir ısı plaka.

6. Numunenin hazırlanması

Kimyevi Gübre Denetim Yönetmeliğinde yer alan EK-3 Metot 1'e bakınız. .

7. Metot

7.1. Numunenin alınması

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

7.2. Kükürdün belirlenmesi.

Kartuşun içeriği sıcak suya daldırılarak eriyebilen bütün bileşiklerin ayrıştırılması sağlanır. En az bir saat 90 gC'de ayarlı etüvde kurutulur (5.4) Kartuş Soxhlet aygıtının içine sokulur (5.2). Aygıtın balonuna (5.1) birkaç cam inci (top) konduktan sonra dara alınır (Po) ve 50 ml karbon sülfür alınır (4.1).

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

Balon 90 gC (5.4) ayarlı etüvde sabit ağırlığa dek (P₁) kurutulur. Genelde bir saat yeterlidir.

7.3. Ayrıştırılan kükürdün saflığının tespiti

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

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

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

8. Sonuçların ifadesi

Gübrelere elementel kükürt (S) yüzdesi aşağıdaki orana eşittir :

$$\text{Gübrenin } S_{\text{saf olmayan}} (\%) = (P^1 - P_0) \times (100 / m)$$

$$\text{Ayrıştırılan kükürdün saflığı } \% \text{ olarak} = (P_2 - P_3) \times (100 / n)$$

$$\text{Gübrenin } S_{\text{saf}} (\%) = (P_1 - P_0)(P_2 - P_3) \times 100 / m \times n$$

m = Gübrenin demene kütlesi, g cinsinden

P₀ = Soxhlet balonuna konan kütle, g cinsinden

P¹ = Soxhlet balonuna konan kütle ile kurumadan sonra saf olmayan kükürt kütlesi

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

P₂ = Petri kabına konan kütle + 7.3 maddede işleme konan dememe miktarı, g cinsinden.

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

Metot 8.6

OKSALAT ŞEKLİNDE ÇÖKELTİRİLDİKTEN SONRA AYRILAN KALSİYUMUN MANGANİMETRİK DOZAJI

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 Yönetmelikte tarif edilen EC FERTİLİZER ibareli ikincil elementli gübrelere suda eriyen haldeki içerdiği toplam kalsiyum ve/veya suda eriyebilen kalsiyum ifade edilmesi öngörülen gübrelere uygulanır,

3. Prensip

Numune içindeki oksalat şeklindeki kalsiyumun çökeltilmesi. Bunun ayrıştırmasından ve eritilmesinden sonra potasyum permanganat tarafından oksalik asit oranının belirlenmesi.

4. Reaktifleri

4.1. Sulandırılmış hidroklorik asit 1:1

Bir hacim hidroklorik asit (1,18 yoğunluk) ve bir hacim su.

4.2. Sulandırılmış sülfürik asit 1:10.

Bir hacim sülfürik asit (1,84 yoğunluk) 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 $[(\text{NH}_4)_2 \text{C}_2\text{O}_4, \text{H}_2\text{O}]$

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

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

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

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

4.9. 0,02 M potasyum permanganat tarafından titre edilmiş solüsyon.

5. Aletler

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

5.2. Benmari (su içinde kaynatma)

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 değiştirmesi 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 oranının saptanması

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 gC dereceye kadar ısıtınız ve pembe renk bir dakika sürene dek permanganat solüsyonu (4.9) ile damla damla titre ediniz. Bu hacim n olsun.

9. Sonuçların ifade edilmesi

Gübrenin kalsiyum (Ca) içeriği eşittir :

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

n = kullanılan permanganat sayısı, ml cinsinden

m = numune miktarı, gr cinsinden

V_2 = bölüm 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, içerdiği toplam magnezyum ve/veya suda eriyebilen magnezyumun ifadesi öngörülen, 8.1 ve 8.3 metodu ile ayrıştırılan Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmeliğin Ek I. Bölüm D'de ifade edilen EC FERTİLİZER gübrelere uygulanır; 8.8 metodunun uygulandığı, ikincil elementli : 4., 5., ve 7. sırada yer alan gübrelere uygulanmaz. Bu metot, magnezyumun kompleksometrik açıklanmasında birbirine geçme riski taşıyan bir miktar element içeren bütün gübre numunelerine uygulanır.

3. Prensip

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

4. Reaktifleri

4.1. Sulandırılmış hidroklorik asit 1 M

4.2. Sulandırılmış hidroklorik asit 0,5 M

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

4.3.1. 1,013 g magnezyum sülfatı ($MgSO_4, 7H_2O$) 0,5 M (4.2) hidroklorik asit içinde eritiniz ve aynı asit ile 100 ml'ye kadar tamamlayınız.

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.

4.3.3. ikinci alternatif : ticari şahit solüsyon

şahit olan bu solüsyonların kontrolü laboratuvarlar tarafından yapılmalıdır.

4.4. Stronyum klorür solüsyonu

sulandırılmış hidroklorik asit (4.2) solüsyonu içinde 75 g stronyum klorürü ($SrCl_2, 6H_2O$) 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. Analiz edilecek olan numunenin hazırlanması

8.1 ve 8.3 metotlarına bakınız.

7. Metot

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

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

7.3. Bu solüsyonu, spektrofotometrenin (5.1) en uygun çalışma aralığında bulunan bir konsantrasyon elde edene kadar hidroklorik asit solüsyonu 0,5 M (4.2) ile sulandırınız (7.2). V_2 , 100 ml içindeki örneğin hacmi. Sulandırma faktörü $D_2=100/V_2$. Son solüsyon V/V % 10 stronyum klorür solüsyonunu (4.4) içermelidir.

7.4. Boş solüsyonunun hazırlanması

Sadece gübre numunesinin alım safhası atlayarak, ayrıştırmadan sonraki bütün aşamaları (8.1 veya 8.3 sayılı ayrıştırma metotları) gerçekleştirmek için boş bir solüsyon hazırlayınız.

7.5. şahit eğrisi için solüsyonların hazırlanması

Şahit solüsyon (4.3) 0,5 M hidroklorik asit ile sulandırarak, aletin (5.1) en uygun ölçme bölgesine göre ayarlanan ve artan konsantrasyondaki en az beş şahit solüsyon hazırlayınız. Bu solüsyonlar V/V % 10 stronyum klorür solüsyonunu (4.4) içermelidir.

7.6. Ölçü

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

8. Sonuçların ifadesi

Boş numuneyi de göz önünde bulundurarak ve şahit solüsyonlarından yola çıkarak numunenin magnezyum (Mg) ya da magnezyum oksit (MgO) miktarını hesaplayınız. Gübrenin yüzdesine göre magnezyum (Mg) içeriği aşağıdaki değerlere eşittir :

$$Mg (\%) = (X_s - X_b) D_1 (200/10) D_2 500.100$$

$$Mg (\%) = (X_s - X_b) D_1 (200/10) D_2 500.100 / 1 000.1 000 M$$

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

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

$D_1 = 7.1$ 'deki sulandırma gerçekleştirildikten sonra sulandırma faktörü.
25 ml şahit alınırsa 4'e eşittir.
Eğer bu sulandırma yapılmazsa 1'e eşittir.
 $D_2 = 7.3$ 'teki sulandırma faktörü
M = ayrıştırılmadan sonra numune parçasının gr cinsinden kütlesi.
 $MgO (\%) = Mg (\%)/0,6$

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 ve/veya suda eriyebilen magnezyumun ifadesi öngörülen ve aşağıda sıralan EC FERTİLİZER gübre numunelerine uygulanır :

- 76/116/EC direktifi Ek-1 Bölüm A (1b) azotlu gübreler (kalsiyum ve magnezyum nitratı), 7 (magnezyum sülfonitrat), 8. sırada yer alan magnezyum amonyum nitrat, Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmeliğin Ek I. Bölüm A III'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. Bölüm D'de sıralanan gübreler.

3. Prensiptir

8.1 ve/veya 8.3 metotlarının biri tarafından yapılan magnezyum solüsyonu. Siyah T erikrome 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 şahit magnezyum solüsyonu

4.1.1 1,232 g magnezyum sülfatı ($MgSO_4 \cdot 7H_2O$), 0,5 M (4.11) hidroklorik asit solüsyonunda eritiniz ve 100 ml'ye kadar yine bu asitle tamamlayınız.

4.1.2. Alternatif : 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 solüsyonun oranı laboratuvar tarafından kontrol edilmelidir.

4.2. 0,05 M EDTA solüsyonu

Etilendiaminotetrasetik ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$) asidinin di hidratlı di oksitli tuzundan 18,61 g tartınız ve 1000 ml'lik bir behere boşaltınız ve 600 ile 800 ml su içinde sulandırınız. Solüsyon hacmini 1 000 ml'lik dereceli bir şişeye aktarınız. Hacmi tamamlayınız ve karıştırınız. Bu solüsyonu (4.1) solüsyonu yardımı ile kontrol ediniz ve sonuncusundan 20 ml ayırarak (7.2)'de belirtilen analitik yöntem ile derecesini saptayınız. 1 ml EDTA solüsyonu 1,216 mg Mg (= 2,016 mg MgO)'na ve 2,004 mg Ca (= 2,804 mg CaO)'na uymak zorundadır. (10.1 ve 10.6'yı görünüz)

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. 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'mı kullanınız. Gösterge yeşilden turuncu renge döner. Yeşil yansımalarından yoksun bir turuncu elde edilene kadar işleme devam etmek gerekir.

4.5. Kalkonekarbonik asit göstergesi

0,40 g 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 erikrom göstergesi

25 ml propanol 1 ve 15 ml trietanolamin karışımı içinde 0,30 g siyah T erikrom 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 (=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 şahit solüsyondan (a) 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

8.1 ve 8.3 metotlarına bakınız.

8. Dozaj

8.1. Ayrılacak olan numune miktarları

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 (7.1) alınır 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. Tampon (4.9) solüsyondan 5 ml ekleyiniz. PH metre yardımıyla ölçülen pH 10,5 ± 0,1 olmak zorundadır. Potasyum siyanür (4.7) solüsyonundan 2 ml ve siyah eriokrom göstergesinden 3 damla (4.6) ekleyiniz. Karıştırıcı (5.1) yardımıyla orta hızda karıştırarak EDTA solüsyonu ile titre ediniz (10.2, 10.3 ve 10.4'e bakınız). 0,05 M EDTA solüsyonu ml cinsinden "b" olsun.

8.3. kalselin veya kalkonekarbonik asit mevcut iken titrasyon

Pipete, yukarıda anlatılan titrasyon işleminde kullanılan solüsyona eşit miktarda analizi yapılacak olan solüsyondan bir miktar numune alınır 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-KCH (4.8) 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 altına giren EC FERTILIZER gübreleri için (500 ml ayrıştırılan madde içinde 5 g gübre) gübre içeriği eşittir :

Gübre içinde MgO (%) : (b-a) x T / M

Gübre içinde Mg (%) : (b-a) x T¹ / M

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

b = siyah T eriokrom mevcut iken yapılan titrasyon işleminde kullanılan 0,05 M EDTA ml sayısı.

M = seçilen numunenin gram olarak ifade edilmesi.

T = 0,2016 x 0,05/EDTA (4.2 bakınız) solüsyonunun molaritesi

T¹ = 0,1216 x 0,05/EDTA (4.2 bakınız) solüsyonunun molaritesi

10. Not

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 kullanılmalıdır.

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

10.4 İndikatörün eğimi yüksekten aşağı doğru değil de yatay olarak solüsyonun arasından gözlemlenmek 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 şahit 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 denkleğini kontrol çalışmalarını basitleştirebilir.

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

Metot 8.9 **SÜLFAT MİKTARININ TAYİNİ**

1. Amaç

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

2. Uygulama alanı

Bu metot, 8.1, 8.2, 8.3 ve 8.4 metotlarına göre sülfat içeren gübre numunelerinde sülfat miktarının bulunmasında uygulanır.

3. Prensipl

Baryum sülfat şeklinde bulunan çöktürülmüş sülfatların gravimetrik olarak tespiti.

4. Reaktifleri

4.1. Sulandırılmış hidroklorik asit 1:1

bir hacim hidroklorik asit (1,18 yoğunluklu) ve bir hacim su.

4.2. 122 g/l'ye sulu baryum klorür BaCl₂, 2H₂O solüsyonu

4.3. 5 g/l'ye sulu gümüş nitrati solüsyonu

5. Aletler

5.1 Yakmak için porselen kapsül

5.2 Benmari

5.3 105 °C ± 1°C'ye ayarlı kuru etüv

5.4 Oksidan atmosferli 800 °C ± 50°C'ye ayarlı elektrikli fırın

6. Metot

6.1 solüsyonun hazırlanması

20 ile 100 mg S ya da 50 ile 250 mg SO₃ içeren ve 2. maddede belirtilen solüsyonların birisinden pipet yardımı ile bir miktar alınız.

Uygun kapasiteli bir behere boşaltınız. 20 ml (4.1) sulandırılmış hidroklorik asit ilave ediniz. 300 ml'ye dek su ile tamamlayınız.

6.2 Çöktürünün elde edilmesi

Solüsyonu kaynatınız. Beherdeki solüsyon içeriğini hızlı karıştırarak damla damla yaklaşık olarak 20 ml baryum klorür (4.2) solüsyonu ekleyiniz. Birkaç dakika kaynatınız. Beherin ağzı bir cam kapakla kapalıyken benmaride (5.2) bir saat kaynatınız. Sonra, üstteki likör duru olana kadar sıcakta dinlenmeye bırakınız (yaklaşık olarak 60 °C). Benmariden çıkarınız ve soğumaya bırakınız. Duru olan solüsyonu külsüz yavaşça filtreden geçiriniz. Çöktürüyü yeterince sıcak su yardımıyla birkaç kez yıkayınız. Çöktürünün filtre üzerinde yıkanarak klorürlerin uzaklaştırılmasına kadar devam ediniz. Gümüş nitrat solüsyonu yardımıyla kontrol ediniz (4.3).

6.3 çöktürünün yakılması ve tartılması

Daha önceden 0,1 mg hata payı ile tartılan çöktürü içeren filtreyi bir porselen kapsül (5.1) içine koyunuz. Etüvde kurutunuz (5.3) ve yaklaşık 800°C'de (5.4)bu işleme yarım saat kadar devam ediniz. Kurutucunun içinde soğumaya bırakınız ve 0,1 mg hata payı ile ölçünüz.

7. Sonuçların ifade edilmesi

1 mg baryum sülfat 0,137 mg S'e 0,343 mg SO₃'e denktir.

Gübrenin kükürt %'desi eşittir :

$$S (\%) = W \times 0,0137 \times [V_1 / (V_2 \times m)]$$

$$SO_3 (\%) = S(\%) \times 2,5$$

W = mg cinsinden baryum sülfatı çöktürüsünün ağırlığı

V₁ = ml cinsinden ayrıştırma solüsyonunun hacmi

V₂ = ml cinsinden işlem bölümünün hacmi

m = numunenin gram cinsinden kütlesi

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, Bölüm D'de sodyumun ifadesi öngörülen EC FERTILIZER ibareli gübrelere uygulanır;

3. Prensiptir

8.1 ve/veya 8.3 metotlarında belirtilen yöntemler ile ayrıştırılan numunelerin uygun şekilde sulandırılmasından sonra, solüsyonun sodyum miktarının saptanması için alev yayan spektrofotometre yöntemi ile yapılır.

4. Reaktifleri

4.1. Sulandırılmış hidroklorik asit 1:1

Bir hacim hidroklorik asit (1,18 yoğunluklu) ve bir hacim su.

4.2. Alüminyum nitratı, Al (NO₃)₃, 9H₂O

4.3. Sesyum klorür, CsCl

4.4. Susuz sodyum klorür, NaCl

4.5. Alüminyum nitrat ve sesyum klorür solüsyonu

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. Ters düz ederek karıştırınız.

4.6. 1 mg/ml Na içeren şahit 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. Ters düz ederek karıştırınız.

5. Aletler

589,3 nm açıyla alev donanımına sahip spektrofotometre.

6. Metot

6.1 Solüsyonun hazırlanması

Şahit solüsyonun 10 ml'sini (4.6) 250 ml'lik dereceli bir şişeye aktarınız. Şişe ölçüsüne dek su ile tamamlayınız. Ters düz ederek karıştırınız.

Solüsyonun konsantresi : 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. Ters düz ederek karıştırınız.

Solüsyonların konsantresi : 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 (500 ml içinde 5 g gübre), öngörülebilir sodyum içeriğine göre, aşağıdaki tabloya göre sulandırma işlemlerini gerçekleştiriniz :

Na₂O (%) Na (%)

Ara solüsyon

Nihai solüsyon

Numune (ml) (V₁)

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.

Gübrelere 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 = ayırıştırma solüsyonun hacmi ml cinsinden

V₂ = Ara sulandırma işleminde kullanılan bölümünün hacmi ml cinsinden ifade edilen

V₃ = Nihai sulandırma (100 ml içinde) için kullanılan miktarı, ml cinsinden

m = Numunenin gram cinsinden kütlesi

Metot 9 **MİKRO ELEMENTLER**

Metot 9.1

TOPLAM MİKRO ELEMENTLERİN BELİRLENMESİ

1. Amaç

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

2. Uygulama alanı

Bu metot, 27.03.2002 tarih ve 24708 Sayılı Resmi Gazete’de yayımlanan 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, mangan, molibden ve çinko. Beyan edilen miktarı % 10’a eşit ya da daha az 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 mangan oksitleri için ayırıştırılan miktarlar, ürün 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. Reaktifleri

4.1 Sulandırılmış hidroklorik asit, yaklaşık olarak 6 M

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

4.2 Konsantre amonyak (NH₄OH, yoğunluğu =0,9)

5. Aletler

Elektrikli, ayarlanabilir ısı plaka.

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

6. Numunenin hazırlanması

25.04.2002 tarih ve 24736 Sayılı Resmi Gazete’de yayımlanan Kimyevi Gübre Denetim Yönetmeliği 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	≥ 5-10
Numunenin ağırlığı (g)	10	5	2
Numunedeki element	1	0,5-250	100-200

ağırlığı (mg)			
Ekstraktın hacmi V (ml)	250	500	500
Ekstrakttaki elementlerin muhtevası (mg/l)	4	1-500	200-400

Numuneyi 250 ya da 500 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. Isıtıcı plaka 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 konsantrasyon 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 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 9.2 SUDA ERİYEN MİKRO ELEMENTLERİN BELİRLENMESİ

1. Amaç

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

2. Uygulama alanı

Bu metot, Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelikte verilen ve aşağıda sıralanan bir ya da birden fazla mikro elementi içeren EC 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. Prensipl

Elementler, 20±2°C'deki sıcaklıktaki su içinde çalkalanan gübrelere ayrıştırılır.

Not. Numune ampiriktir ve az ya da çok tam olabilir.

4. Reaktifleri

4.1 Sulandırılmış hidroklorik asit, yaklaşık olarak 6 M

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

5. Aletler

5.1 Dakikada 35-40 dönüşe ayarlı döner çalkalama aleti

5.2 pH-metre

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

6. Numunenin hazırlanması

25.04.2002 tarih ve 24736 Sayılı Resmi Gazete'de yayımlanan Kimyevi Gübre Denetim Yönetmeliği 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.

Gübrein 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 şişe için 200 ml, 500 ml'lik bir şişe için 400 ml su ekleyiniz.

Dikkatlice kapatınız. Elle kuvvetlice sallayınız ki ürün iyice karışsın. Şişeyi karıştırıcının (5.1) üzerine koyunuz. Aleti 30 dakika süresince çalıştırınız. Hacmi su ile tamamlayınız. Karıştırınız.

7.3 Solüsyonun tayin için 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 işlemi durdurunuz. Karıştırınız.

Bu şartlarda, sonuçların ifade edilmesinde görülen V değeri :

$$V=V_e \times W / (W_5)$$

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

8. Tayin

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

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

Metot 9.3

GÜBRE NUMUNELERİNİN İÇİNDEN ORGANİK BİLEŞİKLERİN UZAKLAŞTIRILMASI

1. Amaç

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

2. Uygulama alanı

Bu metot, 27.03.2002 tarih ve 24708 Sayılı Resmi Gazete'de yayımlanan Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmeliği 4. Bölüm, İz elementli Gübrelerde öngörüldüğü şekilde toplam ve/veya suda eriyen elementi beyan edilen ve bu Yönetmeliğin 9.1 ve 9.2 metotları ile elde edilen numunelerinin ayrıştırılmalarında kullanılır.

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

3. Prensiptir

Numunenin içinde mevcut olan organik bileşiklerin hidrojen peroksit tarafından oksitlenir.

4. Reaktifleri

4.1 Sulandırılmış hidroklorik asit, yaklaşık olarak 6 M

Bir hacim hidroklorik asit (HCl, yoğunluğu =1,18) ve 20 hacim su karıştırınız.

4.2 Hidrojen peroksit solüsyonu (% 30 H₂O₂, yoğunluğu : 1,11); mikro elementler hariç

5. Aletler

Ayarlanabilir ısıklı elektrikli plaka.

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 ABSORBSİYON SPEKTROFOTOMETRİ YÖNTEMİ İLE GÜBRE

NUMUNELERİNDEKİ MİKRO ELEMENTLERİN TAYİNİ

(GENEL İŞLEM MODU)

1. Amaç

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

2. Uygulama alanı

Bu metot, Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelikte öngörüldüğü şekilde toplam ve/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 absorbsiyon yöntemi ile çalışan spektrofotometri tanımlamalarını etkilemez.

3. Prensiptir

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. Reaktifleri

4.1 Sulandırılmış hidroklorik asit, yaklaşık olarak 6 M

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

4.2 Sulandırılmış hidroklorik asit, yaklaşık 0,5 M

Bir hacim hidroklorik asit (HCl, yoğunluğu =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 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 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 ve 1 litreye kadar su ile tamamlayınız. Karıştırınız. Bu solüsyon yaklaşık olarak 0,5 M hidroklorik asittir.

4.4 Şahit solüsyonlar

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

5. Aletler

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

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

6. Numunenin hazırlanması

6.1 Tayini yapılacak elementleri solüsyona koyunuz

9.1 ve/veya 9.2 ya da 9.3 metotlarına bakınız.

6.2 Numune solüsyonunun hazırlanması

9.1, 9.2 ya da 9.3 metotlarına göre hazırlanan örnekten bir parçayı su ve/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 denemenin hazırlanması

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

7.2 Şahit solüsyonlarının hazırlanması

Her mikro element için tarif edilen metoda göre 100 ml dereceli şişede hazırlanan çalışma numunesinden yola çıkarak, aletin optimum dozaj çalışma bölgesine uygun olan en az 5 yükselme eğiliminde şahit konsantrasyon solüsyonu alınır. Aksi taktirde deneme için sulandırılmış (6.2) olan solüsyona mümkün olduğu kadar yakın konsantrasyonda hidroklorik asit ile sulandırınız. Kobalt, demir, 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 apiste 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 :

$$\text{Gübre \% E} = [(Xs \text{ Xb}) \times V \times D] / (M \times 104)$$

Eğer kullanılan metot (9.3) ise :

$$\text{Gübre \% E} = [(Xs \text{ Xb}) \times V \times 2D] / (M \times 104)$$

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 :

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

Metot 9.5

GÜBRE NUMUNELERİNDEN BOR TAYİNİ AZOMETİNE-H SPEKTROFOTOMETRELİ METOT

1. Amaç

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

2. Uygulama alanı

Bu metot, Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelikte öngörüldüğü şekilde toplam ve/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. Reaktifleri

4.1 EDTA tampon solüsyonu

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

75g amonyum asetat (NH₄OOCCH₃)

10 g tetrasetik diamine etilen asidi disosik tuzu (Na₂EDTA)
40 g asetik asit (CH₃COOH, Yoğunluğu : 1,05)

500 ml'ye su ile tamamlayınız. Dikkatlice karıştırınız. Kabin elektrodu tarafından kontrol edilen solüsyonun pH'sı 4,8 ± 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 (C₁₇H₁₂NNaO₈S₂)
2 g askorbik asit (C₆H₈O₆)

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

4.3 Bor şahit solüsyonu

4.3.1 100 mg/ml ana bor solüsyonu

1 000 ml dereceli bir şişeye, su ile 0,5719 g borik asit (H₃Bo₃) 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 ml'de 10 mg bor olan çalışma şahit solüsyonu

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 10nm optik kapla donatılmış moleküler absorpsiyon için spektrofotometre.

6. Numunenin hazırlanması

6.1 Borun solüsyon haline getirilmesi. 9.1 ve/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 bir kontrol (boş) analizi yapınız.

7.2 Şahit solüsyonlarının hazırlanması

100 ml dereceli bir sıra şişelere, 0,5, 10, 15, 20 ve 25 ml şahit çalışma solüsyonundan (4.3.2) koyunuz. 100 ml'ye su ile tamamlayınız ve karıştırınız. Bu solüsyonlar 0 ile 2,5 mg/ml bor içerir.

7.3 Renk gelişmesi

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 azometine-H solüsyonundan ekleyiniz. Karıştırınız ve rengin 2,5 ile 3 saat arasında karanlık ortamda gelişmesine izin veriniz.

7.4 Ölçümler

Solüsyonların absorpsiyonunu (7.3) ve belki düzeltme solüsyonunun absorpsiyonunu (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 absiste kullanarak bir şahit eğrisi hazırlayınız ve spektrofotometre tarafından verilen uygun absorpsiyon (7.4) değerlerini sıralayınız.

Şahit eğrisinden yola çıkarak, boş denemenin (7.1) bor (B) konsantrasyonunu, deneme solüsyonunun (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) absorpsiyon değerinden düzeltme solüsyonunun (6.3) absorpsiyon 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 :

$$\% B = [(Xs - Xb) \times V \times D] / M \times 104$$

Eğer kullanılan metot (9.3) ise :

$$\% B = [(Xs - Xb) \times V \times 2D] / (M \times 104)$$

Burada

B gübredeki bor tayin miktarı

Xs ; mg/ml olarak ifade edilen deneme solüsyonu (6.2) ya da düzeltme numunesi solüsyonu 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) 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 9.6

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 ve/veya suda eriyen (kobalt) elementi beyan edilen ve bu Yönetmeliğin 9.1 ve 9.2 metotları ile elde edilen gübre numunelerinin analizlerinde kullanılır.

3. Prensip

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

4. Reaktifleri

4.1 yaklaşık 6 M hidroklorik asit solüsyonu

9.4 madde 4.1'e bakınız

4.2 yaklaşık 0,5 M hidroklorik asit solüsyonu

9.4 madde 4.2'e bakınız

4.3 litrede 10 g Lalantan tuzu solüsyonu

9.4 madde 4.3'e bakınız

4.4 kobalt şahit solüsyonu

4.4.1. 1000 mg/ml kobalt ana solüsyonu

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 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 kobalt çalışma solüsyonu

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

9.4 metot, 5'inci maddede belirtilen atomik absorbsiyon spektrofotometre. Alet kobalta özgü (240,7 nm) iz kaynakları ile donatılmış olmalı. Alet, alev düzelticisi ile de donatılmış olmalıdır.

6. Numunenin hazırlanması

6.1 kobaltın solüsyon haline getirilmesi

9.1 ve/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 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 solüsyonlarının hazırlanması

9.4 metot, 7.2 maddeye 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

9.4 metodunun 7.3 maddesine bakınız. 240,7 nm dalga uzunluğunda ölçüm yapmak için spektrofotometriyi (5) hazırlayınız.

8. Sonuçların ifade edilmesi

9.4 metot, 8 maddeye bakınız.

Gübredeki kobalt yüzdesi eşittir :

$$Co \% = [(Xs Xb) \times V \times D] / M \times 104$$

Eğer kullanılan metot (9.3) ise :

$$Co \% = [(Xs Xb) \times V \times 2D] / (M \times 104)$$

Burada

Co gübrede yüzde olarak ifade edilen miktar

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 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) ard arda gelen birer parça ise ve (V₁) (V₂) (V₃) (V_i) ve (100) söz konusu sulandırmalara uyan hacimler ise, D sulandırma faktörü eşittir :

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

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 Yönetmelikte e öngörüldüğü şekilde toplam (bakır) ve/veya suda eriyen (bakır) 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, bakır atomik absorbsiyon spektrofotometri ile tayin edilir.

4. Reaktifleri

4.1 Yaklaşık 6 M hidroklorik asit solüsyonu

9.4 madde 4.1'e bakınız

4.2 Yaklaşık 0,5 M hidroklorik asit solüsyonu

9.4 madde 4.2'e bakınız

4.3 Hidrojen peroksit solüsyonu (H₂O₂, yoğunluğu : 1,11) % 30, 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 eritiniz ve buraya 5 ml hidrojen peroksit (4.3) ekleyiniz. Tamamen eriyene dek ısıtıcılı 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 Ve/veya 9.2 ya da 9.3 metotlarına bakınız.

6.2 Numune solüsyonunun hazırlanması

9.4 Metodunun 6.2 maddesine bakınız.

7. Metot

7.1 Boş denemenin hazırlanması

9.4 metodunun 7.1 maddesine bakınız.

7.2 Şahit solüsyon hazırlaması

9.4 metot, 7.2 maddeye bakınız.

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

7.3 Ölçümler

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

8. Sonuçların ifade edilmesi

9.4 metot, 8 maddeye bakınız.

Gübredeki bakır yüzdesi eşittir :

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

Eğer kullanılan metot (9.3) ise :

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

Burada

Cu ; gübrede yüzde olarak ifade edilen bakır 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 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) ard arda gelen birer parça ise ve (V₁) (V₂) (V₃) (V_i) ve (100) söz konusu sulandırmalara uyan hacimler ise, D sulandırma faktörü eşittir :

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

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 Yönetmelikte öngörüldüğü şekilde toplam (demir) ve/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 absorbsiyon spektrofotometri ile tayin edilir.

4. Reaktifleri

4.1 Yaklaşık 6 M hidroklorik asit solüsyonu

9.4 Madde 4.1'e bakınız

4.2 Yaklaşık 0,5 M hidroklorik asit solüsyonu

9.4 Madde 4.2'e bakınız

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

4.4 Litrede 10 g La, lantan tuzu solüsyonu

9.4 Madde 4.3'e bakınız

4.5 Demir şahit solüsyonu

4.5.1. 1000 mg/ml demir ana solüsyonu

500 ml'lik bir beher içine 0,1 mg yanılma payı ile tartılan 1 g saf demiri 200 ml 6 M hidroklorik asit (4.1) içinde eritiniz ve buraya 15 ml hidrojen peroksidi (4.3) ekleyiniz. Tamamen eriyene dek 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 absorbsiyon spektrofotometre. Alet, demire özgü (248,3 nm) iz kaynakları ile donatılmış olmalı.

6. Numunenin hazırlanması

- 6.1 Demirin solüsyon haline getirilmesi
9.1 ve/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 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 eşittir :

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

Eğer kullanılan metot (9.3) ise :

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

Burada

Fe ; gübrede yüzde olarak ifade edilen demir miktarı

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

X_b ; 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) ard arda gelen birer parça ise ve (V₁) (V₂) (V₃) (V_i) ve (100) söz konusu sulandırmalara uyan hacimler ise, D sulandırma faktörü eşittir :

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

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 Yönetmelikte öngörüldüğü şekilde toplam (mangan) ve/veya suda eriyen (mangan) 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, mangan atomik absorbsiyon spektrofotometri ile tayin edilir.

4. Reaktifleri

4.1 yaklaşık 6 M hidroklorik asit solüsyonu

9.4 madde 4.1'e bakınız

4.2 yaklaşık 0,5 M hidroklorik asit solüsyonu

9.4 madde 4.2'e bakınız

4.3 litreye 10 g La, lantan tuzu solüsyonu

9.4 madde 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 manganin solüsyon haline getirilmesi

9.1 ve/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 hazırlanması

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 :

$$Mn \% = [(Xs \cdot Xb) \cdot V \cdot D] / M \cdot 104$$

Eğer kullanılan metot (9.3) ise :

$$Mn \% = [(Xs \cdot Xb) \cdot V \cdot 2D] / (M \cdot 104)$$

Burada

Mn ; gübrede yüzde olarak ifade edilen mangan 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 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) ard arda gelen birer parça ise ve (V₁) (V₂) (V₃) (V_i) ve (100) söz konusu sulandırmalara uyan hacimler ise, D sulandırma faktörü eşittir :

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

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) ve/veya suda eriyen (molibden) elementi beyan edilen ve bu Yönetmeliğin 9.1 ve 9.2 metotları ile elde edilen gübre numunelerinin ayrıştırılmalarında kullanılır.

3. Prensip

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

4. Reaktifleri

4.1 yaklaşık 6 M hidroklorik asit solüsyonu

9.4 madde 4.1'e bakınız

4.2 1,5 M hidroklorik ortamda 70 mg/l bakır solüsyonu

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

4.3 50g/l askorbik asit solüsyonu

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

4.4 n-butil asetatı

4.4 0,2 M thiosianat amonyum solüsyonu

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

4.6 2 M hidroklorik ortamda 50 g/l etain (II) klorür solüsyonu

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

100 ml solüsyon hazırlamak için 5 g etain (II) 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 mg/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 mg/ml molibden çalışma solüsyonu

100 ml dereceli bir şişeye 0 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 absorpsiyon spektrofotometre 470 nm'ye ayarlı olup optik parkur boyunca 20 nm kaplarla donatılmıştır.

5.2 200 ya da 250 ml'lik çöktürme ampulü

6. Numunenin hazırlanması

6.1 Molibden solüsyonunun hazırlanması

9.1 ve/veya 9.2 ya da 9.3 metotlarına bakınız.

6.2 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 denemenin 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 gelişmesi ve ayrılması

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

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

7.4 Ölçümler

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

8. Sonuçların ifade edilmesi

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

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

Gübredeki molibden yüzdesi eşittir :

$$Mo \% = [(Xs \cdot Xb) \cdot V/a \cdot D] / (M \cdot 104)$$

Eğer kullanılan metot (9.3) ise :

$$Mo \% = [(Xs \cdot Xb) \cdot V/a \cdot 2D] / (M \cdot 104)$$

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 :

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

Metot 9.11

ATOMİK ABSORBSİYON SPEKTROFOTOMETRİ YÖNTEMİ İLE GÜBRE NUMUNELERİNDEKİ ÇİNKO TAYİNİ

1. Amaç

Bu metot, gübre numunelerinin içindeki çinkonun atomik absorpsiyon spektrofotometri yöntemi ile tayinidir.

2. Uygulama alanı

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

3. Prensip

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

4. Reaktifleri

4.1 yaklaşık 6 M hidroklorik asit solüsyonu

9.4 madde 4.1'e bakınız

4.2 yaklaşık 0,5 M hidroklorik asit solüsyonu

9.4 madde 4.2'e bakınız

4.3 litrede 10 g La, lantan tuzu solüsyonu

9.4 madde 4.3'e bakınız

4.4 çinko şahit solüsyonu

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

9.4 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

9.1 ve/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 hazırlanması

9.4 metot, 7.2 maddeye bakınız.

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

Bu solüsyonlar 0, 0,5 , 1, 2, 3, 4 ve 5 mg/ml çinko içerir.

7.3 Ölçümler

9.4 metodunun 7.3 maddesine bakınız. 213,8 nm dalga uzunluğunda ölçüm yapmak için spektrofotometreyi (5) hazırlayınız.

8. Sonuçların ifade edilmesi

9.4 metot, 8 maddeye bakınız.

Gübredeki çinko yüzdesi eşittir :

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

Eğer kullanılan metot (9.3) ise :

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

Burada

Zn ; gübrede yüzde olarak ifade edilen çinko miktarı

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

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

V ; ml olarak ifade edilen ve 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) ard arda gelen birer parça ise ve (V₁), (V₂), (V₃), (V_i) ve (100) söz konusu sulandırmalara uyan hacimler ise, D sulandırma faktörü eşittir :

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

Metot 10

MİKTARI % 10'DAN FAZLA OLAN MİKRO ELEMENTLER

Metot 10.1

TOPLAM MİKRO ELEMENTLERİN BELİRLENMESİ

2. 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, 27.03.2002 tarih ve 24708 Sayılı Resmi Gazete’de yayımlanan 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. Prensiptir

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. Reaktifleri

4.2 Sulandırılmış hidroklorik asit, yaklaşık olarak 6 M

Bir hacim hidroklorik asit ($\bar{n}=1,18$) ve bir hacim su

4.2 konsantre amonyak (NH_4OH , $\bar{n}=0,9\text{g/ml}$)

5. Aletler

5.1 Elektrikli, ayarlanabilir ısı plaka.

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.

9. Numunenin hazırlanması

25.04.2002 tarih ve 24736 Sayılı Resmi Gazete’de yayımlanan Kimyevi Gübre Denetim Yönetmeliği Metot 1’e bakınız.

10. Metot

7.3 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 (%)	<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

Numuneler 250 ml’lik şişelere aktarınız.

7.4 Solüsyonun hazırlanması

Eğer gerekli ise numuneyi biraz su ile nemlendiriniz, azar azar ve dikkatlice işleme konan her bir gübre gramı için 10 ml olarak bir hacim sulandırılmış hidroklorik asit (4.1) ekleyiniz daha sonra 50 ml su katınız. Beheri göstergeli bir kapak ile kapatınız ve karıştırınız. Isıtıcı plaka üzerinde kaynatınız ve kaynatmaya 30 dakika devam ediniz, zaman zaman karıştırarak soğumaya bırakınız. İçeriği 500 ml dereceli bir şişeye aktarınız. Hacmi su ile tamamlayınız. Karıştırınız. Kuru bir filtre ile kuru bir kaba süzünüz. Filtre edilen ilk bölümü dökünüz. Ayrıştırılan bölüm tamamen şeffaf olmalıdır. Şeffaf olan numune üzerinden vakit kaybetmeden tayine geçilmesi uygundur. Aksi taktirde kabı kapatınız.

Açıklama : bor tenörünün tespit edilmesi gereken numunelerin pH’sının konsantre amonyak (4.2) ile 4 ile 6 arasındaki bir pH’ya getirilmeleri gerekir.

11. 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

2. Amaç

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

2. Uygulama alanı

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

3. Prensip

Elementler, 20±2°C'deki sıcaklıktaki su içinde çalkalanan gübrelere ayrıştırılır.

Not. Numune ampiriktir ve az ya da çok tam olabilir.

4. Reaktifleri

4.1 Sulandırılmış hidroklorik asit, yaklaşık olarak 6 M

Bir hacim hidroklorik asit (HCl, $n = 1,18$ g/ml) ve bir hacim su

5. Aletler

5.1 Dakikada 35-40 dönüşe ayarlı döner çalkalama aleti

5.2 PH-metre

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

9. Numunenin hazırlanması

25.04.2002 tarih ve 24736 Sayılı Resmi Gazete'de yayımlanan Kimyevi Gübre Denetim Yönetmeliği Metot 1'e bakınız.

10. Metot

10.1 Numunenin alınması

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

Gübrenin beyan edilen mikro element muhtevası (%)	<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 500 ml'lik bir karıştırma şişesine aktarınız.

10.2 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.

10.3 Solüsyonun tayin için 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 :

$$V=V_e \times W / (WP5)$$

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

11. 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 10.3

GÜBRE NUMUNELERİN İÇİNDEKİ 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 4. Bölüm, İz elementli Gübrelere öngörüldüğü şekilde toplam ve/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. Prensiptir

Numunenin içinde mevcut olan organik bileşiklerin hidrojen peroksit tarafından oksitlenir.

4. Reaktifleri

4.2 Sulandırılmış hidroklorik asit, yaklaşık olarak 6 M

Bir hacim hidroklorik asit ($\bar{n} = 1,18$ g/ml) ve 20 hacim su

4.2 Hidrojen peroksit solüsyonu (% 30 H₂O₂, $\bar{n} : 1,11$ g/ml); mikro elementler hariç

5. Aletler

Ayarlanabilir ısıklı elektrikli plaka.

8. 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 İŞLEM MODU)

2. Amaç

Bu metot, gübre numunelerinin içindeki demir ve çinko elementlerinin atomik absorpsiyon spektrofotometri yöntemi ile miktarının tayini için genel olarak bir yöntem belirlemektedir.

2. Uygulama alanı

Bu metot, Tarımda kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelikte öngörüldüğü şekilde toplam ve/veya suda eriyen demir ve çinko elementleri beyan edilen ve bu Yönetmeliğin 10.1 ve 10.2 metotları ile elde edilen numunelerde kullanılır.

Değişik mikro elementlerin miktarının bu işlem moduna adaptasyonu, her elementin özel metotlarında belirtilmiştir. Not. az miktarda mevcut olan organik maddeler genellikle, atomik absorpsiyon yöntemi ile çalışan spektrofotometri tanımlamalarını etkilemez.

3. Prensiptir

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

4. Reaktifleri

4.5 Sulandırılmış hidroklorik asit, yaklaşık olarak 6 M

Bir hacim hidroklorik asit ($\bar{n} = 1,18$ g/ml) ve bir hacim su

4.6 Sulandırılmış hidroklorik asit, yaklaşık 0,5 M

Bir hacim hidroklorik asit ($\bar{n} = 1,18$ g/ml) ve 20 hacim su

4.7 Lantan tuzu solüsyonu, litrede 10 g La.

Bu reaktif demir ve çinko tayini için kullanılır. Aşağıdaki şekilde gerçekleştirilebilir :

c) 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.

d) 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 ve 1 litreye kadar su ile tamamlayınız. Karıştırınız. Bu solüsyon yaklaşık olarak 0,5 M hidroklorik asittir.

4.8 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 ve/veya 10.2 ya da 10.3 metotlarına bakınız.

6.2 Numune solüsyonunun hazırlanması

10.1, 10.2 ya da 10.3 metotlarına göre hazırlanan örnekten bir parçayı su ve/veya hidroklorik asit (4.1) ya da (4.2) ile öyle bir sulandırınız ki son haldeki solüsyonun konsantrasyonu kullanılan şahit numune serisine (7.2) yakın bir halde olsun ve hidroklorik asit konsantrasyonu en az 0,5 M olsun ama 2,5 M'yi de geçmesin. Bu işlem bir ya da birden fazla ardarda yapılan sulandırma işlemi gerektirebilir.

Son haldeki solüsyonu elde etmek için numuneden sulandırılmış bir parça olarak 100 ml dereceli bir şişeye dökünüz. Bu parçanın hacmi (a) ml cinsindedir. 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.

9. Metot

7.4 Boş denemenin hazırlanması

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

7.5 Şahit deneme 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.

7.6 Ölçümler

Spektrofotometriyi (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 çiziniz ve apiste 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 :

$$\text{Gübre \% E} = [(X_s - P \cdot X_b) \times V \times D] / (M \times 104)$$

Eğer kullanılan metot (10.3) ise :

$$\text{Gübre \% E} = [(X_s - P \cdot X_b) \times V \times 2D] / (M \times 104)$$

Ya da

E ; yüzde olarak ifade edilen gübre tayin miktarı

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

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

V ; ml olarak ifade edilen ve 10.1 ya da 10.2 yöntemi ile elde edilen numune hacmi

D ; 6.2 ile gerçekleştirilen sulandırma işlemine denk gelen faktördür.

M ; gram olarak ifade edilen 10.1 ya da 10.2 yöntemi ile elde edilen numune kütlesi

D ; sulandırma faktörü hesabı

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

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

Metot 10.5

ASİDİMETRİK TİTRASYON METODU İLE GÜBRE NUMUNELERİNDEN BOR TAYİNİ

2. Amaç

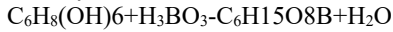
Bu metot, gübre numunelerinin içindeki bor tayini için bir yöntem belirlemektedir.

2. Uygulama alanı

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

3. Prensip

Borat iyonu mannitol ile birlikte mannitoborik bir kompleksi aşağıdaki reaksiyona göre oluşturur :



Kompleks sodyum hidroksit solüsyonu ile 6,3 pH'ya kadar titre edilir.

4. Reaktifleri

4.5 Endikatör solüsyonu metil kırmızısıdır. 100 ml dereceli bir şişeye 0,1 g metil kırmızısını (C₁₅H₁₅N₃O₂) % 95'lik 50 ml etanol içinde eritiniz. 100 ml'ye dek su ile tamamlayınız. Karıştırınız.

4.6 Sulandırılmış klorhidrik asit solüsyonu, yaklaşık olarak 0,5 M

1 hacim hidroklorik asit (HCL, \bar{n} : 1,18 g/ml) ve 20 hacim su karıştırınız.

4.7 Sulandırılmış sodyum hidroksit solüsyonu, yaklaşık olarak 0,5 M. Karbon dioksitten yoksun 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.

4.8 Titre edilmiş sodyum hidroksit solüsyonu, yaklaşık olarak 0,025 M. Karbon dioksitten yoksun olmak zorundadır. Yaklaşık olarak 0,5 m sodyum hidroksit solüsyonunu (4.3) kaynamış su ile 20 kez sulandırınız ve karıştırınız. Bor (B) değeri tayin edilecektir (9 nokta)

4.9 100 mg/ml Bor (B) şahit solüsyonu

1 000 ml dereceli bir şişeye, 0,1 mg yanılma payı ile tartılan 0,5719 g borik asidi (H₃Bo₃) su ile eritiniz. Hacmi su ile tamamlayınız ve karıştırınız. Plastik bir şişeye aktarınız ve soğutucuda bekletiniz.

4.10 Pudra halde D-Mannitol (C₆H₁₄O₆)

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 ve/veya 10.2 ya da 10.3 metotlarına bakınız.

7. Metot

7.2 Deneme

Numuneden (6.1) 2 ile 4 mg bor (B) içeren bir (a) parça alınız ve 400 ml'lik (5.3) bir behere boşaltınız. 150 ml su ekleyiniz. Renkli (4.1) endikatör solüsyonundan birkaç damla ekleyiniz. Eğer belirleme işlemi 10.2 metodu ile yapılmış ise, renk endikatörü renk değiştirene kadar 0,5 ml (4.2) hidroklorik asit ekleyerek asitleştiriniz ve fazladan 0,5 ml 0,5 M (4.2) hidroklorik asit ekleyiniz. Daha sonra 3 g sodyum klorürü (4.7) ekleyiniz, karbon dioksiti uzaklaştırmak için kanatınız. Soğutmaya bırakınız. Beheri mıknaatıslı karıştırıcının (5.2) üzerine koyunuz ve daha önceden işaretlenmiş olan pH metre (5.1) elektrotlarını uzatınız. Önce 0,5 M sodyum hidroksit ile daha sonra da 0,025 M solüsyonu ile pH'yi tam olarak 6,3'e düzenleyiniz. 20 g D-mannitol (4.6) ekleyiniz, tam olarak eritiniz ve karıştırınız. pH 6,3'e kadar (en az 1 dakika durağan olacak şekilde) 0,025 M (4.4) sodyum hidroksit solüsyonu ile titre ediniz. Gerekli olan hacim X_1 olsun

8. Boş deneme

Gübre hariç, solüsyon haline getirildiğinden itibaren aynı şartlarda boş bir deneme gerçekleştiriniz. Gerekli hacim X_0 olsun.

9. Sodyum hidroksit solüsyonunun (4.4) bor (B) değeri.

Bir pipet yardımı ile şahit numuneden (4.5) 20 ml (2,0 mg Bor olsun) alınız ve 400 ml'lik bir behere boşaltınız, birkaç damla renkli endikatör (4.1) ekleyiniz. Renk endikatörü solüsyonu (4.1) renk değiştirene kadar sodyum klorür (4.7) ve hidroklorik asit solüsyonundan (4.2) 3 g ekleyiniz. Hacmi 150 ml'ye dek tamamlayınız ve karbon dioksiti uzaklaştırmak için kaynatınız. Soğumaya bırakınız. Beheri mıknaatıslı karıştırıcının (5.2) üzerine koyunuz ve pH metre (5.1) elektrotlarını uzatınız. Önce 0,5 M sodyum hidroksit ile daha sonra da 0,025 M solüsyonu ile pH'yi tam olarak 6,3'e düzenleyiniz. 20 g D-mannitol (4.6) ekleyiniz, tam olarak eritiniz ve karıştırınız. pH 6,3'e kadar (en az 1 dakika durağan olacak şekilde) 0,025 M (4.4) sodyum hidroksit solüsyonu ile titre ediniz. Gerekli olan hacim V_1 olsun. Şahit numuneye 20 ml su katarak aynı şekilde boş bir deneme gerçekleştiriniz. Gerekli hacim V_0 olsun.

Titre edilen NaOH (4.4) solüsyondaki (F)'nin (B) bor denkliği aşağıdaki şekildedir :

$$F \text{ (mg/ml)} = 2/(V_1 P V_0)$$

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 :

$$B \text{ (\%)} = (X_1 P X_0) \times F \times V \times 10 \times a \times M$$

B gübredeki bor yüzdesi

X_1 ; ml olarak ifade edilen ve denemede (7.1) kullanılacak olan 0,025 M sodyum hidroksiti solüsyonunun (4.4) hacmi

X_0 ; ml olarak ifade edilen ve boş denemede kullanılan (8) 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) denkliği

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) hacmi

M ; gr. olarak ifade edilen ve 10.1 ya da 10.2 yöntemi tarafından kullanılacak olan numunenin kütlesi.

Metot 10.6

GÜBRE NUMUNELERİNDEN KOBALT TAYİNİ 1-NITROSO- 2-NAPHTOL 1 İLE UYGULANAN GRAVİMETRİK METOT

2. 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 ve/veya suda eriyen (kobalt) elementi beyan edilen ve bu Yönetmeliğin 10.1 ve 10.2 metotları ile elde edilen gübre numunelerinin analizlerinde kullanılır.

3. Prensiptir

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 çökeltilir. Süzülükten 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. Reaktifleri

4.1 % 30 hidrojen peroksit solüsyonu (H_2O_2 , $\bar{n} = 1,11 \text{ g/ml}$)

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 ($\bar{n} = 1,11 \text{ g/ml}$) ile bir hacim su karıştırınız.

4.4 % 99,7 asetik asit ($\text{CH}_3\text{CO}_2\text{H}$, $\bar{n} = 1,05 \text{ g/ml}$)

4.9 yaklaşık 6 M asetik asit solüsyonu (1:2). Bir hacim asetik asit (4.4) ve iki hacim su karıştırınız.

4.10 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 sığalı P 16/ISO 4793 süzme potası.

5.2 $130 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ dereceye ayarlanabilir ısıtıcı etüv.

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 çökeltinceye 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) $130 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 'de sabit bir ağırlığa kadar kurutunuz

8. Sonuçların ifade edilmesi

$\text{Co}(\text{C}_{10}\text{H}_6\text{ONO})_3, 2\text{H}_2\text{O}$ çökeltisinden 1 mg 0,096381 mg Co'ya denktir.

Gübredeki kobalt (Co) yüzdesi eşittir :

$\text{Co \%} = X \times 0,0096381 \times V \times D \times M,$

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 **GÜBRE NUMUNELERİNDEN BAKIR TAYİNİ** **TİTRİMETRİK METOT**

2. 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) ve/veya suda eriyen (bakır) elementi beyan edilen ve bu Yönetmeliğin 10.1 ve 10.2 metotları ile elde edilen gübre numunelerinin analizlerinde kullanılır.

3. Prensiptir

Bakırmısi iyonlar asitli ortamda potasyum iyodür ile azaltılır.

$2 \text{Cu}^{+++} + 4\text{I}^- \rightarrow 2\text{CuI} + \text{I}_2$

Bu şekilde serbest kalan iyo, t sodyum thiosülfat şahit solüsyonu ile titre edilir.

4. Reaktifleri

4.1 Nitrik asit (HNO_3 , $\bar{n}=1,40 \text{ g/ml}$)

4.2 Üre $[(\text{NH}_2)_2 \text{c}=\text{O}]$

4.3 % 10 (m/m) amonyum biflorürlü (NH_4HF_2) sulu solüsyon. Solüsyonu plastik bir kapta saklayınız.

4.4 Amonyum hidroksit solüsyonu 1 + 1. Bir hacim amonyak (NH_4OH , $\bar{n} : 0,9 \text{ g/ml}$) ve bir hacim su karıştırınız.

4.5 sodyum thiosülfat şahit numunesi. 1000 ml dereceli bir şişeye 7,812 g sodyum pentahidrat thiosülfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) su ile eritiniz. Bu solüsyon bu solüsyon öyle bir hazırlanmalı ki, 1 ml = 2 mg Cu olmalı. Sabitleştirmek için birkaç damla kloroform damlatınız. Solüsyon cam bir kaptaki ve ışıktan uzakta saklanmak zorundadır.

4.6 Potasyum iyodür (KI)

4.11 % 25 (m/v) potasyum tiosinat (KSCN) solüsyonu. Bu solüsyonu plastik bir kaptaki saklayınız.

4.12 Yaklaşık olarak % 0,5 amidon solüsyonu. 600 ml'lik bir behere 2,5 g amidon [$(\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5)_n$] koyunuz. Yaklaşık olarak 500 ml su ekleyiniz. Karıştırarak kaynatınız. Oda sıcaklığında soğutunuz. Solüsyon çok uzun zaman bekletilmemelidir.

5. Numunenin hazırlanması

5.1 Bakırın solüsyon haline getirilmesi

10.1 Ve/veya 10.2 metotlarına bakınız.

6. Metot

6.1 Deneme solüsyonunun hazırlanması

500 ml'lik bir erlen 20 ile 40 mg Cu'dan az içermeyen bir parça solüsyon koyunuz. Kısa bir kaynama ile olası fazla oksijeni uzaklaştırınız. Hacme yaklaşık olarak 100 ml su katınız. 5 ml nitrik asit (4.1) ekleyiniz ve yaklaşık olarak yarım dakika kaynatınız.

Erleni ısıtıcı aletten çıkarınız ve 3 g üre (4.2) katınız, tekrar kaynatmaya koyunuz ve yaklaşık olarak yarım dakika kaynatınız. Isıtıcıdan çıkarınız ve 200 ml soğuk su ekleyiniz. Aksi takdirde erleni oda sıcaklığında soğutunuz.

Yavaş yavaş biraz amonyak (4.4) mavi bir solüsyon elde edilene kadar ekleyiniz ve daha sonra fazladan 1 ml daha koyunuz.

50 ml amonyum biflorür solüsyonu (4.3) ekleyiniz ve karıştırınız.

10 g potasyum iyodür (4.6) alınız ve solüsyona ekleyiniz.

6.2 Solüsyonun titraji

Erleni miktatsız karıştırıcının üzerine koyunuz. Ucu erlenin içine koyunuz ve karıştırıcının hızını isteğinize göre ayarlayınız.

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

Amidon solüsyonundan 10 ml ekleyiniz (4.8)

Kırmızı renk neredeyse kaybolana kadar sodyum thiosülfat (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 thiosülfat solüsyon hacmini kayıt ediniz.

7. Sonuçların ifade edilmesi

7,812 g/l olan 1 ml sodyum thiosülfat solüsyonu (4.5) 2 mg Cu'a denktir.

Gübredeki bakır yüzdesi eşittir :

$\text{Cu \%} = \frac{X \cdot V}{a \cdot M} \times 5$

X ; ml olarak ifade edilen ve kullanılan sodyum thiosülfat 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**

2. 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 toplam (demir) ve/veya suda eriyen (demir) elementi beyan edilen 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 (H_2O_2 , n : 1,11 G/ML) % 30, mikro elementler hariç

4.4 litrede 10 g La, lantan tuzu solüsyonu

10.4 madde 4.3'e bakınız

4.5 demir şahit numunesi

4.5.1. 1000 mg/ml demir ana solüsyonu

500 ml'lik bir beher içine 0,1 mg yanılma payı ile tartılan 1 g saf demiri 200 ml 6 M hidroklorik asit (4.1) içinde eritiniz ve buraya 15 ml hidrojen peroksidi (4.3) ekleyiniz. Tamamen eriyene dek 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

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

6. Numunenin hazırlanması

6.1 demirin solüsyon haline getirilmesi

10.1 ve/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

7.2 Boş denemenin 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 deneme 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 :

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

Eğer kullanılan metot (10.3) ise :

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

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 :

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

Metot 10.9

GÜBRE NUMUNELERİNDEN MANGANEZ TAYİNİ PERMANGANAT TİTRASYONLU METOT

3. Amaç

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

4. Uygulama alanı

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

3. Prensiptir

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. Reaktifleri

4.1 konsantre sülfürik asit (H₂SO₄, n̄ : 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 6 M nitrik asit. 3 hacim nitrik asit (HNO₃, n̄ :1,40 g/ml) ve 4 hacim su karıştırınız.

4.4 0,3 M nitrik asit. 6 M nitrik asitten 1 hacim ve 19 hacim su karıştırınız.

4.5 % 85 Sodyum bismutat (NaBiO₃)

4.6 Kieselguhr

4.7 15 M ortofosforik asit (H₃PO₄, n̄ :1,71 g/ml)

4.8 0,15 M demirli sülfat solüsyonu. 1 000 ml dereceli bir şişeye 41,6 g heptahidrat demir sülfat eritiniz (FeSO₄, 7H₂O). Konsantre 25 ml sülfürik asit (4.1) ve 25 ml fosforik asit (4.7) katınız. 1000 ml'ye su ile tamamlayınız. Karıştırınız.

4.9 0,020 M potasyum permanganat solüsyonu. 0,1 mg yanılma payı ile 3,160 g potasyum permanganat (KmnO₄) tartınız. Eritiniz ve 1000 ml'ye kadar su ile tamamlayınız.

4.10 0,1 M gümüş nitrat solüsyonu. 1,7 g gümüş nitratı (AgNO₃) eritiniz ve 100 ml'ye kadar su ile tamlayınız.

5. Aletler

5.1 Gözenekliliği 4 olan, 50 ml sığalı P 16/ISO 4793 süzme potası 500 ml'lik bir süzme aracının üzerine konmuştur.

5.2 Mıknatıslı karıştırıcı.

6. Numunenin hazırlanması

6.1 manganezin solüsyon haline getirilmesi

10.1 ve/veya 10.2 metotlarına bakınız.

6.2 Klorür iyonların eksikliğinde 400 ml'lik bir behere 10 ile 20 mg manganez 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 manganez içeren bir parça numune koyunuz. 5 ml 9 M sülfürik asit (4.2) katınız. Bir ocak eteği altında, ısıtıcılı plaka üzerinde bolca beyaz dumanlar yükselene kadar kaynatınız. Hacim 2 ml'ye inene kadar kaynatmaya devam ediniz (beherin altında ince şurupumsu bir sıvı katmanı oluşur). Beheri oda sıcaklığında bırakınız. Dikkatle 25 ml su ekleyiniz ve yeniden bir damla gümüş nitratı solüsyonu (4.10) ile klorürlerin eksikliğini kontrol ediniz. Eğer klorür kalırsa, 5 ml 9 M sülfürik asit (4.2) ekledikten sonra işlemi yeniden tekrarlayınız.

7. Metot

Tayin edilecek olan solüsyon içeren 400 ml'lik bir behere, 25 ml 6M nitrik asit (4.3) ve 2,5 g sodyum bismutat (4.5) katınız. Mıknatıslı karıştırıcı (5.2) üzerinde 3 dakika boyunca hızlı karıştırınız. 50 ml 0,3 M nitrik asit (4.4) katarak yeniden karıştırınız. Daha önce dibi kieselguhr (4.6) ile kaplanmış olan bir potaya (5.1) havasız ortamda süzünüz. Renksiz bir süzme elde edene kadar potayı birkaç kez 0,3 M nitrik asit (4.4) ile yıkayınız.

Süzüleni ve yıkama solüsyonunu 500 ml'lik bir behere aktarınız. Karıştırınız ve 0,15 M demirli sülfat solüsyonundan (4.8) 25 ml ekleyiniz. Eğer süzülen madde, demirli sülfat eklendikten sonra sarı bir renk alırsa, 3 ml 15 M ortofosforik asit (4.7) ekleyiniz.

Büret yardımı ile demirli sülfat fazlalığını 0,05 M permanganat potasyum (4.9) yardımı ile 1 dakika boyunca sabit bir pembe renk elde edene kadar titre ediniz.

Numune alımı hariç aynı şartlarda boş bir tayin gerçekleştiriniz.

Not. : okside olan solüsyon kauçuk ile temas etmemeli.

8. Sonuçların ifade edilmesi

1 ml 0,02 M potasyum permanganat solüsyonu 1,099 mg manganeze (Mn) eşittir.

Gübredeki manganez yüzdesi eşittir :

$Mn \% = (Xb \text{ PXs}) \times 0,1099 \times Va \times X M$

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

3. Amaç

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

4. 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. Reaktifleri

4.1 yaklaşık 1 M sülfürik asit solüsyonu. 800 ml su içeren 1 litre dereceli bir şişeye dikkatle 55 ml sülfürik asit (H₂O₄, \bar{n} = 1,84 g/ml) ekleyiniz. Karıştırınız. soğuduktan sonra 1 litreye tamamlayınız. Karıştırınız.

4.2 sulandırılmış amonyaklı solüsyon (1:3). Bir hacim konsantre amonyak (NH₄OH, \bar{n} =0,9 g/ml) ile 3 hacim su karıştırınız.

4.3 sulandırılmış asetik asit solüsyon (1:3). Bir hacim % 99,7 konsantre asetik asit (CH₃COOH, \bar{n} =1,049 g/ml) ile 3 hacim su karıştırınız.

4.4 terasetik diamin atilen asiti disodik tuz solüsyonu (EDTA)

100 ml dereceli bir şişeye 5 g Na₂ 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 8 – hidroksikinolein (oksin) solüsyonu. 100 ml dereceli bir şişeye 3 g hidroksikinoleini 5 ml konsantre asetik asit içinde eritiniz. 80 ml su ekleyiniz. Solüsyon bulanana kadar damla damla amonikal solüsyon (4.2) ekleyiniz, daha sonra solüsyon şeffaflanana 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 ısıtıcılı etüv.

6. Numunenin hazırlanması

6.1 Molibden solüsyonunun hazırlanması

10.1 veya 10.2 metotlarına bakınız.

7. Metot

7.2 Deneme solüsyonunun hazırlanması

25 ile 100 mg arası Mo içeren 250 ml'lik dereceli bir behere numuneden 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 ayarlayınız.

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 çöktürmenin elde edilmesi ve yıkanması. Çöktürmenin elde edilmesi. Solüsyonu hafifçe ısıtınız. Sürekli karıştırarak oksin solüsyonu ekleyiniz (4.6). Rüşup oluşmamaya başlayınca kadar çöktürmeye devam ediniz. Üstte kalan su solüsyon hafif sarıya dönene kadar reaktif ekleyiniz. 20 ml'lik bir miktar normal olarak yetmesi gerekir. Çöktürmeyi 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 çöktürmenin tartılması. Çöktürmeyi 130-135 °C'de sabit ağırlığa kadar kurutunuz (en azından 1 saat).

Bir kurutma aletinde soğumaya bırakınız daha sonra tartınız.

8. Sonuçların ifade edilmesi

1 mg molibdenil oksinat MoO₂ (C₉H₆ON)₂, 0,2305 mg Mo'ya denktir.

Gübredeki molibden yüzdesi eşittir :

$Mo \% = X \times 0,02305 \times V \times Da \times M$

X ; mg olarak ifade edilen molibdenil oksinat çöktürmesi 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

2. Amaç

Bu metot, gübre numunelerinin içindeki çinkonun atomik absorbsiyon spektrofotometri yöntemi ile tayini.

2. Uygulama alanı

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

3. Prensiptir

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

4. Reaktifleri

4.1 yaklaşık 6 M hidroklorik asit solüsyonu

10.4 madde 4.1'e bakınız

4.2 yaklaşık 0,5 M hidroklorik asit solüsyonu

10.4 madde 4.2'e bakınız

4.3 litrede 10 g La, lantan tuzu solüsyonu

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 absorbsiyon 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 ve/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 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 hazırlanması

10.4 metot, 7.2 maddeye bakınız.

0 ile 5 mg/ml çinko arasındaki 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 :

$$Zn \% = [(Xs P Xb) \times V \times D] / (M \times 104)$$

Eğer kullanılan metot (10.3) ise :

$$Zn \% = [(Xs P Xb) \times V \times 2D] / (M \times 104)$$

Ya da

Zn ; gübrede yüzde olarak ifade edilen çinko miktarı

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

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

EK -

Kimyevi Gübre Lisans Müracaat Formu

Adına Kimyevi Gübre Lisans Belgesi Düzenlenmesi İçin Başvuran Kurum veya Kuruluşun:	
Ticari adı	
Faaliyet konusu (üretici, ithalatçı)	
Adresi	
Telefon numarası	
Faks numarası	
Vergi dairesi	
Vergi numarası	
Sermayesi	
Sanayi ve/veya Ticaret Odasına kayıt belgesi örneği	Ek olarak verilecek.
Üretici ise, üretim tesislerinin adresleri	

Tarih:/...../20...
Kurum veya Kuruluşun

Temsilcisinin Adı ve Soyadı
İmza ve Kaşesi

EK-

T.C.

TARIM ve KÖYİŞLERİ BAKANLIĞI
Tarımsal Üretim ve Geliştirme Genel Müdürlüğü

Kimyevi Gübre Lisans Belgesi

441 sayılı KHK, 20/08/2001 tarihli ve 2001/2960 sayılı “Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelerin Yurt İçinden ve Yurt Dışından Tedariki, Dağıtımı ve Desteklenmesine İlişkin Uygulamaların Yürürlükten Kaldırılması Hakkında Karar” gereği, aşağıda adı geçen ve hakkında gerekli bilgiler verilen kurum veya kuruluşun/...../20... tarihli müracaatı değerlendirilerek lisans belgesi verilmesi uygun bulunmuştur.

Adına Kimyevi Gübre Lisans Belgesi Düzenlenen Kurum veya Kuruluşun:	
Ticari adı *	
Verilen Lisans Türü (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 adresleri *	

* Ad ve adres değişiklikleri 15 gün içinde Bakanlığa bildirilecektir.

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

EK -

Kimyevi Gübre Tescil Belgesi Müracaat Formu

Kimyevi Gübre Tescil Belgesi Düzenlenmesi İçin Başvuran Kurum veya Kuruluşun:	
Adı	
Bakanlık Lisans Türü	
Bakanlık Lisans No	
Kimyevi Gübrenin	
Sınıfı	
Türü	
Tipi	
Cinsi	
Marka veya Ticari Adı (varsa)	
Teknik düzenlemede istenen/teknik düzenleme yoksa Türk veya uluslararası standartdaki veya beyan edilen özellikleri:	
1.	
2.	
3.	
4.	
5.	
6.	
Hormon. vitamin, enzim, vs. miktarı (varsa)	
Kullanma dozu, sayısı, zamanı (varsa)	
Üretildiği ülke	
Üretici –İthalatçının adı	
Ambalaj Tipi	
Ambalaj Üzerindeki İşaretlemeler	

Tarih:/...../20...
Kurum veya Kuruluşun
Temsilcisinin Adı ve Soyadı
İmza ve Kaşesi

EK –
T.C.
TARIM ve KÖYİŞLERİ BAKANLIĞI
Tarımsal Üretim ve Geliştirme Genel Müdürlüğü

Kimyevi Gübre Tescil Belgesi

441 sayılı KHK, 20/08/2001 tarihli ve 2001/2960 sayılı “Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelerin Yurt İçinden ve Yurt Dışından Tedariki, Dağıtımı ve Desteklenmesine İlişkin Uygulamaların Yürürlükten Kaldırılması Hakkında Karar” gereği, aşağıda adı verilen kurum veya kuruluşun/...../20... tarihli müracaatı değerlendirilmiş ve yine aşağıda özellikleri verilen kimyevi gübre tescil edilerek satışa sunulabilir bulunmuştur.

Adına Kimyevi Gübre Tescil Belgesi Düzenlenen Kurum veya Kuruluşun:	
Adı	
Bakanlık Lisans Türü	
Bakanlık Lisans No	
Kimyevi Gübrenin	
Sınıfı	
Türü	
Tipi	
Cinsi	
Verilen Bakanlık Tescil No	
Marka veya Ticari Adı (varsa)	
Teknik düzenlemede istenen/teknik düzenleme yoksa Türk veya uluslararası standartdaki veya beyan edilen özellikleri:	
1.	
2.	
3.	
4.	
5.	
6.	
Hormon,vitamin,enzim,vs.miktarı(varsa)	
Kullanma dozu, sayısı, zamanı (varsa)	
Üretildiği ülke	
Üretici-İthalatçı adı	
Ambalaj Tipi	
Ambalaj Üzerindeki İşaretlemeler	

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

EK-**Kimyevi Gbre ve Ambalaj Numunesi Tanıtım Etiketi**

Denetlenen kuruluşun	
Adı	
Adresi	
retici veya ithalatçı kuruluşun	
Adı	
Bakanlık Lisans No	
Kimyevi gbrenin	
Parti miktarı	
Ticari ismi, varsa	
Sınıfı	
Tr	
Tipi	
Cinsi	
Ambalaj cinsi	
Bakanlık Tescil No	
Numunenin alındığı yer	
Numunenin alındığı tarih ve saat	
Denetçinin	Denetlenen retici/dağıtıcı Yetkilisinin
Adı ve soyadı :	Adı ve soyadı :
Grev yeri :	Grevi :
Belge no :	
İmza :	İmza :

EK-**Kimyevi Gübre Numune Alma Tutanağı**

Denetleme şekli	<input type="checkbox"/> Şikayet <input type="checkbox"/> Piyasa
Denetim yapılan	
İl	
İlçe	
Denetlenen kuruluşun	
Adı	
Adresi	
Üretici veya ithal eden kuruluşun	
Adı	
Bakanlık Lisans No	
Numune alınan kimyevi gübrenin	
Parti miktarı	
Ticari ismi, varsa	
Sınıfı	
Türü	
Tipi	
Cinsi	
Bakanlık Tescil No	
Ambalaj şekli	
Ambalaj veya etiket işaretlemeleri	

Yukarıda tanımları yapılan kimyevi gübreden, 441 sayılı KHK, 20/08/2001 tarihli ve 2001/2960 sayılı “Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelerin Yurt İçinden ve Yurt Dışından Tedariki, Dağıtımı ve Desteklenmesine İlişkin Uygulamaların Yürürlükten Kaldırılması Hakkında Karar” gereği, Yönetmelik’te belirtilen esaslara göre dört adet kimyevi gübre numunesi ve/veya dört adet ambalaj numunesi alındığını, üzerlerine konulan numune tanıtım belgelerinin tarafımızdan imzalanarak mühürlendiğini, 1’er kimyevi gübre numunesi ve/veya ambalaj numunesi ile tutanağın denetlenen üretici/dağıtıcıya bırakıldığını, diğerlerinin denetçi tarafından alındığını, işbu tutanağın tarafımızdan düzenlendiğini beyan ederiz.

Denetçinin**Denetlenen üretici/dağıtıcı Yetkilisinin**

Adı ve soyadı :
Görev yeri :
Belge no :
İmzası :

Adı ve soyadı :
Görevi :
İmzası :

EK-**Kimyevi Gübre Numune Torbası Etiketi**

Denetlenen kuruluşun	
Adı	
Adresi	
Kimyevi gübrenin	
Parti miktarı	
Ticari ismi, varsa	
Sınıfı	
Türü	
Tipi	
Cinsi	
Ambalaj cinsi	
Bakanlık Tescil No	
Numunenin alındığı yer	
Numunenin alındığı tarih ve saat	
Denetçinin	Denetlenen Üretici/Dağıtıcı Yetkilisinin
Adı ve soyadı :	Adı ve soyadı :
Görev yeri :	Görevi :
Belge no :	
İmza :	İmza :

EK-

Kimyevi Gübre Üretici/Dağıtıcı Bilgi Formu

Üreticinin/dağıtıcının	
Ticari adı	
Faaliyet konusu (Üretici/Dağıtıcı)	
Dağıtıcı ise hangi kuruluşların gübresini sattığı	
Adresi	
Telefon no:	
Faks no:	
Bağlı bulunduğu vergi dairesi	
Bağlı bulunduğu vergi numarası	
Kayıtlı olduğu sanayi ve ticaret odasının ili	
Oda sicil no	
Üretici ise üretim yerinin adresi	
Depo adresi ve depoya ait bilgiler	
Varsa diğer bilgiler	

Üretici /Dağıtıcının
Yetkilisinin
Adı Soyadı
İmza-Kaşe