

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

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

GÜBRELERİN DENETİMİ İÇİN NUMUNE ALMA METODU

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

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

1. AMAÇ VE KAPSAM

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

2. NUMUNE ALACAK GÖREVLİLER

Numuneler kimyevi gübre denetçisi belgesine sahip kişiler tarafından alınır.

3. TANIMLAR

Numune alınan parti : Bir ünite oluşturan ve aynı özelliklere sahip olduğu kabul edilen ürün miktarı
Noktasal numune : Numune alınan partinin bir noktasından alınan numune
Paçal numune : Aynı partiden alınan noktasal numunelerin karışımı
Azaltılmış numune : Azaltma işlemiyle paçal 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 bulunan sıvı gübreler 4 kg
- 5.3.2. Ambalajlı katı gübreler veya her biri 100 kg'ı geçmeyen kaplarda bulunan sıvı gübreler
- 5.3.2.1. Bir kg dan fazla ambalajlar 4 kg.
(1) Elde edilen sayı ondalık olursa, en yakın tam sayıya tamamlanır.
Ağırlığı 1 kg'ı geçmeyen ambalajlar için noktasal numune bir orijinal ambalajın ağırlığıdır.
- 5.3.2.2. Bir kg'ı geçmeyen ambalajlar 4 orijinal ambalajın muhtevasının ağırlığı
- 5.4. Son numuneler
Paçal numune gerektiğinde azaltılarak son numuneler elde edilir. En az bir son numunenin analizi istenir.
Analiz için numune ağırlığı 500 gr'dan az olamaz
- 5.4.1. Katı ve sıvı gübreler
- 5.4.2. Bu yönetmeliğin Metot 7'de tarif edilen Patlamaya Dayanım Testinin tarifinde belirtilen deneyler için amonyum nitrat gübre numunesi:
Paçal numune gerektiğinde azaltılarak, son numune elde edilir.
- 5.4.2.1. Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelik Bölüm 5'te bahse konu deneyler için asgari son numune miktarı: 1 kg.
- 5.4.2.2. Bu Yönetmelik Metot 7'de tanımlanan patlamaya dayanım testi için asgari son numune miktarı: 25 kg.
- 5.4.3. Bu Yönetmelik Metot 7'de tanımlanan patlamaya dayanım testi deneyleri için asgari amonyum nitrat numunesi miktarı: 75 kg.
- 6. NUMUNELERİN ALINMASI, HAZIRLANMASI VE AMBALAJLANMASI İLE İLGİLİ KURALLAR**
- 6.1. Genel
Numuneler mümkün olduğunca çabuk ve seri olarak alınıp hazırlanmalı ve bu arada numunesi alınan gübreleri temsil eder halde kalmaları sağlanmalıdır. Kullanılacak aletler, kaplar ve çalışılan yüzeyler temiz ve kuru olmalıdır. Sıvı gübrelerde, mümkünse numune alınan parti numune almadan önce karıştırılmalıdır.
- 6.2. Noktasal numuneler
Noktasal numuneler numune alınan partinin tamamından gelişi güzel alınmalı ve eşit miktarlarda olmalıdır.
- 6.2.1. Dökme katı gübreler veya 100 kg'ı geçen kaplarda bulunan sıvı gübreler
Dökme gübrelerden veya 100 kg'ı geçen kaplarda bulunan sıvı gübrelerden numune alırken, 5.1 maddesinin uygulanmasının mümkün olmadığı durumlarda; numunenin alınması, numune alınan parti taşınırken (yükleme yada boşaltma) yapılmalıdır.
- 6.2.2. Ambalajlı katı gübreler veya her biri 100 kg'ı geçmeyen kaplarda bulunan sıvı gübreler
- 6.3. Paçal numunenin hazırlanması
Noktasal numuneler tek bir paçal numune oluşturmak için karıştırılır.
- 6.4. Son numunenin hazırlanması
Paçal numunedeki malzeme dikkatlice karıştırılır.
Bünyesinde yüksek azot içeren (%28'den fazla) gübre deneyleri için, son numuneler 0-25 °C ' de tutulabilir. Gerekliyse paçal numune bir mekanik ayırıcı kullanarak yada dörtlleme yöntemi ile önce en az 2 kg'a azaltılır. (azaltılmış numune)
Sonra yaklaşık aynı ağırlıkta ve 5.4. teki miktar şartına uygun en az üç son numune hazırlanır. Her numune ağzı kapaklı, hava sızdırmaz uygun bir kaba konulur. Numunenin özelliklerinde herhangi bir değişiklik olmasını önlemek için gerekli bütün önlemler alınır.
- 7. SON NUMUNELERİN AMBALAJLANMASI**
Numunelerin 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.

GÜBRELERİN ANALİZİ İÇİN ÖNGÖRÜLEN METOTLAR

GENEL GÖZLEMLER

1 ANALİZ İÇİN NUMUNENİN HAZIRLANMASI

2 AZOT

- 2.1 Amonyak azotu tayini
- 2.2 Nitrat ve amonyak azotu tayini
 - 2.2.1 Ulsch'a göre nitrat ve amonyak azotu tayini
 - 2.2.2 Arnd'a göre nitrat ve amonyak azotu tayini
 - 2.2.3 Devarda'ya göre nitrat ve amonyak azotu tayini
- 2.3 Toplam azot miktarının tayini
 - 2.3.1 Nitrat içermeyen Kalsiyum Siyanamid'de toplam azot tayini
 - 2.3.2 Nitrat içeren Kalsiyum Siyanamid'de toplam azot tayini
 - 2.3.3 Üre'de toplam azot tayini
- 2.4 Siyanamid azotu tayini
- 2.5 Üre'de biürenin spektrofotometrik tayini
- 2.6 Aynı numunede azotun farklı formlarının tayini
 - 2.6.1 Nitrat, amonyak, üre ve siyanamid azotu gibi azot formları içeren gübrelerde aynı numunede azotun farklı formlarının tayini
 - 2.6.2 İki farklı yöntemle sadece nitrat, amonyak ve üre azotu içeren gübrelerde toplam azot tayini
 - 2.6.3 Yüksek performanslı sıvı kromatografi (HPLC) kullanılarak üre yoğunlaşmasının tayini – İzobutiliden diüre ve krotoniliden diüre (Metot A) ve metilen üre obligomerleri (Metot B)

3 FOSFOR

- 3.1 Ekstraksiyonlar
 - 3.1.1 Mineral asitlerle çözünebilen fosforun ekstraksiyonu
 - 3.1.2 % 2'lik formik asitte çözünebilen fosforun ekstraksiyonu
 - 3.1.3 %2'lik sitrik asitte asitte çözünebilen fosforun ekstraksiyonu
 - 3.1.4 Nötral amonyum sitratla çözünebilen fosforun ekstraksiyonu
 - 3.1.5 Alkali amonyum sitrat ile ekstraksiyon
 - 3.1.5.1 Petermann'a göre 65°C da çözünebilen fosforun ekstraksiyonu
 - 3.1.5.2 Petermann'a göre, oda sıcaklığında çözünebilen fosforun ekstraksiyonu
 - 3.1.5.3 Joulie'nin alkali amonyum sitratında çözünebilen fosfor ekstraksiyonu
 - 3.1.6 Suda çözünür fosforun ekstraksiyonu
- 3.2 Ekstrakte edilmiş fosfor miktarının saptanması

4 POTASYUM

- 4.1 Suda çözünür potasyum tayini

5 KLOR

- 5.1 Organik materyal bulunmayan ortamlarda klorür tayini

6 ÖĞÜTME PROSEDÜRÜ İLE İLGİLİ İNCELİK

6.1 Kuru prosedür

6.2 Yumuşak doğal fosfatların öğütme inceliği tayini

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

7.1 Termik çevrimlerin uygulanması ile ilgili metodlar

7.2 Yağ tutma tayini

7.3 Yanıcı maddelerin tayini

7.4 pH değerinin tayini

7.5 Tane büyüklüğünün tayini

7.6 Klor tayini (klorür iyonu olarak)

7.7 Bakır tayini

8 İKİNCİL ELEMENTLER

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

8.2 Değişik şekillerde bulunan toplam kükürtün belirlenmesi

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

8.4 Değişik hallerde bulunan suda eriyen haldeki kükürdün belirlenmesi

8.5 Mecburi temel kükürdün belirlenmesi ve dozajı

8.6 Oksalat şeklinde çöktürüldükten sonra ayrılan kalsiyumun manganimetrik tayini

8.7 Atomik absorpsiyon spektrometrisi ile magnezyum miktarının belirlenmesi

8.8 Kompleksometri ile magnezyum miktarının tayini

8.9 Sülfat miktarının tayini

8.10 Ayrılan sodyum miktarının tayini

9 MİKRO ELEMENTLER

9.1 *Toplam mikro elementlerin belirlenmesi*

9.2 Suda eriyen mikro elementlerin belirlenmesi

9.3 Gübre numunelerinin içinden organik bileşiklerin uzaklaştırılması

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

9.5 Gübre numunelerinden bor tayini azometine-h spektrofotometreli metot

9.6 Gübre numunelerinden kobalt tayini atomik absorpsiyon spektrofotometreli metot

9.7 Gübre numunelerinden bakır tayini atomik absorpsiyon spektrofotometreli metot

9.8 Gübre numunelerinden demir tayini atomik absorpsiyon spektrofotometreli metot

9.9 Gübre numunelerinden mangan tayini atomik absorpsiyon spektrofotometreli metot

9.10 Gübre numunelerinden molibden tayini bir kompleksin amonyum thiosinate spektrofotometri metodu

9.11 Atomik absorpsiyon spektrofotometri yöntemi ile gübre numunelerindeki çinko tayini

10 MİKTARI % 10'DAN FAZLA OLAN MİKRO ELEMENTLER

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

11 ŞELATLAMA MADDELERİ

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

12 NİTRİFİKASYON VE ÜREAZ İNHİBİTÖRLERİ

- 12.1 Disiyanamid tayini
- 12.2 Nbpt tayini

13 AĞIR METALLER

- 13.1 Kadmiyum muhtevasının tayini

14 KARBONDİOKSİT

- 14.1 Karbondioksitin tayini- bölüm 1: katı gübreler için metot

GENEL GÖZLEMLER

Laboratuar ile ilgili donanım

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

Kontrol testleri

Tüm cihaz ve aletlerin normal çalıştıklarından emin olduktan sonra bileşimleri önceden bilinen uygun kimyasal bileşikleri (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 komple kimyasal bileşimi ile yakından bağlantılıdır. Onun için mümkün olan durumlarda laboratuvarların standart gübre referansı için gerekli tanımlamaları yapmaları önerilir.

METOT 1

ANALİZ İÇİN NUMUNENİN HAZIRLANMASI

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

METOT 2

AZOT

METOT 2.1

AMONYAK AZOTU TAYİNİ

EN 15475: Gübreler: Amonyak Azotu Tayini

Bu metot ring-test'e tabii tutulmuştur.

METOT 2.2

NİTRAT VE AMONYAK AZOTU TAYİNİ

METOT 2.2.1

ULSCH'A GÖRE NİTRAT VE AMONYAK AZOTU TAYİNİ

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

Bu metot ring-test'e tabii tutulmamıştır.

METOT 2.2.2

ARND'A GÖRE NİTRAT VE AMONYAK AZOTU TAYİNİ

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

Bu metot ring-test'e tabii tutulmamıştır.

METOT 2.2.3

DEVARDA'YA GÖRE NİTRAT VE AMONYAK AZOTU TAYİNİ

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

Bu metot ring-test'e tabii tutulmuştur.

METOT 2.3

TOPLAM AZOT MİKTARININ TAYİNİ

METOT 2.3.1

NİTRAT İÇERMİYEN KALSİYUM SİYANAMİD'DE TOPLAM AZOT TAYİNİ

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

Bu metot ring-test'e tabii tutulmamıştır.

METOT 2.3.2
NİTRAT İÇEREN KALSİYUM SİYANAMİD'DE TOPLAM AZOT TAYİNİ

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

Bu metot ring-test’e tabii tutulmamıştır.

METOT 2.3.3
ÜRE'DE TOPLAM AZOT TAYİNİ

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

Bu metot ring-test’e tabii tutulmamıştır.

METOT 2.4
SİYANAMİD AZOTU TAYİNİ

EN 15562: Gübreler: Siyanamid Azotu Tayini

Bu metot ring-test’e tabii tutulmamıştır.

METOT 2.5
ÜRE'DE BİÜRENİN SPEKTROFOTOMETRİK TAYİNİ

EN 15479: Gübreler: Üre'de Biürenin Spektrofotometrik Tayini

Bu metot ring-test’e tabii tutulmuştur.

METOT 2.6

AYNI NUMUNEDE AZOTUN FARKLI FORMLARININ TAYİNİ

METOT 2.6.1
NİTRAT, AMONYAK, ÜRE VE SİYANAMİD AZOTU GİBİ FARKLI AZOT FORMLARI
İÇEREN GÜBRELERDE AYNİ NUMUNEDE AZOTUN FARKLI FORMLARININ
TAYİNİ

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

Bu metot ring-test’e tabii tutulmamıştır.

METOT 2.6.2
İKİ FARKLI YÖNTEMLE SADECE NİTRAT, AMONYAK VE ÜRE AZOTU
İÇEREN GÜBRELERDE TOPLAM AZOT TAYİNİ

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

Bu metot ring-test’e tabii tutulmuştur.

METOT 2.6.3
HPLC KULLANILARAK ÜRE YOĞUNLAŞMASININ TAYİNİ – İSOBUTİLİDEN DİÜRE
VE KROTONİLİDEN DİÜRE(METOT A) VE METİLEN ÜRE
OLİGOMERLERİ (METOT B)

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

Bu metot ring-test’e tabii tutulmuştur.

METOT 3

FOSFOR

METOT 3.1

EKSTRAKSİYONLAR

METOT 3.1.1
MİNERAL ASİTLERDE ÇÖZÜNEN FOSFORUN EKSTRAKSİYONU

EN 15956: Mineral Asitlerde Çözünen Fosforun Ekstraksiyonu

Bu metot ring-test’e tabii tutulmuştur.

METOT 3.1.2
% 2’LİK FORMİK ASİT DE ÇÖZÜNEN FOSFORUN EKSTRAKSİYONU

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

Bu metot ring-test’e tabii tutulmamıştır.

METOT 3.1.3
% 2’LİK SİTRİK ASİT DE ÇÖZÜNEN FOSFORUN EKSTRAKSİYONU

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

Bu metot ring-test’e tabii tutulmamıştır.

METOT 3.1.4
NÖTRAL AMOMYUM SİTRATTA ÇÖZÜNEN FOSFORUN EKSTRAKSİYONU

EN 15957: Nötral Amomyum Sitratta Çözünen Fosforun Ekstraksiyonu

Bu metot ring-test’e tabii tutulmuştur.

METOT 3.1.5

ALKALİ AMONYUM SİTRAT İLE EKSTRAKSİYON

METOT 3.1.5.1

PETERMANN’A GÖRE 65 OC SICAKLIKTAKİ ÇÖZÜNÜR FOSFORUN EKSTRAKSİYONU

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

Bu metot ring-test’e tabii tutulmuştur.

METOT 3.1.5.2.

PETERMANN’A GÖRE ODA SICAKLIKTA ÇÖZÜNÜR FOSFORUN EKTRAKSİYONU

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

Bu metot ring-test’e tabii tutulmamıştır.

METOT 3.1.5.3

JOULIE’NİN ALKALİ AMONYUM SİTRATINDA ÇÖZÜNÜR FOSFORUN EKTRAKSİYONU

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

Bu metot ring-test’e tabii tutulmamıştır.

METOT 3.1.6

SUDA ÇÖZÜNÜR FOSFORUN EKTRAKSİYONU

EN 15958: Suda Çözünür Fosforun Ekstraksiyonu

Bu metot ring-test’e tabii tutulmuştur.

METOT 3.2

EKSTRAKTE EDİLMİŞ FOSFOR MİKTARININ SAPTANMASI

EN 15959: Ekstrakte Edilmiş Fosfor Miktarının Saptanması

Bu metot ring-test’e tabii tutulmuştur.

METOT 4

POTASYUM

METOT 4.1

SUDA ÇÖZÜNÜR POTASYUM TAYİNİ

EN 15477: Gübreler: Suda Çözünür Potasyum Tayini

Bu metot ring-test’e tabii tutulmuştur.

METOT 5

KLOR

METOT 5.1

ORGANİK MATERYAL BULUNMAYAN ORTAMLARDA KLORÜR TAYİNİ

- KAPSAM**
Bu bölüm organik materyallerin bulunmadığı ortamlarda klorür miktarının tayini için uygulanması gereken prosedürleri tanımlamaktadır.
- UYGULAMA SAHASI**
Organik materyallerden arındırılmış tüm gübrelerde uygulanabilir.

3. **ANA PRENSİP**
Suda çözünen klorürler asitli ortamda, standard gümüş nitrat çözeltisi fazlalığında çöktürülürler. Açığa çıkan fazla asit ferri amonyum sülfat (Velhard Metot) yardımıyla amonyum tiyosiyanat ile titre edilir.
4. **AYIRACLAR**
Destile su yada demineralize su, klorür içermeyen.
- 4.1. Nitrobenzen yada dietil eter.
- 4.2. 10 N nitrik asit.
- 4.3. İndikatör çözeltiler;,
40 g ferrik amonyum sülfat ($\text{Fe}(\text{SO}_4)_3 \cdot (\text{NH}_4)_2 \text{SO}_4 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$) bir miktar suda çözündürülür ve 1 litreye tamamlanır.
- 4.4. 0.1 N standart gümüş nitrat çözeltisi.
Adı geçen tuz hidroskopik olduğundan ve dekompoze olmadan kuruması hemen hemen mümkün olmadığından, ilk başta yaklaşık 9 g tartıp bir miktar suda çözündürülmesi ve daha sonra 1 litreye tamamlanması önerilir. 0.1 N gümüş nitrat (AgNO_3) solüsyonu ile titre ederek 0.1 N' ayar edin.
5. **ALETLER**
- 5.1. Rotari çalkalayıcısı (dakikada 35-40 defa dönen).
- 5.2. Büretler.
- 5.3. 500 ml'lik dereceli erlen.
- 5.4. Koni şeklinde erlen, 250 ml'lik
6. **NUMUNENİN HAZIRLANMASI**
Metot 1'e bakınız.
7. **PROSEDÜR**
- 7.1. Numune ve çözeltinin hazırlanması
Numuneden 5 g kadar tartın ve (0.001 grama en yakın olacak şekilde) 500 ml'lik dereceli bir cam erlene aktarın. Üzerine 450 ml su ilave edin. Rotari çalkalayıcısında yarım saat kadar çalkalamaya bırakın (5.1). daha sonra suyla 500 ml ye tamamlayın. Karıştırın ve temiz ve kuru bir cam erlene süzün.
- 7.2. Miktarın tayini
Elde edilen süzüntüden belli bir miktar alın (0.150 g dan fazla klorür içermeyen). Örneğin 25 ml'si (0.25 g) 50 ml (0-5 g) veya 100 ml'si (1 g) olacak şekilde. Eğer alınan numune 50 ml den daha az ise, o zaman hacmi destile suyla 50 ml ye tamamlamak gerekir.
Çözeltisine 5 ml 10 N nitrik asit (4.2) + 20 ml indikatör çözeltisi (4.3), 2 damla amonyum tiyosiyanat standart çözeltisi ilave edilir (bu amaçla adı geçen bu son ayıraçtan alınan numune büret ile sıfır noktasına ayar edilmiş durumdadır.)
Bir büret yardımıyla 2-5 ml arasında bir fazlalık oluşuncaya kadar standart gümüş nitrat çözeltisinden (4.4) ilave edin. Üzerine 5 ml nitrobenzen veya 5 ml dietil eter (4.1) koyun ve çökeltiyi toplamak için iyice çalkalayın. Açığa çıkan gümüş nitrat fazlasını kırmızımsı-kahve bir renk görününceye kadar 0.1 N amonyum tiyosiyanat (4.5) ile titre edin (bu renk çalkalamayı takiben tekrardan erlende gözükebilir).
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:
$$\text{Klorür yüzdesi} = 0.003546 \times \frac{(V_z - V_{cz}) - (V_a - V_{ca}) \times 100}{M}$$

V_z = 0.1 N gümüş nitrat miktarı, mililitre olarak,
V_{cz} = 0.1 N gümüş nitrat miktarı, milimetre olarak boş testte kullanılan,
V_a = 0.1 N amonyum tiyosiyanat miktarı mililitre olarak,
V_{ca} = 0.1 N amonyum tiyosiyanat miktarı, mililitre olarak, boş testte kullanılan.
M = Alınan numunenin ağırlığı, gram olarak.(7.2)

METOT 6

ÖĞÜTME PROSEDÜRÜ İLE İLGİLİ İNCELİK

METOT 6.1

ÖĞÜTME İNCELİĞİNİN HESAPLANMASI (KURU PROSEDÜR)

EN 15928: Öğütme İnceliğinin Hesaplanması (Kuru Prosedür)

Bu metot ring-test'e tabii tutulmamıştır.

METOT 6.2

YUMUŞAK DOĞAL FOSFATLARIN ÖĞÜTÜLME İNCELİĞİNİN HESAPLANMASI

EN 15924: Yumuşak Doğal Fosfatların Öğütülme İnceliğinin Hesaplanması

Bu metot ring-test'e tabii tutulmamıştır.

METOT 7

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

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

PATLAMAYA DAYANIM TESTİNİN TARİFİ

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

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

Ek yeri bulunmayan çelik tüp

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

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

METOT 7. 1
TERMİK ÇEVİRİMLERİN UYGULANMASI İLE İLGİLİ METODLAR

1.

KAPSAM VE UYULAMA SAHASI

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

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

2.1. **Uygulama alanı**

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

2.2. **Ana kurallar ve tanımlamalar**

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

2.3. **Aletler**

Normal laboratuvar aletleri, özellikle :

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

-Her biri 150 ml'lik erlenler

2.4. **İşlemler**

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

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

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

3. **PATLAMAYA DAYANIM TESTİNDE KULLANILACAK TERMİK ÇEVİRİMLER**

3.1. **Uygulama sahası**

Bu işlem patlama testi uygulanmadan önceki termik çevrimler içindir.

3.2. **Ana kurallar ve tanımlamalar**

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

3.3. **Aletler**

-Minimum ısıtma ve soğutma hızı 10°C/saat olan 20-51°C sıcaklık aralığına termostatlı bir adet su banyosu veya biri 20 °C diğeri 51 °C'a termostatlı 2 adet su banyosu. Banyo(lar) daki su devamlı karıştırılır, banyo hacmi suyun yeterli sirkülasyonunu sağlayacak kadar geniş olmalıdır.

-Ortasında termokapısı bulunan her tarafı su sızdırmaz paslanmaz çelik bir kap. Kabın dış genişliği 45 (± 2) mm ve kap kalınlığı da 1,5 mm'dir (şekil 9'a bakınız). Kabın yüksekliği ve uzunluğu su banyosunun boyutlarına uygun olarak seçilebilir, örneğin uzunluk 600 mm ve yükseklik 400 mm.

3.4. **İşlem**

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

METOT 7.2

YAĞ TUTMA TAYİNİ

1. KAPSAM VE UYGULAMA SAHASI

Bu bölüm yüksek azotlu amonyum nitrat gübrelere yağ tutulması ile ilgili işlemleri tanımlamaktadır. Bu metod, yağda çözünen maddeler içermeyen prill ve granül gübrelere uygulanabilir.

2. TANIM

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

3. ANA PRENSİP

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

4.

AYIRIÇLAR

Gaz yağı

Max.akışkanlık: 5 mPas, 40 °C derecede

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

Kükürt miktarı : $\leq$ % 1.00 (m/m)

Kül miktarı : $\leq$ % 0.1 (m/m)

5. ALETLER

Sıradan laboratuvar aletleri ve:

5.1. Tartı aleti, 0.01 grama kadar tartabilen.

5.2. Cam kaplar, 500 ml'lik

5.3. Huniler, plastik materyalden yapılmış, tercihen üst kısmında silindirik duvarı olan, çapı yaklaşık 200 mm.

5.4. Test eleği, 0.5 mm'lik deliklere sahip, huni içine yerleşebilen (5.3).

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

5.5. Süzgeç kağıdı, hızlı süzebilen, krep edilmiş, yumuşak ve 150 g/m² ağırlıkta.

5.6. Emici kağıt mendil (laboratuvarda kullanılan cinsten)

6. İŞLEMLER

6.1. Aynı test numunesinin iki ayrı numunesinde iki ayrı tayin yapılır.

6.2. Bir test eleği (5.4.) kullanmak suretiyle 0.5 mm den küçük parçacıkları ayırın. Ağırlığı yaklaşık olarak 0.01 g olan taneciklerden 50 g numune tartıp behere aktarın (5.2). Prilleri veya granülleri tamamen örtecek şekilde yeterli miktarda gaz yağı (bölüm 4) ilave edin. Karışımı dikkatli biçimde karıştırarak prillerin veya granüllerin her tarafının ıslanmasını sağlayın. Bir saat camıyla beherin ağzını kapatın ve 25 ($\pm$ 2) °C'da 1 saat kadar bekletin.

6.3. Cam kaptaki karışımın tümünü içersinde bir test eleği (5.4.) bulunan bir huniden (5.3) geçirerek süzün. Elek tarafından tutulan test edilen miktarı 1 saat kadar o halde elek üzerinde bekletin. Böylece numunedeki fazla yağların akıp gitmesine izin verilmiş olur.

6.4. İki adet süzgeç kağıdını (5.5.) temiz bir laboratuvar bankosu üzerine düzgün olarak serin (yaklaşık 500x500 mm büyüklüğünde). Taneciklerin kenarlardan akmasını önlemek üzere, kağıdı uçlarından kıvrıyarak alt kısmında 40 mm genişlikte bir taban olacak şekilde toplayın. Süzgeç kağıtlarının ortasına iki tabaka emici kağıt mendil (5.6.) yerleştirin ve bunların üzerine elekte alıkonmuş durumda bekleyen tüm kalıntıyı aktarın. Gerekirse tanecikleri yaymak için yumuşak bir fırça kullanabilirsiniz. İki dakika kadar sonra kağıt mendildeki tanecikleri süzgeç kağıdından süzün. Tekrar bir başka süzgeç kağıdı çıkarıp banko üzerine yayın ve aynı işlemi tekrarlayın. Bu sefer taneciklerin üzerine biraz basınç yapabilirsiniz. Her bir 8 denemeden sonra ara verin ve tekrar başa dönüp işlemi tekrarlayın. Tam olarak 4 adet hareket tamamlayın : önce ikisi yelkovan yönünde, diğer ikisi yelkovanın tersi yönünde olmalıdır sonra tanecikleri tekrar ortaya doğru yuvarlayın. Anlatılan bu işlem 3 defa tekrarlanmalıdır. (24 sirküler hareket, kenarlardan da ikişer defa kaldırarak). Dikkatlice yeni bir kağıt ile dipte kalan kalıntıları da süzün. Tanecikleri yeni bir süzgeç kağıdı ile örtün ve yukarıda anlatılan işlemi tekrarlayın. Derhal tanecikleri darası alınmış bir cam tabağa aktarın, yeniden tartın. Böylece tanecikler tarafından tutulan gaz yağı miktarını bulun.

Yuvarlama işleminin tekrarlanması ve yeniden tanıtım

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

7. SONUÇLARIN İFADE EDİLMESİ

7.1. Hesaplama metodu ve formül

Her tayinde (6.0) yağ tutulması elenmiş test numunesinin kütlesinin bir yüzdesi olarak ifade edilir ve

aşağıdaki denkleme göre hesap edilir:

$$m_2 - m_1$$

Yağ tutulması = ----- x 100

m_1

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

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

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

METOT 7.3

YANICI MADDELERİN TAYİNİ

1. KAPSAM VE UYGULAMA SAHASI

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

2. ANA PRENSİP

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

3. AYIRACLAR

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

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

3.3. Gümüş nitrat: 0.1M solüsyon :

3.4. Baryum hidroksit:

Baryum hidroksitten [$(Ba(OH)_2 \cdot 8H_2O)$ 15 g kadar tartın ve sıcak suda tamamen çözünmesini sağlayın. Soğumasına izin verin ve daha sonra 1 litrelik bir cam kaba aktarın. İşaretleli yere kadar doldurun ve karıştırın. süzgeç kağıdından süzün.

3.5. Hidroklorik asit : 0.1M standart solüsyon

3.6. Sodyum hidroksit : 0.1M standart solüsyon

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

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

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

3.10. Demineralize su: karbondioksitin çıkarılması için yeni kaynatılmış.

4.

ALETLER

4.1. Standart laboratuvar aletleri, özellikler :

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

4.2. Sıkıştırılmış azot

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

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

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

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

4.3.4. 200 mm uzunlukta çift yüzeyli kondanser C.

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

4.3.6. Drechsel şişesini soğutmak için bir buz banyosu E.

4.3.7. İki absorpsiyon kabı F_1 ve F_2 , 32-35 mm çapında, 10mm düşük-gözenekli sinterize cam bulunan bir gaz distribütörü.

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

Uyarı :

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

5. İŞLEM

5.1. Numunenin analizi

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

5.2. Karbonatların uzaklaştırılması

Reaksiyon kabı B içerisine analizi yapılacak olan numuneyi yerleştirin. Üzerine 100 ml H₂SO₄ ilave edin. Ortam sıcaklığında piriller veya granüller hemen hemen 10 dakika gibi bir sürede çözünmeye başlarlar. Şekilde belirtildiği gibi aygıtın parçalarını yerleştirin. Absorpsiyon tüpünün bir ucunu (A) geri dönüşsüz bir akım aletiyle (667-800 Pa basınç bulunan) azot kaynağına (4.2) ve diğer ucu reaksiyon kabına giren besleyici tüpe bağlayın. Vigreuz bölümlü kolonunu (C) ve soğuk suya bağlı kondenseri yerleştirin. Azotu ayarlayarak solüsyon içerisinden orta derecede bir hızla akışını sağlayın. Solüsyonun kaynama noktasına gelmesine izin verin. 2 dakika kadar kaynatın. Bu zaman sonunda artık hiçbir suretle kabarcık olmamalıdır. Eğer hala kabarcıklar veya küçük baloncuklar görülüyorsa 30 dakika daha ısıtmaya devam edin içinden azot akar iken solüsyonu en az 20 dakika soğumaya bırakın.

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

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

5.3. Oksidasyon ve absorpsiyon

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

İçerisindeki sıvı kaynayıncaya 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 solüsyonu berrak olduğu sürece herhangi bir problem yok sayılır. Aksi halde testin tekrarlanması gerekecektir. Isıtma işlemini durdurun ve mengeneyi gevşetin. Artık baryum hidroksiti bertaraf etmek üzere distribütörlerin içini ve dışını iyice çalkalayarak yıkayın. Artık suları birbiriyle uyumlu bir absorberde toplayın. Tayin işleminin yapılacağı 600 ml'lik cam kapta distribütörleri ardarda sıralayın.

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

5.4. Organik materyallerden kaynaklanan karbonatın tayini

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

Solüsyonu kaynama noktasına kadar ısıtın ve en fazla 1 dakika daha kaynamasına izin verin. Çökeltinin sıvı içerisinden 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 nitratın katalizör olarak görev yaptığı reaksiyonda organik maddeler için yeterli bir değerdir.

METOT 7. 4

pH DEĞERİNİN TAYİNİ

1. KAPSAM VE UYGULAMA SAHASI

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

2. ANA PRENSİP

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

3. AYIRACLAR

Destile veya demineralize su, karbondioksitten arındırılmış.

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

3.40 (± 0.01) g potasyum hidrojen orto-fosfat (KH_2PO_4) yaklaşık 400 ml suda çözündürülür. Daha sonra 3.55 (± 0.01) g disodyum hidrojen orta-fosfat (Na_2HPO_4) yaklaşık 400 ml suda çözündürülür. Her iki solüsyonu kayıp vermeden 1000 ml'lik bir standart cam kaba aktarın, yerini işaretleyin ve karıştırın. Solüsyonu hava geçirmeyen bir şişede saklayın.

3.2. Tampon solüsyon, pH=4, 20 °C'da

10.21 (± 0.01) g potasyum hidrojen flatı ($KHC_4O_4H_4$) suda çözündürün. Kayıp vermeden 1000 ml'lik bir standart behere aktarın. Yerini işaretleyin ve karıştırın.

Solüsyonu hava geçirmeyen bir şişede saklayın.

3.3. Kullanma hazır ticari pH solüsyonları kullanılabilir.

4. ALETLER

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

5. İŞLEM

5.1. pH metrenin kalibrasyonu

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

5.2. Tayin

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

6. Sonuçların ifade edilmesi

pH metredeki sonuçları 0,1 hassasiyetinde ifade edin, kullanılan sıcaklığı belirtin.

METOT 7. 5

TANE BÜYÜKLÜĞÜNÜN TAYİNİ

1. KAPSAM VE UYGULAMA SAHASI

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

2. PRENSİP

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

3. ALETLER

3.1. Sırasıyla 2.0 mm, 1.0 mm ve 0.5 mm'lik delikleri bulunan 200 mm çapında örgü tellerden yapılmış elekler ve her biri için bir kapak. Elekler için bir adet alıcı.

3.2. 0.1 grama kadar tartan terazi.

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

4.

İŞLEM

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

4.2. 0.1 g hassasiyetine numunelerden birini tartın.

4.3. Elek yuvalarını aşağıdan yukarıya bakacak şekilde ayarlayın. Sırasıyla 0.5 mm, 1 mm ve 2 mm'lik alıcılar kullanılmalı. Tartılmış test edilen miktarı en üstteki eleğin üzerine koyun ve üstünü bir kapakla örtün.

4.4. Hem dikey hem de yatay pozisyonda, elle yada mekanik olarak elekleri sallayın, ara sıra elle elek kenarına vurun. Bu işleme 10 dakika kadar devam edin veya her elekten dakikada geçen miktarın 0.1 gramdan az olmamasına dikkat edin.

4.5. Zaman dolunca her bir elekte kalan miktarı toplayın. Gerekirse yumuşak bir fırça ile tersinden fırçalayın.

4.6. Her elekte toplanan miktarı en az 0.1 g hassasiyetinde tartın.

5. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ

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

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

0.5 mm'lik elekte kalan miktarı hesaplayın : % B

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

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

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

6. SONUÇLARIN İFADE EDİLMESİ

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

METOT 7. 6
KLOR TAYİNİ (KLORÜR İYONU OLARAK)

1. KAPSAM VE UYGULAMA SAHASI

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

2. PRENSİP

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

3. AYIRACLAR

Destile su yada demineralize su, klorür iyonlarından içermeyen.

3.1. Aseton AR

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

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

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

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

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

4.

ALETLER

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

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

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

4.3. Manyetik karıştırıcı, teflon kaplanmış çubuklu.

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

5. İŞLEMLER

5.1. Gümüş nitrat solüsyonunun standardize edilmesi

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

Bir kaba 5 ml nitrik asit solüsyonu (3.2) , 120 ml eseton (3.1) +koyun ve toplam hacim 150 ml oluncaya kadar yeterince su ilave edin. Manyetik karıştırıcıya ait çubuğu kabın içersine yerleştirin (4.3) ve karıştırıcıyı harekete geçirin. 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 potansiyelini bir yere not alın.

Kullanılmakta olan standart referans potasyum klorür solüsyonuna uygunluk gösteren gümüş nitrat solüsyonunu, bir mikropipet yardımıyla, sırasıyla 4 veya 9 ml.lik miktarlarda ilave edilmek suretiyle titrasyon işlemine başlayın. 0.004 M 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 bekleyin.

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

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

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

V_0 : Gümüş nitrat solüsyonunun ml olarak miktarı ∇_1E nin maksimum artış değerlerinden daha düşük hacme sahip

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

b : (V_2E) ile ilgili en son pozitif değer

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

5.2. Boş test

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

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

$$V_4 = 2V_3 - V_2$$

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

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

5.3. Kontrol testi

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

5.4. Tayin

Numuneden 10 mg ile 20 mg arasında bir porsiyon alın ve tam olarak tartın (en yakın 0.01 grama kadar). Kantitatif olarak 250 ml lik bir cam kaba aktarın. Üzerine 20 ml su + 5 ml nitrik asit solüsyonu (3.2) + 120 ml aseton (3.1) ilave edin ve toplam hacim 150 ml olana kadar suyla tamamlayın.

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

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

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

6. SONUÇLARIN İFADE EDİLMESİ

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

Aşağıda belirtilen formül ile klor miktarı yüzdesini hesaplayın :

$$0.03545 \times T \times (V_5 - V_4) \times 100$$

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

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

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

V_5 : 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)	V_1E	V_2E
4.80	176		
4.90	211	35	+37
5.00	283	72	-49
5.10	306	23	-10
5.20	319	13	

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

METOT 7. 7 BAKIR TAYİNİ

1. KAPSAM VE UYGULAMA SAHASI

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

2. PRENSİP

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

3. AYIRACILAR

- 3.1. Hidroklorik asit, (yoğunluk 20 °C derecede = 1.18 g/ml.)
- 3.2. Hidroklorik asit çözümü 6 M
- 3.3. Hidroklorik asit çözümü 0.5 M
- 3.4. Amonyum nitrat
- 3.5. Hidrojen peroksit, %30 w/v
- 3.6. Bakır çözümü⁽¹⁾ (stok) : 1 gram (0.001 g hassasiyetinde) saf bakır tartın ve 25 ml, 6 M hidroklorik asit çözümü içerisinde çözün(3.2.), Üzerine 5 ml hidrojen peroksit ilave edin(3.5). Daha sonra su ile 1 litreye tamamlayın. Hazırlanan bu çözümü 1 ml'inde 1000 µg bakır (Cu) bulunur.
- 3.6.1. Seyreltik bakır çözümü : 10 ml kadar bakır çözümünü (stok) su ile 100 ml'ye seyreltin. Oluşan çözünden yine 10 ml kadar alın ve suyla 100 ml'ye tamamlayın. Hazırlanan bu seyreltik çözümün 1 ml'inde 10 µg bakır (Cu) bulunur.

Bu çözümü, kullanılacağı zaman hazırlanmalıdır.

4. ALETLER

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

5.

İŞLEMLER

- 5.1. Analiz için bir çözümün hazırlanması
Numunedan (0.001 g hassasiyetinde) 25 gram kadar tartın ve 400 ml'lik bir cam kaba aktarın. Üzerine dikkatle 20 ml hidroklorik asit ilave edin(3.1) (dikkat : karbondioksitin açığa çıkması(oluşumu) nedeniyle hafif şiddetli bir reaksiyon meydana gelebilir). Gerekiyorsa hidroklorik asitten biraz daha ilave edin. Köpürme olayı sona erdiğinde, arada bir cam bir çubuk ile karıştırarak bir buhar banyosunda hazırlanan preparatı kuruyana kadar tutun. Üzerine 6 M hidroklorik asit çözümü (3.2) ve 120 ml su ilave edin. Cam bir çubukla karıştırın. Cam çubuğu kabın içerisinde bırakın ve kabın ağzını bir saat camıyla örtün. Çözülme işlemi sona erinceye kadar çok yavaş bir şekilde çözümü 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, çözümü 250 ml'lik bir cam erlene kantitatif olarak aktarın. İşaretleli yere kadar 0.5 M hidroklorik asit ile doldurun (3.3) ve dikkatlice karıştırın.
İlk 50 ml'lik miktarı atın ve bakır içermeyen bir süzgeç kağıdından süzün.
 - 5.2. Boş çözümü
İçerisinde numune bulunmayan bir boş çözümü hazırlayın ve son sonuçların hesaplanması için saklayın.
 - 5.3. Tayin
 - 5.3.1. Numune ve boş test çözümlerinin hazırlanması
Numune çözümünü (5.1) ve boş test çözümünü (5.2) spektrofotometrenin optimal ölçüm sahası içerisinde kalacak şekilde 0.5 M hidroklorik asit çözümü (3.3) ile belli bir bakır konsantrasyonuna ulaşana kadar seyreltin. Normalde bu çözümü ayrıca bir seyreltme gerekli olmayacaktır.
 - 5.3.2. Kalibrasyon çözümlerinin hazırlanması
Standart çözümü (3.6.1) yı 0.5 M hidroklorik asit çözümü(3.3) ile seyreltmek suretiyle, spektrofotometrenin optimal ölçüm sahası (0-0.5 mg/l Cu) içerisinde kalacak şekilde en az 5 adet standart çözümü hazırlayın. İşaretleli yere kadar çözümü tamamlamadan önce, her çözümü amonyum nitrat (3.4) ilave etmek suretiyle, her bir mililitrede 100 mg'lık bir konsantrasyona ulaşılmasını sağlayın.
 - 5.4. Ölçüm
Okside edici bir hava/asetilen alevi kullanarak spektrofotometrenin (4) dalgaboyunda 324.8 nm ye ayarlayın. Hazırlanmış olan kalibrasyon çözümünü (5.3.2), numune çözümünü ve boş çözümü (5.3.1) ardı ardına üç defa püskürtün. Her püskürtme arasında aleti destile suyla yıkayın. Ordinat olarak kullanılan her standardın ortalama absorban eğrisini ve apsis olarak da bakır konsantrasyonunu (µg/ml olarak) göz önüne alarak gerekli işaretlemeleri yapın.
Elde edilen kalibrasyon eğrisini referans olarak kullanarak, final numune ve boş çözümlerindeki bakır konsantrasyonunu saptayın.
6. SONUÇLARIN İFADE EDİLMESİ
Test numunesinin ağırlığını hesaba katarak, analiz işlemi süresince yapılan seyreltmeleri ve boş çözünden elde edilen değerleri göz önüne alarak numunedeki bakır miktarını mg Cu/kg olarak saptayın.

⁽¹⁾ Ticari standart bakır çözümleri kullanılabilir

⁽²⁾ Whatman 541 veya buna eşdeğer

4.1. KAPSAM VE UYGULAMA SAHASI

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

4.2. PRENSİP

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

4.3. MALZEMELER

- 4.3.1. %83-86 arasında pentrit içeren plastik patlayıcı
Yoğunluk: 1500-1600 kg/m³
Patlama hızı : 7300-7700 m/s
Ağırlık : 500 (± 1) gram
- 4.3.2. Metalik kolu bulunmayan 7 birim uzunlukta bükülebilen ateşleyici tel, dolu ağırlığı : 11-13 g/m
Her bir telin uzunluğu : 400 (± 2) mm
- 4.3.3. Sekonder patlayıcının sıkıştırılmış saçma taneleri (patlayıcı içerisindeki bir girintiye yerleştirilmiş)
Patlayıcı : heksojen/balmumu 95/5 veya tetril yada benzer sekonder patlayıcı maddeler (grafit ilave edilmiş yada edilmemiş)
Yoğunluk:1500-1600 kg/m³
Çap: 19-21 mm
Yükseklik 19-23 mm
Patlayıcıya kadar uzanan merkezi aralık : çapı 7-7.3 mm, derinliği 12 mm
- 4.3.4. Paslanmaz çelikten tüp (ISO 65/1981/ağır olarak tanımlanan)
Serisi : Nominal boyutları DN 100 (4'')
Dış çapı : 113.1-115.0 mm
Duvar kalınlığı: 5.0-6.5 mm
Uzunluğu: 1005 (± 2) mm
- 4.3.5. Alt levha
Materyal : sağlam kaynaklanmış ve iyi kalite çelikten imal edilmiş çelik.
Boyutları: 160 x 160 mm
Kalınlığı : 5-6 mm
- 4.3.6. Altı adet kurşun silindir
Çapı : 50 (± 1) mm
Yüksekliği: 100-101 mm
Materyaller: yumuşak kurşun (en az %99.5 saflıkta)
- 4.3.7. Çelik kütükler
Uzunluğu: en az 1000 mm
Genişliği : en az 150 mm
Yüksekliği: en az 150 mm
Ağırlığı : en az 300 kg (eğer çelik kütükler için destekli bir taban bulunmuyorsa)
- 4.3.8. Güçlendirilmiş patlayıcı şarj edilmesi için plastik yada mukavvadan imal edilmiş silindirler
Duvar kalınlığı: 1.5-2.5 mm
Çap: 92-96 mm
Yükseklik: 64-67 mm
- 4.3.9. Patlatıcı (elektrikli yada elektriksiz), 8-10 patlama gücünde.
- 4.3.10. Tahta disk
Çapı: 92-96 mm (plastik yada mukavva silindirlerin (4.3.8) iç çapına uygun olup yerleşebilmeli)
Kalınlığı : 20 mm
- 4.3.11. Patlatıcı (4.3.9) ile aynı çap ve boyutlarda olan tahta çubuk.
- 4.3.12. Toplu iğneler (maksimum uzunlukları 20 mm) ve tabanca zımba teli
- ## 4.4. İŞLEM
- 4.4.1. Çelik tüpün içersine yerleştirilmek üzere ateşleyicinin hazırlanması.
Elde mevcut donanıma göre patlayıcıyı harekete geçirmek için 2 metod vardır.
- 4.4.1.1. 7 noktalı simültane ateşleyici
Şekil 9'da gösterildiği gibi ateşleyici hazırlanır.
- 4.4.1.1.1. Tahta diskin (4.3.10) merkezine, diskin eksenine paralel gelecek şekilde delikler açın. Delikler 55 mm çapında konsantrik bir daire üzerinde simetrik olarak açılmalıdır. Kullanılan ateşleyici telin çapı göz önünde tutularak delik yerlerinin çapı 6-7 mm (Şekil 11 Bölüm A-B'ye bakınız) olmasına dikkat edilmelidir(4.3.2).
- 4.4.1.1.2. Bükülebilen ateşleyici telden her biri 400 mm uzunlukta olmak üzere 7 adet kesin (4.3.2). Uçları patlayıcı madde kaybına neden olmayacak şekilde düz olarak kesmeye dikkat edin ve derhal her ucu bir yapıştırıcı ile kapatın. Tahta diske (4.3.10) açılan deliklerden hazırlanan bu ateşleyici telleri diskin öbür tarafında uçları birkaç cm dışarda kalacak şekilde geçirin. Daha sonra her biri 5-6 mm uzaklıkta olmak üzere toplu iğneleri (4.3.12) ateşleyici telin sarılı bulunduğu tekstilin ucuna tutturun ve 2 cm genişliğinde yapıştırıcı bir bant ile hazırladığınız patlayıcı materyallerini çepeçevre sarın. Son olarak, tahta diskle temas etmesini sağlamak üzere ateşleyici telin uçlarını alttan çekerek toplu iğnelerin tahta diskle temas etmesini sağlayın.

- 4.4.1.1.3. Plastik patlayıcı materyali (4.3.1) 92-96 mm lik bir silindir oluşturacak şekilde ve 3.8 de belirtilen silindire uygun olarak biçimlendirin. Bu silindiri dik olarak yatay bir yüzey üzerine yerleştirin ve biçimlendirmiş olduğunuz patlayıcıyı içersine koyun. Daha sonra silindirin üst kısmına gelecek şekilde 7 adet ateşleyici tel bulunan tahta diski yerleştirip hafifçe aşağıya doğru bastırın. Silindirin yüksekliği (64-67 mm) üst ucu dışarıya taşmayacak şekilde olmalı ve tahtaya düz olarak yerleştirilmelidir. Son olarak silindiri tahtaya tellerle çepeçevre sarın.
- 4.4.1.1.4. Tahta çubuğun (4.3.11) etrafına bu 7 adet eşit uzunluktaki ateşleme tellerini uçlarını toplayarak sarın. Telin uçları tahta çubuğa dikey bir düzlemde duracak şekilde yerleştirilmelidir. Yapışkanlı bir bant ile hepsini emniyetli bir biçimde çepeçevre sarın⁽²⁾.
- 4.4.1.2. Sıkıştırılmış saçma taneleriyle patlamanın başlatılması
- 4.4.1.2.1. Ateşlemenin yapılması için hazırlanan patlayıcı ile ilgili şema şekil 12’de gösterilmiştir.
- 4.4.1.2.1. Sıkıştırılmış saçma tanelerinin hazırlanması
- Gerekli emniyet önlemleri alarak 10 gram kadar sekonder patlayıcıyı(4.3.3) iç çapı 19-21 mm olan bir kalıp içersine yerleştirin ve belirtildiği gibi biçimlendirip hafifçe bastırın.
- Çap ve yüksekliğinin birbirine oranı yaklaşık 1:1 olmalıdır.
- Kalıbın alt kısmının ortasında 12 mm yükseklikte ve 7.0-7.3 mm çapında, kullanılan patlayıcıya göre ayarlı bir mandal bulunmaktadır. Bu mandal patlayıcının kartuş içersinde yerleştirilmesi sırasında şekil verilmesi açısından gerekli olacaktır.
- 4.4.1.2.2. Ateşleyicinin hazırlanması
- Silindirin içersine düz bir düzlem üzerinde dik olarak plastik patlayıcıyı (4.3.8) yerleştirin ve patlayıcıya silindirik bir biçim verecek şekilde tahta bir çubukla hafifçe bastırın. Ortasında açılan yuvalara saçma tanelerini doldurun ve üzerini içersine patlayıcıyı yerleştirebilecek kadar ortasında bir delik (7.0-7.3 mm) çapında) bulunan tahta bir disk(4.3.10) ile kapatın. Tahta diski ve silindiri yapışkan bir bant ile çaprazlama sakın. Tahta disk üzerinde açılan deliklerle içersine doldurulan patlayıcının tahta bir çubukla gereği kadar sıkıştırılmış olmasına dikkat edin(4.3.11).
- 4.4.2. Patlama testi için çelik tüplerin hazırlanması
- Çelik tüpün ucuna (4.3.4) birbirlerine ters yönde çapları 4 mm olan 2 delik açın. Delikler tüpün yan duvarına dik durumda olmalı ve kenardan 4 mm’lik bir mesafede bulunmalıdır.
- Alt levhadaki(4.3.5) sağ açığı tamamiyle kapatacak şekilde alt plakayı tüpün diğer ucuna kaynak yapmak suretiyle birleştirin. Aynı kaynak yapılmış metal ile tüpü çepeçevre sarın.
- 4.4.3. Çelik tüpün doldurulması ve boşaltılması
- (Şekil 11,12 ve 13’e bakınız:)
- 4.4.3.1. Test numunesi, çelik tüp ve ateşleyici şarj 20 °C (± 5)’e tutularak ısıları ayar edilmelidir. İki patlama testinin yapılması için 16-18 kg test numunesi gerekli olacaktır.
- 4.4.3.2. Tercihen beton olmak üzere düz ve sert bir zemin üzerinde kare bir altlık üzerine tüpü dik bir durumda olacak şekilde yerleştirin. Tüp yüksekliğinin 1/3 üne kadar test numunesinden doldurun ve 10 cm lik yükseklikten 5 defa yere doğru vurarak tenciklerin/granüllerin sıkıca yerleşmelerini sağlayın. Sıkıştırma işlemini hızlandırmak için çelik tüpün kenarına 10 defa 750-1000 gram lık bir çekiçe vurun.
- Bu doldurma metodunu tüpün diğer tarafında da aynen uygulayın. Son olarak bir ilave işlem olarak tüpü 10 defa daha yere vurarak (toplam 20 defa) tüp kenarından 70 mm’lik bir mesafede doldurulması temin edin.
- Numunenin doldurulma yüksekliği,çelik tüpün içi ile uymasağlamak zorundadır numunenin tüm yüzeyini kaplaması açısından daha sonra büyük önem taşıyacaktır.(4.4.1.1.) veya(4.4.1.2)
- 4.4.3.3. Tüp içersine ateşleyici şarjı yerleştirerek numune ile temas ettirin. Tahta diskin üst yüzeyi, tüp kenarından en az 6 mm kadar aşağıda olmalıdır. Patlayıcı ile numune arasında kesin olarak bir temas olup olmadığını kontrol edin (gerekirse küçük miktarlar halinde numune ilave etmeye devam edin). Şekil 11 ve 12’de gösterildiği gibi ayırıcı iğnelerin tüp kenarının açık ucunun yakınında bulunan deliklerden geçirilmiş olmasına ve ayaklarının tüpe dayandığından emin olunmalıdır.
- 4.4.4. Çelik tüpün ve kurşun kütüklerin pozisyonlarının ayarlanması
- 4.4.4.1. Kurşun silindirlerin alt yüzeylerini (4.3.6) 1’den 6 ya kadar numaralandırın. Yatay duran çelik silindirin (4.3.7) ortasına merkezden 150 mm mesafede 6 adet işaret yapın (ilk işaret kütüğün kenarından en az 75 mm mesafede olmalıdır). Her bir işaretin üzerine dik olarak bir çelik silindir yerleştirin (alt tabanları aşağıya gelecek şekilde).
- 4.4.4.2. (4.4.3)e göre hazırlanan çelik tüpü kurşun kütüklerin üzerine yatay olarak yerleştirin, öyle ki, çelik kütüğün merkez çizgisine paralel duran tüp ve tüpün kaynak olmuş kenarı 6 numaralı kurşun silindirden 50 mm ötesine uzanabilsin. Tüpün yuvarlanmasını önlemek üzere, kurşun silindirin ayakları ile tüpün duvarı (her biri bir tarafında bulunan) arasına küçük tahta destekler koyun.
- Not : Tüpün altı kurşun silindirin hepsiyle temas ettiğinden emin olunuz : tüp yüzeyindeki az bir eğiklik tüpü uzunlamasına eksen etrafında döndürerek giderilebilir : kurşun silindirlerden birisi çok uzunsa bu silindiri istenilen yüksekliğe kadar çekiç ile dikkatlice alçaltınız.
- 4.4.5. Patlama testinin hazırlanması
- 4.4.5.1. (4.4.4)’e göre ayar edilmiş aleti tercihen bir yer altı sığmağına yada kullanılmayan bir kömür yada maden tüneli içersine yerleştirin. Patlamadan önce tüpün sıcaklığının 20 °C (± 5)’ da bulunduğundan emin olun.
- Not : Eğer patlatma işlemi için öngörülen yerler uygun değilse üzeri tahtalarla örtülmüş bir çukurda da patlatma işlemi yapılabilir. Patlama sırasında büyük bir kinetik enerji ile metal parça ve levhaların çevreye saçılma olasılığı çok yüksek olduğundan, işlem yerleşim bölgelerinden veya benzeri bölgelerden yeterli

- emniyet mesafesinde bulunmalıdır.
- 4.4.5.2. Eğer 7 başlıklı ateşleyici şarjı kullanılacak ise, ateşleyici tellerin de tanımlandığı gibi uzatılmış olduğundan ve mümkün olduğu kadar dikey sarılı bulunduğundan emin olunmalıdır(4.4.1.1.4).
- 4.4.5.3. Son olarak, tahta çubuğu çıkartın ve yerine ateşleyiciyi yerleştirin. Test personeli ve kendiniz tehlikeli sahanın dışına çıkarılmadan kesinlikle ateşlemeyi başlatmayın.
- 4.4.5.4. Patlatıcısının ateşlenmesi.
- 4.4.6. Patlama sonrası meydana gelen gazların ortamdan kaybolması için gerekli zamanı verin ve kurşun silindirleri toplayın ve bir sürmeli kumpas ile yüksekliklerini ölçün. 100 mm'lik orijinal yüksekliği göz önüne alarak işaretlenmiş kurşun silindirlerdeki sıkışmayı yüzde olarak ifade ederek kaydedin. Eğer silindirler tamamen ezilmişlerse en yüksek ve en düşük değerleri kaydederek ortalama değeri hesaplayın.
- 4.4.7. Gerekiyorsa, patlama hızının devamlı olarak ölçülebilenmesi için bir prob (sonda) kullanılabilir. Prob boylamasına yada yanlamasına tüp kenarına yerleştirilmiş olmalıdır.
- 4.4.8. Her numuneye iki patlama testi uygulanmalıdır.
- 4.5. TEST RAPORU**
- Her patlama testinin ardından aşağıda belirtilen parametrelere göre bir test raporu hazırlanacaktır :
- Çelik tüpün dış çapı ve duvar kalınlığı ile ilgili kesin değerler
 - Çelik tüpün Brindel sertliği ile ilgili değer.
 - Ateşlemeden hemen önce test tüpü ve test numunelerinin sıcaklığı.
 - Çelik tüp içersinde bulunan numunenin yoğunluğu (kg/m^3)
 - Ateşlemeden sonra her iki çelik silindirin yüksekliği, yanında silindir numarası belirtilmiş olarak.
 - Ateşleme şarjının başlatılması için kullanılan metod.
- 4.5.1. Test sonuçlarının değerlendirilmesi
- Eğer her patlamada en az bir kurşun silindirdeki sıkışma % 5'i geçmemişse test kesin başarılı olmuş sayılacak ve test numunesinin bu Yönetmelik Metot 7 de tarif edilen patlamaya dayanım testinde tanımlanan şartlara uygun olduğu belirtilecektir.
- (¹) Diskin yarıçapı silindirin iç yarıçapına eşit olmak zorundadır.
- (²) NB: When the six peripheral lengths of cord are taut after assembly, the central cord must remain slightly slack.

METOT 8

GENEL HÜKÜMLER

1. Reaktifler

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

2. Su

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

3. Laboratuvar malzemesi

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

İKİNCİL ELEMENTLER

METOT 8.1

SÜLFAT FORMUNDA BULUNAN TOPLAM KALSİYUMUN, TOPLAM MAGNEZYUMUN, TOPLAM SODYUMUN VE TOPLAM KÜKÜRDÜN EKSTRAKSİYONU

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

Bu metot ring-test'e tabii tutulmamıştır.

METOT 8.2

DEĞİŞİK FORMLARDA BULUNAN TOPLAM KÜKÜRDÜN BELİRLENMESİ

EN 15925: Değişik Formlarda Bulunan Toplam Kükürdün Belirlenmesi

Bu metot ring-test'e tabii tutulmamıştır.

METOT 8.3

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

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

Bu metot ring-test'e tabii tutulmamıştır.

METOT 8.4

ÇEŞİTLİ FORMLARDAKİ SUDA ÇÖZÜNÜR KÜKÜRDÜN EKSTRAKSİYONU

EN 15961: Çeşitli Formlardaki Suda Çözünür Kükürdün Ekstraksiyonu

Bu metot ring-test'e tabii tutulmamıştır.

METOT 8.5

ELEMENTEL KÜKÜRDÜN EKSTRAKSİYONU VE HESAPLANMASI

EN 16032: Elementel Kükürdün Ekstraksiyonu ve Hesaplanması"

Bu metot ring-test'e tabii tutulmamıştır.

METOT 8.5

ELEMENTEL KÜKÜRDÜN EKSTRAKSİYONU VE HESAPLANMASI

EN 16032: Elementel Kükürdün Ekstraksiyonu ve Hesaplanması

Bu metot ring-test'e tabii tutulmamıştır.

METOT 8.6

OKSALAT ŞEKLİNDE ÇÖKELTİRİLDİKTEN SONRA AYRILAN KALSİYUMUN MANGANİMETRİK TAYİNİ

1. Amaç

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

2. Uygulama alanı

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

3. Prensip

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

4. Reaktifler

4.1. Sulandırılmış hidroklorik asit.

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

4.2. Sulandırılmış sülfürik asit 1:10.

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

4.3. Amonyak solüsyonu, 1:1

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

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

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

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

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

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

4.9. 0,02 M standart potasyum permanganat solüsyonu.

5. Aletler

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

5.2. Sıcak su banyosu

6. Analiz edilecek olan numunenin hazırlanması

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

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

7. Kalsiyum oksalatının çökeltilmesi

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

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

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

8. Çökeltilmiş oksalatın titrasyonu.

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

9. Sonuçların ifade edilmesi

Gübrenin kalsiyum (Ca) içeriği eşittir :

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

n = kullanılan permanganatın mililitre sayısı,

m = numune miktarı, gr cinsinden

V_2 = numunenin hacmi, ml cinsinden

V_1 = ayrıştırılan solüsyon hacmi, ml cinsinden

t = permanganat solüsyonunun litrede mol yoğunluğu

CaO (%) = Ca (%) x 1,400

METOT 8.7

ATOMİK ABSORPSİYON SPEKTOMETRİSİ İLE MAGNEZYUM MİKTARININ BELİRLENMESİ

1. Amaç

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

2. Uygulama alanı

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

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

3. Prensip

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

4. Reaktifleri

4.1. Hidroklorik asit solüsyonu 1 M

4.2. Hidroklorik asit solüsyonu 0,5 M

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

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

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

Veya

4.3.3. Ticari standart solüsyon

Bu gibi solüsyonların kontrolünden laboratuvarlar sorumludur.

4.4. Stronyum klorür solüsyonu

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

5. Aletler

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

6. Numunenin hazırlanması

8.1 ve 8.3 metotlarına bakınız.

7. Metot

6.1. 7.1. Eğer gübrenin beyan edilen magnezyum oranı (Mg) % 6'dan (%10 MgO cinsinden) büyük ise, bu solüsyondan 25 ml (V_1) numune alınır. 100 ml'lik dereceli bir şişeye koyunuz, hacmi su ile doldurunuz. Karıştırınız. Sulandırma faktörü $D_1=100/V_1$

6.2. 7.2. Numuneden (6) yada solüsyondan (7.1) 10 ml'yi bir pipete alınız. 200 ml'lik dereceli bir şişeye aktarınız. 0,5 M Hidroklorik asit solüsyonu ekleyiniz(4.2). Karıştırınız. Sulandırma faktörü : 200/10

6.3. 7.3. Bu solüsyonu(7.2), spektrofotometrenin (5.1) en uygun çalışma aralığında bulunan bir konsantrasyon elde edene kadar hidroklorik asit solüsyonu 0,5 M (4.2) ile sulandırınız. V_2 , 100 ml içindeki örneğin hacmi olsun. Sulandırma faktörü $D_2=100/V_2$.

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

6.5. 7.4. Boş solüsyonunun hazırlanması

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

6.6. şahit eğrisi için solüsyonların hazırlanması

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

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

6.7.

6.8. 7.6. Ölçme

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

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

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 = ayırtırmadan 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, içerdği toplam magnezyum veya suda eriyebilen magnezyumun ifadesi öngörülen ve aşağıda sıralan EC FERTILIZER gübre numunelerine uygulanır :

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

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

3. Prensiptir

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

4. Reaktifleri

4.1. 0,05 M Standart magnezyum solüsyonu

4.1.1 1.232 g magnezyum sülfatı ($MgSO_4 \cdot 7H_2O$), 0,5 M (4.11) hidroklorik asit solüsyonunda eritiniz ve 100 ml'ye kadar yine bu asitle tamamlayınız.

Veya

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

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

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

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

Şahit olan bu standart solüsyonun oranı laboratuvar tarafından kontrol edilmelidir.

4.2. 0,05 M EDTA solüsyonu

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

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

4.3. 0,05 M şahit kalsiyum solüsyonu

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

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

4.4. Calcein göstergesi

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

4.5. Kalkonekarbonik asit göstergesi

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

4.6. siyah T eriokrom göstergesi

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

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

4.7. Potasyum siyanür solüsyonu

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

4.8. Potasyum hidroksit ve potasyum siyanür solüsyonu

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

4.9. Tampon solüsyon pH 10,5

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

4.10. Sulandırılmış hidroklorik asit 1:1

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

4.11. Yaklaşık 0,5 M hidroklorik asit solüsyonu

4.12. Yaklaşık 1 M hidroklorik asit solüsyonu

4.13. 5 M sodyum hidroksit solüsyonu

5. Aletler

5.1. Manyetik ya da mekanik karıştırıcı

5.2. pH metre

6. Kontrol testi

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

7. Analiz edilecek olan numunenin hazırlanması

Metot (8.1 ve 8.3)'e bakınız.

8. Tayin

8.1. Alınan numune miktarı

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

8.2. Siyah T eriokrom mevcut iken titre edilme

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

8.3. Kalsein veya kalkonekarbonik asit mevcut iken titrasyon

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

9. Sonuçların ifade edilmesi

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

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

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

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

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

M = Alınan numunenin ağırlığı, gram olarak

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

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

10. Açıklamalar

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

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

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

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

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

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

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

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

METOT 8.9 SÜLFAT MİKTARININ TAYİNİ

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

Bu metot ring-test'e tabii tutulmuştur.

METOT 8.10

AYRILAN SODYUM MİKTARININ TAYİNİ

1. Amaç

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

2. Uygulama alanı

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

3. Prensip

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

4. Reaktifler

4.1. Sulandırılmış hidroklorik asit

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

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

4.3. Sesium klorür, CsCl

4.4. Susuz sodyum klorür, NaCl

4.5. Alüminyum nitrat solüsyonu ve sesyum klorür

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

4.6. 1 mg/ml Na içeren standart sodyum solüsyonu

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

5. Aletler

589,3 nm açıyla flame emission donanımına sahip spektrofotometre.

6. Şahit Solüsyonlar.

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

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

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

7. Analizi yapılacak solüsyonların hazırlanması

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

Na_2O (%) Na (%)

Ara solüsyon

Nihai solüsyon

Numune (ml) (v4)

ml cinsinden sulandırma

sulandırma derecesi

Na_2O (%)	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 :

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

$$Na_2O (\%) = Na (\%) \cdot x 1,348$$

x = mg/ml cinsinden ifade edilen ve spektrofotometreye konan solüsyonun konsantrasyonu
V₁ = Elde edilen solüsyonun hacmi, ml cinsinden
V₂ = Ara sulandırma işleminde kullanılan bölümünün hacmi, ml cinsinden
V₃ = Ara sulandırıcının hacmi, ml cinsinden
V₄ = Nihai sulandırma (100 ml içinde) için kullanılan miktarı, ml cinsinden
m = Numunenin gram cinsinden ağırlığı

METOT 8.11

KALSİYUM FORMAT İÇİNDEKİ KALSİYUM VE FORMATIN HESAPLANMASI

EN 16032: Kalsiyum Format İçindeki kalsiyum ve Formatın Hesaplanması

Bu metot ring-test'e tabii tutulmuştur.

METOT 9

MİKRO ELEMENTLER

MİKTARI % 10 YA DA DAHA AZ OLAN

MİKRO ELEMENTLER

METOT 9.1

TOPLAM MİKRO ELEMENTLERİN BELİRLENMESİ

1. Amaç

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

2. Uygulama alanı

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

Kaynar sulandırılmış hidroklorik asit içinde çözme.

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

4. Reaktifler

4.1 Sulandırılmış hidroklorik asit solüsyonu, yaklaşık olarak 6 M

Bir hacim hidroklorik asit (HCl, d₂₀ =1,18) ve bir hacim su

4.2 Konsantre amonyak solüsyonu (NH₄OH, d₂₀ =0,9)

5. Aletler

Elektrikli, ayarlanabilir ısıtıcı.

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

6. Numunenin hazırlanması

Metot 1'e bakınız.

7. Metot

7.1 Numunenin alınması

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

Gübrenin beyan edilen mikro element muhtevası (%)	<0,01	0,01 -<5	≥ 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	4	1-500	200-400

muhtevası (mg/l)			
------------------	--	--	--

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

7.2. Solüsyonun hazırlanması

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

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

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

8.Tayin

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

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

METOT 9.2

SUDA ERIYEN MİKRO ELEMENTLERİN BELİRLENMESİ

1. Amaç

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

2. Uygulama alanı

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

3. Prensi

Mikro elementler, 20±2°C'deki sıcaklıktaki su içinde çalkalanan gübrelere ayırıştırılır.

Not. Numune ampiriktir, nicel olsun olmasın.

4. Reaktifler

4.1.Sulandırılmış hidroklorik asit, yaklaşık olarak 6 M

Bir hacim hidroklorik asit (HCl, yoğunluğu d₂₀ =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 ayırıştırırmayı kaynatmak için kullanılabilir. Eğer cam kapların temizlenmesi için bor içeren deterjan kullanılırsa ürünleri çok iyi durulayınız.

6. Numunenin hazırlanması

Metot 1'e bakınız.

7. Metot

7.1 7.1.1.Numunenin alınması

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

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

Numuneyi 250 ml'lik bir şişeye aktarınız.

7.2.Solüsyonun hazırlanması

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

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

Hacmi su ile tamamlayınız. Karıştırınız.

7.2 7.3. Test Solüsyonunun hazırlanması

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

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

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

Bu şartlarda, sonuçların ifade edilmesinde görülen V değeri :

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

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

8. Tayin

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

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

METOT 9.3 GÜBRE NUMUNELERİNİN İÇİNDEN ORGANİK BİLEŞİKLERİN UZAKLAŞTIRILMASI

1. Amaç

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

2. Uygulama alanı

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

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

3. Prensi

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

4. Reaktifleri

4.1 Sulandırılmış hidroklorik asit solüsyonu, yaklaşık olarak 0,5 M

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

4.2 Hidrojen peroksit solüsyonu (% 30 H₂O₂, d_{20} : 1,11); mikro element içermeyen.

5. Aletler

Ayarlanabilir elektrikli ısıtıcı.

6. Metot

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

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

METOT 9.4 ATOMİK ABSORBSİYON SPEKTROFOTOMETRİ YÖNTEMİ İLE GÜBRE NUMUNELERİNDEKİ MİKRO ELEMENTLERİN TAYİNİ (GENEL İŞLEM MODU)

1. Amaç

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

2. Uygulama alanı

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

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

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

3. Prensi

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

4. Reaktifler

4.1 Sulandırılmış hidroklorik asit, yaklaşık olarak 6 M

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

4.2 Sulandırılmış hidroklorik asit, yaklaşık 0,5 M

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

4.3 lantan tuzu solüsyonu, litrede 10 g La.

Bu reaktif kobalt, demir, mangan ve çinko tayini için kullanılır. Aşağıdaki şekilde gerçekleştirilebilir :

a) hidroklorik asit içinde lantan oksitineritilmesi :

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

4.4 Şahit solüsyonlar

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

5. Aletler

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

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

6. Analiz edilecek numunenin hazırlanması

6.1 Tayini yapılacak elementleri solüsyona koyunuz

9.1 veya 9.2 eğer uygunsa 9.3 metotlarına bakınız.

6.2 Numune solüsyonunun hazırlanması

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

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

7. Metot

7.1. Boş solüsyonun hazırlanması

Gübre numunesinin alımı hariç 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 apsiste tayini yapılan her elemente denk gelen konsantrasyonları ml'ye mg olarak ifade ediniz.

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

8. Sonuçların ifade edilmesi

Gübre elementi (E) yüzdesi eşittir :

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

Eğer kullanılan metot (9.3) ise :

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

Burada

E ; yüzde olarak ifade edilen gübre tayin miktarı

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

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

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

D ; 6.2 ile gerçekleştirilen sulandırma işlemine denk gelen faktördür.

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

D ; sulandırma faktörü hesabı

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

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

METOT 9.5

GÜBRE NUMUNELERİNDEN BOR TAYİNİ

AZOMETİNE-H SPEKTROFOTOMETRELİ METOT

1. Amaç

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

2. Uygulama alanı

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

3. Prensip

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

4. Reaktifler

4.1 EDTA tampon solüsyonu

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

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

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

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

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

4.2 Azometin-H solüsyonu

200 ml dereceli bir şişeye :

-10 ml tampon solüsyonu (4.1)

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

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

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

Bor şahit solüsyonu

4.3.1. 100 mg/ml bor çalışma solüsyonu

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

4.3.2. Bor çalışma solüsyonu (10 mg/ ml)

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

5. Aletler

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

6. Analiz edilecek numunenin hazırlanması

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

6.2 Numune solüsyonunun hazırlanması

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

6.3 Düzeltme solüsyonunun hazırlanması

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

7. Metot

7.1 Boş denemenin hazırlanması

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

7.2 Şahit solüsyonlarının hazırlanması

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

7.3 Renk gelişimi

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

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

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

7.4 Ölçümler

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

8. Sonuçların ifade edilmesi

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

Şahit eğrisinden yola çıkarak, boş denemenin (7.1) bor (B) konsantrasyonunu, deneme solüsyonunun (6.2) bor (B) konsantrasyonunu tayin ediniz ve eğer deneme solüsyonu renkli ise numune solüsyonunun düzeltme konsantrasyonunu.

Bu sonuncusunu hesaplamak için, numune solüsyonu (6.2) absorbans değerinden düzeltme solüsyonunun (6.3) absorbans

değerini çıkarınız ve düzeltme numunesinin konsantrasyonunun tayin ediniz. Numune solüsyonu (6.2) konsantrasyonu ya da düzeltme numunesi solüsyonunun konsantrasyonu (Xs) olarak not edilir. Boş numune konsantrasyonu (Xb) olarak not edilir.

Gübrenin bor yüzdesi eşittir :

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

Eğer kullanılan metot (9.3) ise :

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

Burada

B ; gübrede ağırlıkça yüzde olarak ifade edilen bor miktarı

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

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

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

D ; 6.2 ile gerçekleştirilen sulandırma işlemine denk gelen faktördür.

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

D ; sulandırma faktörü hesabı

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

3. Prensiptir

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

4. Reaktifler

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

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

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

4.4. kobalt şahit solüsyonu

4.4.1. kobalt ana solüsyonu (1000 µg/ml)

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

4.4.2 kobalt çalışma solüsyonu (100 µg /ml)

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

5. Aletler

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

6. Analiz numunesinin hazırlanması

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

6.2 numune solüsyonunun hazırlanması

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

7. Metot

7.1 Boş solüsyonun hazırlanması

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

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

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

7.3 Ölçümler

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

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

Gübredeki kobalt yüzdesi eşittir :

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

Eğer kullanılan metot (9.3) ise :

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

Burada

Co ; gübrede yüzde olarak ifade edilen miktar

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

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

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

D ; 6.2 ile gerçekleştirilen sulandırma işlemine denk gelen faktördür.

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

D ; sulandırma faktörü hesabı

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

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

METOT 9.7

GÜBRE NUMUNELERİNDEN BAKIR TAYİNİ

ATOMİK ABSORBSİYON SPEKTROFOTOMETRELİ METOT

1. Amaç

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

2. Uygulama alanı

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

3. Prensiptir

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

4. Reaktifler

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

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

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

4.4 Bakır şahit solüsyonları

4.4.1. 1000 mg/ml bakır ana solüsyonu

250 ml'lik bir beher içinde 0,1 mg yanılma payı ile tartılan 1 g metal bakır 25 ml 6 M hidroklorik asit (4.1) ile eritiniz ve buraya 5 ml hidrojen peroksit (4.3) ekleyiniz. Tamamen eriyene dek 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 özgül (324,8 nm) iz kaynakları ile donatılmış olmalıdır.

6. Numunenin hazırlanması

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

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

7. Metot

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

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

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

7.3 Ölçümler

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

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

Gübredeki bakır yüzdesi eşittir :

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

Eğer kullanılan metot (9.3) ise :

$$Cu \% = [(Xs \cdot Xb) \cdot V \cdot 2D] / (M \cdot 10^4)$$

Burada

Cu ; gübrede yüzde olarak ifade edilen bakır miktarı

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

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

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

D ; 6.2 ile gerçekleştirilen sulandırma işlemine denk gelen faktördür.

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

D ; sulandırma faktörü hesabı

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

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

METOT 9.8

GÜBRE NUMUNELERİNDEN DEMİR TAYİNİ

ATOMİK ABSORBSİYON SPEKTROFOTOMETRELİ METOT

1. Amaç

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

2. Uygulama alanı

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

3. Prensip

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

4. Reaktifleri

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

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

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

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

4.5 Demir şahit solüsyonu

4.5.1. 1000 mg/ml demir ana solüsyonu

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

4.5.2 100 mg/ml demir çalışma solüsyonu

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

5. Aletler

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

6. Numunenin hazırlanması

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

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

7. Metot

7.1 Boş denemenin hazırlanması

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

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

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

7.3. Ölçümler

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

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

Gübredeki demir yüzdesi : Fe % = [(X_s- X_b) x V x D] / M x 10⁴

Eğer kullanılan metot (9.3) ise :

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

Burada

Fe ; gübrede yüzde olarak ifade edilen demir miktarı

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

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

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

D ; 6.2 ile gerçekleştirilen sulandırma işlemine denk gelen faktördür.

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

D ; sulandırma faktörü hesabı

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

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

METOT 9.9

GÜBRE NUMUNELERİNDEN MANGAN TAYİNİ

ATOMİK ABSORBSİYON SPEKTROFOTOMETRELİ METOT

1. Amaç

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

2. Uygulama alanı

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

3. Prensiptir

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

4. Reaktifler

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

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

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

4.4 mangan şahit solüsyonu

4.4.1. 1000 mg/ml mangan ana solüsyonu

250 ml'lik bir beher içinde 0,1 mg yanılma payı ile tartılan 1 g toz mangani 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 absorbsiyon spektrofotometre. Alet, mangana özgü (279,6 nm) iz kaynakları ile donatılmış olmalı.

6. Numunenin hazırlanması

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

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

7. Metot

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

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

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

7.3 Ölçümler

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

8. Sonuçların ifade edilmesi

9.4 metot (8). maddeye bakınız.

Gübredeki mangan yüzdesi eşittir :

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

Eğer kullanılan metot (9.3) ise :

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

Burada

Mn ; gübrede yüzde olarak ifade edilen mangan miktarı

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

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

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

D ; 6.2 ile gerçekleştirilen sulandırma işlemine denk gelen faktördür.

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

D ; sulandırma faktörü hesabı

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

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

METOT 9.10

GÜBRE NUMUNELERİNDEN MOLİBDEN TAYİNİ

BİR KOMPLEKSİN AMONYUM THİOSİNATE SPEKTROFOTOMETRİ METODU

1. Amaç

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

2. Uygulama alanı

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

3. Prensip

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

4. Reaktifleri

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

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

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

4.3. 50 g/l askorbik asit solüsyonu

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

4.4. n-butil asetat

4.5. 0,2 M Amonyum tiyosinat solüsyonu

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

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

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

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

4.7. molibden şahit solüsyonu

4.7.1. 500 µg /ml molibden ana solüsyonu

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

4.7.2. 25 mg/ml molibden ara solüsyonu

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

4.7.3. 2,5 µg /ml molibden çalışma solüsyonu

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

5. Aletler

5.1. moleküler absorpsiyon spektrofotometre 470 nm’ye ayarlı olup optik parkur boyunca 20 nm kaplarla donatılmıştır.

5.2. 200 ya da 250 ml’lik çöktürme hunileri

6. Analiz edilecek numunenin hazırlanması

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

6.2. Test solüsyonunun hazırlanması

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

7. Metot

7.1 Boş solüsyonun hazırlanması

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

7.2 Şahit solüsyon serisi için solüsyonların hazırlanması

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

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

7.3 Kompleksin ayrılması ve geliştirilmesi

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

-10 ml bakır solüsyon (4.2)

-20 ml askorbik asit solüsyonu (4.3)

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

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

-20 ml tiosinat solüsyonu (4.5)

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

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

7.4 Ölçümler

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

8. Sonuçların ifade edilmesi

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

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

Gübredeki molibden yüzdesi eşittir :

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

Eğer kullanılan metot (9.3) ise :

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

Burada

M ; gübrede yüzde olarak ifade edilen molibden miktarı

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

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

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

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

D ; 6.2 ile gerçekleştirilen sulandırma işlemine denk gelen faktördür.

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

D ; sulandırma faktörü hesabı

Eğer (a₁), (a₂) ard arda gelen birer parça ise ve (V₁), (V₂) söz konusu sulandırmalara uyan hacimler ise, D sulandırma faktörü eşittir :

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

METOT 9.11

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

3. Prensip

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

4. Reaktifler

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

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

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

4.4 çinko şahit solüsyonu

4.4.1. 1000 µg /ml çinko ana solüsyonu

1000 ml'lik dereceli bir şişe içine 0,1 mg yanılma payı ile tartılan 1 g çinkoyu 25 ml 6 M hidroklorik asit (4.1) içinde eritiniz. Tamamen eridikten sonra 1000 ml'ye dek su ile tamamlayınız. Karıştırınız.

4.4.2 100 mg/ml çinko çalışma solüsyonu

200 ml dereceli bir şişeye 20 ml çinko ana solüsyonunu (4.4.1) 0,5 M hidroklorik asit (4.2) ile sulandırınız. 200 ml'ye kadar 0,5 M hidroklorik asit (4.2) ile tamamlayınız. Karıştırınız.

5. Aletler

9.4 metot, (5)'de belirtilen atomik absorpsiyon spektrofotometre. Alet çinkoya özgü (213,8 nm) iz kaynakları ile donatılmış olmalı. Alet düzeltmelere izin verebilmelidir.

6. Numunenin hazırlanması

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

6.2 Numune solüsyonunun hazırlanması, 9.4 metodunun (6.2) maddesine bakınız. Numune solüsyonu % 10 (V/V) lantan tuzu içermesi gerekir.

7. Metot

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

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

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

Bu solüsyonlar 0, 0,5 , 1, 2, 3, 4 ve 5 mg/ml çinko içerir.

7.3 Ölçümler

9.4 metodunun 7.3 maddesine bakınız. 213,8 nm dalga uzunluğunda ölçüm yapmak için spektrofotometreyi (5) hazırlayınız.

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

Gübredeki çinko yüzdesi eşittir :

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

Eğer kullanılan metot (9.3) ise :

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

Burada

Zn ; gübrede yüzde olarak ifade edilen çinko miktarı

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

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

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

D ; 6.2 ile gerçekleştirilen sulandırma işlemine denk gelen faktördür.

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

D ; sulandırma faktörü hesabı

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

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

METOT 10

MİKTARI % 10'DAN FAZLA OLAN MİKRO ELEMENTLER

METOT 10.1

TOPLAM MİKRO ELEMENTLERİN BELİRLENMESİ

1. Amaç

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

2. Uygulama alanı

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

3. 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. Reaktifler

4.1. Sulandırılmış hidroklorik asit, yaklaşık olarak 6 M

Bir hacim hidroklorik asit (d₂₀ =1,18) ve bir hacim su

4.2 konsantre amonyak (NH₄OH, d₂₀ =0,9g/ml)

5. Aletler

5.1 Elektrikli, ayarlanabilir ısıtıcı.

5.2 pH-metre

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

6.Numunenin hazırlanması

Metot 1'e bakınız.

7.Metot

7.1.Numunenin alınması

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

Gübrenin beyan edilen mikro element muhtevası (%)	>10<25	≥25
Numunenin ağırlığı (g)	2	1
Numunedeki element ağırlığı (mg)	>200<500	≥250
Ekstraktın hacmi V (ml)	500	500
Ekstrakttaki elementlerin muhtevası (mg/l)	>400<1000	≥500

Numuneler 250 ml'lik şişelere aktarınız.

7.2.Solüsyonun hazırlanması

Eğer gerekli ise numuneyi biraz su ile nemlendiriniz, azar azar ve dikkatlice işleme konan her bir gübre gramı için 10 ml olarak bir hacim sulandırılmış hidroklorik asit (4.1) ekleyiniz daha sonra 50 ml su katınız. Beheri göstergeli bir kapak ile kapatınız ve karıştırınız. Isıtıcı plaka üzerinde kaynatınız ve kaynatmaya 30 dakika devam ediniz, zaman zaman karıştırarak soğumaya bırakınız. İçeriği 500 ml dereceli bir şişeye aktarınız. Hacmi su ile tamamlayınız. Karıştırınız. Kuru bir filtre ile kuru bir kaba süzünüz. Filtre edilen ilk bölümü dökünüz. Ayrıştırılan bölüm tamamen şeffaf olmalıdır. Şeffaf olan numune üzerinden vakit kaybetmeden tayine geçilmesi uygundur. Aksi taktirde kabı kapatınız.

Not : bor tenörünün tespit edilmesi gereken numunelerin pH'sının konsantre amonyak (4.2) ile 4 ile 6 arasındaki bir pH'ya getirilmeleri gerekir.

8.Tayin

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

10.5, 10.6, 10.7, 10.9 ve 10.10 sayılı metotlar şelatlı ya da kompleks halde bulunan elementleri tayin etmede kullanılamaz. Bu durumda, tayinden önce 10.3 metoda başvurmak gerekir.

Atomik absorpsiyon spektrofotometri yöntemi ile yapılan tayinlerde (10.8, ve 10.11 sayılı metotlar) böyle bir işleme gerek kalmaz.

METOT 10.2

SUDA ERİYEN MİKRO ELEMENTLERİN BELİRLENMESİ

1.Amaç

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

2. Uygulama alanı

Bu metot, Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelikte verilen ve aşağıda sıralanan bir ya da birden fazla mikro elementi içeren EC gübrelere uygulanır : bor, kobalt, bakır, demir, manganez, molibden ve çinko. Beyan edilen tenörü % 10'dan fazla olan mikro elementlerin tanımlanabilmesi için kullanılır.

3. Prensip

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

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

4. Reaktifleri

4.1 Sulandırılmış hidroklorik asit, yaklaşık olarak 6 M

Bir hacim hidroklorik asit (HCl, d₂₀ =1,18 g/ml) ve bir hacim su

5. Aletler

5.1 Dakikada 35-40 devirli çalkalama aleti

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

6. Numunenin hazırlanması

Metot 1'e bakınız.

7.Metot

8.1 7.1.Numunenin alınması

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

Gübrenin beyan edilen mikro element muhtevası (%)	>10<25	≥25
Numunenin ağırlığı (g)	2	1
Numunedeki element ağırlığı (mg)	>200<500	≥250
Ekstraktın hacmi V (ml)	500	500
Ekstrakttaki elementlerin muhtevası (mg/l)	>400<1000	≥500

Numuneyi 500 ml'lik bir karıştırma şişesine aktarınız.

8.2 7.2.Solüsyonun hazırlanması

400 ml su ekleyiniz.

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

8.3 7.3.Test Solüsyonun hazırlanması

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

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

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

Bu şartlarda, sonuçların ifade edilmesinde görülen V değeri :

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

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

8.Tayin

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

10.5, 10.6, 10.7, 10.9 ve 10.10 sayılı metotlar şelatlı ya da kompleks halde bulunan elementleri tayin etmede 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 NUMUNELERİNİN İÇİNDEN ORGANİK BİLEŞİKLERİN UZAKLAŞTIRILMASI

1. Amaç

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

2. Uygulama alanı

Bu metot Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelerle Dair Yönetmelik EK I-E'de İz elementli Gübrelerde öngörüldüğü şekilde toplam veya suda eriyen elementi beyan edilen ve bu Yönetmeliğin 10.1 ve 10.2 metotları ile elde edilen numunelerinin ayırtırmalarında 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. Reaktifler

4.1. Sulandırılmış hidroklorik asit, yaklaşık olarak 6 M

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

4.2 Hidrojen peroksit solüsyonu (% 30 H_2O_2 , $d_{20} : 1,11$ g/ml); mikro elementler hariç

5. Aletler

Ayarlanabilir ısıtılı elektrikli ısıtıcı

6. Metot

10.1 ya da 10.2 metodu ile elde edilen solüsyondan 25 ml alınız ve 100 ml'lik bir beher içine koyunuz. Eğer 10.2 metodu kullanıldı ise sulandırılmış hidroklorik asit (4.1) solüsyonundan 5 ml ekleyiniz. Daha sonra 5 ml hidrojen peroksit (4.2) ekleyiniz. Göstergeli bir kapak ile kapatınız. Yaklaşık olarak 1 saat boyunca soğuk ortamda oksidasyonun gerçekleştirilmesine izin veriniz daha sonra aşamalı olarak kaynama noktasına götürünüz ve yaklaşık olarak ½ saat kaynatınız. Eğer gerekli ise, ılık olan solüsyonun içine yeniden 5 ml hidrojen peroksit ekleyiniz ve organik bileşiklerin yıkımını takip ediniz ve fazla olan hidrojeni kaynama yöntemi ile uzaklaştırınız. Soğumaya bırakınız ve içeriği 50 ml'lik dereceli bir şişeye aktarınız. Hacmi su ile tamamlayınız. Karıştırınız. Eğer gerek görürseniz süzünüz.

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

METOT 10.4

ATOMİK ABSORBSİYON SPEKTROFOTOMETRİ YÖNTEMİ İLE GÜBRE

NUMUNELERİNDEKİ MİKRO ELEMENTLERİN TAYİNİ

(GENEL METOT)

1. Amaç

Bu metot, gübre numunelerinin içindeki demir ve çinko elementlerinin atomik absorbsiyon spektrofotometri yöntemi ile miktarının tayini için genel olarak bir yöntem belirlemektedir.

2. Uygulama alanı

Bu metot, Tarımda kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelik EK I-E'de öngörüldüğü şekilde toplam veya suda eriyen demir ve çinko elementleri beyan edilen ve bu Yönetmeliğin 10.1 ve 10.2 metotları ile elde edilen numunelerde kullanılır.

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

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

3. 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. Reaktifler

4.1. Sulandırılmış hidroklorik asit, yaklaşık olarak 6 M

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

4.2. Sulandırılmış hidroklorik asit, yaklaşık 0,5 M

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

4.3. Lantan tuzu solüsyonu, litrede 10 g La.

Bu reaktif demir ve çinko tayini için kullanılır. Aşağıdaki şekilde gerçekleştirilebilir :

a) Hidroklorik asit içinde lantan oksit eritilmesi :

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

b) Lantan klorürü, lantan sülfatı ya da lantan nitratı, 1 litrelik dereceli bir şişede, 26,7 g lantan klorür heptahidrat ($LaCl_3 \cdot 7H_2O$) ya da 31,2 g lantan nitrat heksahidrat ($La(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$) ya da 26,2 g lantan sülfat nonahidrat ($La_2(SO_4)_3 \cdot 9H_2O$) 150 ml su içine katınız daha sonra 85 ml 6 M (4.1) hidroklorik asit ekleyiniz ve 1 litreye kadar su ile 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 alet ince ayar yapılabilecek donanımına müsait olması gerekir (Örneğin Zn). Bir elemente has durumlarda aksi belirtilmediği sürece, kullanılan gazlar hava ve asetilendir.

6. Numunenin hazırlanması

6.1 Tayini yapılacak elementleri solüsyona koyunuz, 10.1 veya 10.2 ya, eğer uygunsa 10.3 metotlarına bakınız.

6.2 Numune solüsyonunun hazırlanması

10.1, 10.2 ya da 10.3 metotlarına göre hazırlanan örnekten bir parçayı su veya hidroklorik asit (4.1) ya da (4.2) ile öyle bir sulandırınız ki son haldeki solüsyonun konsantrasyonu kullanılan şahit numune serisine (7.2) yakın bir halde olsun ve hidroklorik asit konsantrasyonu en az 0,5 M olsun ama 2,5 M'yi de geçmesin. Bu işlem bir ya da birden fazla ardarda yapılan sulandırma işlemi gerektirebilir.

Son haldeki solüsyonu elde etmek için numuneden sulandırılmış bir parça alarak 100 ml dereceli bir şişeye dökünüz. Bu parçanın hacmi (a) ml cinsindendir. Seçilen 10 ml lantan tuzu (4.3) solüsyonu ekleyiniz. Hacmi, 0,5 M hidroklorik asit (4.2) ile tamamlayınız ve karıştırınız. Bu solüsyon ölçüm için son halini almıştır. Sulandırma faktörü D olsun.

7. Metot

7.1. Boş solüsyonun hazırlanması

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

7.2. Şahit solüsyonların hazırlanması

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

7.3. Ölçümler

Spektrofotometreyi (5) ölçümler için hazırlayınız ve dalga uzunluğunu tayini yapılan elemente has metotta belirtildiği gibi ayarlayınız.

Şahit numuneyi (7.2), deneme numunesini (6.2) ve boş solüsyonu (7.1) üç aşamalı olarak, her püskürtmeden sonra aletin saf su ile yıkandığına dikkat ederek püskürtünüz ve sonuçları not ediniz.

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

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

8. Sonuçların ifade edilmesi

Gübre elementi (E) yüzdesi eşittir :

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

Eğer kullanılan metot (10.3) ise :

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

Ya da

E ; yüzde olarak ifade edilen gübre tayin miktarı

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

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

V ; ml olarak ifade edilen ve 10.1 ya da 10.2 yöntemi ile elde edilen numune hacmi

D ; 6.2 ile gerçekleştirilen sulandırma işlemine denk gelen faktördür.

M ; gram olarak ifade edilen 10.1 ya da 10.2 yöntemi ile elde edilen numune kütlesi

D ; sulandırma faktörü hesabı

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

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

METOT 10.5

ASİDİMETRİK TİTRASYON METODU İLE GÜBRE NUMUNELERİNDEN BOR TAYİNİ

1.Amaç

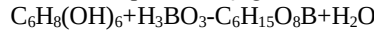
Bu metot, gübre numunelerinin içindeki bor tayini için bir yöntem belirlemektedir.

2. Uygulama alanı

Bu metot, Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelik EK I-E'de öngörüldüğü şekilde toplam veya suda eriyen (bor) elementi beyan edilen ve bu Yönetmeliğin 10.1 ve 10.2 metotları ile elde edilen gübre numunelerinin analizlerinde kullanılır.

3. Prensiptir

Borat iyonu mannitol ile birlikte bir mannitoborik kompleksini aşağıdaki reaksiyona göre oluşturur :



Kompleks sodyum hidroksit solüsyonu ile 6,3 pH'ya kadar titre edilir.

4. Reaktifler

4.1. Metil kırmızısı ayıraç solüsyonu

100 ml dereceli bir şişeye 0,1 g metil kırmızısını (C₁₅H₁₅N₃O₂) % 95'lik 50 ml etanol içinde eritiniz. 100 ml'ye dek su ile tamamlayınız. Karıştırınız.

4.2.Sulandırılmış klorhidrik asit solüsyonu, yaklaşık olarak 0,5 M

1 hacim hidroklorik asit (HCL, d₂₀ : 1,18 g/ml) ve 20 hacim su karıştırınız.

4.3.Sodyum hidroksit solüsyonu, yaklaşık olarak 0,5 M.

Karbondioksitsiz olmak zorundadır. 800 ml kaynamış su içeren 1 litre dereceli bir şişeye, tablet halde bulunan 20 g sodyum hidroksit (NaOH) sulandırınız. Solüsyon soğuduğunda, 1000 ml'ye kaynamış su ile tamamlayınız ve karıştırınız.

4.4. Standart sodyum hidroksit solüsyonu, yaklaşık olarak 0,025 M.

Karbondioksitsiz olmak zorundadır. Yaklaşık olarak 0,5 m sodyum hidroksit solüsyonunu (4.3) kaynamış su ile 20 kez sulandırınız ve karıştırınız. Bor (B) değeri tayin edilecektir (paragraf 9)

4.5. 100 mg/ml Bor (B) şahit solüsyonu

1 000 ml dereceli bir şişeye, 0,1 mg yanılma payı ile tartılan 0,5719 g borik asidi (H₃BO₃) su ile eritiniz. Hacmi su ile tamamlayınız ve karıştırınız. Plastik bir şişeye aktarınız ve soğutucuda bekletiniz.

4.6. 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 veya 10.2 ya da 10.3 metotlarına bakınız.

7. Metot

7.1. Deneme

Numuneden (6.1) 2 ile 4 mg bor (B) içeren bir (a) parça alınız ve 400 ml'lik (5.3) bir behere boşaltınız. 150 ml su ekleyiniz. Renkli (4.1) endikatör solüsyonundan birkaç damla ekleyiniz. Eğer belirleme işlemi 10.2 metodu ile yapılmış ise, renk endikatörü renk değiştirene kadar 0,5 M (4.2) hidroklorik asit ekleyerek asitleştiriniz ve fazladan 0,5 ml 0,5 M (4.2) hidroklorik asit ekleyiniz. Daha sonra 3 g sodyum klorürü (4.7) ekleyiniz, karbon dioksiti uzaklaştırmak için kanatınız. Soğutmaya bırakınız. Beheri mıkmatıslı 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. Soğutmaya bırakınız. Beheri mıkmatıslı karıştırıcının (5.2) üzerine koyunuz ve pH metre (5.1) elektrotlarını uzatınız. Önce 0,5 M sodyum hidroksit ile daha sonra da 0,025 M solüsyonu ile pH'yi tam olarak 6,3'e düzenleyiniz. 20 g D-mannitol (4.6) ekleyiniz, tam olarak eritiniz ve karıştırınız. pH 6,3'e kadar (en az 1 dakika durağan olacak şekilde) 0,025 M (4.4) sodyum hidroksit solüsyonu ile titre ediniz. Gerekli olan hacim V_1 olsun

Şahit numuneye 20 ml su katarak aynı şekilde boş bir deneme gerçekleştiriniz. Gerekli hacim V_0 olsun.

Standart NaOH (4.4) solüsyondaki (F)'nin (B) bor denkliği aşağıdaki şekildedir :

$$F \text{ (mg/ml)} = 2/(V_1 - V_0)$$

Tam olarak 0,025 M sodyum hidroksit solüsyonunun 1 ml'si 0,27025 mg bora (B) denktir.

10. Sonuçların ifade edilmesi

Gübredeki bor (B) yüzdesi :

$$B (\%) = ((X_1 - X_0) \times F \times V) / 10 \times a \times M$$

B gübredeki bor yüzdesi

X_1 ; ml olarak ifade edilen ve denemede kullanılacak olan 0,025 M sodyum hidroksiti solüsyonunun (4.4) hacmi

X_0 ; ml olarak ifade edilen ve boş denemede kullanılan 0,025 M (4.4) sodyum hidroksit solüsyonu hacmi

F ; mg/ml olarak ifade edilen 0,025 M (4.4) sodyum hidroksit solüsyonundaki bor (B) değeri

V ; ml olarak ifade edilen 10.1 ya da 10.2 yöntemi ile elde edilen numune hacmi

a ; ml olarak ifade edilen ve numuneden (6.1) alınan parçanın (7.1) temsili hacmi

M ; gr. olarak ifade edilen ve 10.1 ya da 10.2 yöntemi tarafından kullanılacak olan numunenin ağırlığı.

METOT 10.6

GÜBRE NUMUNELERİNDEN KOBALT TAYİNİ 1-NITROSO– 2-NAPHTOL'lu GRAVİMETRİK METOT

1. Amaç

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

2. Uygulama alanı

Bu metot Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelik EK I-E'de öngörüldüğü şekilde toplam veya suda eriyen (kobalt) elementi beyan edilen ve bu Yönetmeliğin 10.1 ve 10.2 metotları ile elde edilen gübre numunelerinin analizlerinde kullanılır.

3. Prensip

Kobalt III 1-nitroso-2-naphtol ile beraber kırmızı bir $\text{Co}(\text{C}_{10}\text{H}_6\text{ONO})_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ çökeltisi verir. Numune uygun şekilde işlem gördükten sonra mevcut olan kobalt, kobalt III haline gelecek şekilde oksitlenir, daha sonra 1-nitroso-2-naphtol solüsyonu ile asetik ortamda çökeltilir. Süzildükten sonra, çökelti yıkanır ve sabit ağırlıklarda kurutulur, daha sonra $\text{Co}(\text{C}_{10}\text{H}_6\text{ONO})_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ halde tartılır.

4. Reaktifler

4.1 % 30'luk Hidrojen peroksit solüsyonu (H_2O_2 , $d_{20} = 1,11 \text{ g/ml}$)

4.2 Yaklaşık 2 M sodyum hidroksit solüsyonu.

Tablet haldeki 8 g sodyum hidroksit 100 ml su ile eritiniz.

4.3 yaklaşık 6 M sulandırılmış hidroklorik asit solüsyonu.

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

4.4 % 99,7 asetik asit ($\text{CH}_3\text{CO}_2\text{H}$, $d_{20} = 1,05 \text{ g/ml}$)

4.5 Yaklaşık 6 M asetik asit solüsyonu (1:2).

Bir hacim asetik asit (4.4) ile iki hacim su karıştırınız.

4.6.Asetik asit içinde 1-nitroso-2-naphtol solüsyonu. Bir beher içine 4 g 1-nitroso-2-naphtol asetik asit içinde eritiniz. Bir beher içine 4 g 1-nitroso-2-naphtol 100 ml asetik asit (4.4) içinde eritiniz. 100 ml ılık su ekleyiniz. Karıştırınız. Süzünüz. Elde edilen solüsyon hemen kullanılmalıdır.

5. Aletler

5.1. Gözenekliliği 4 olan, 30 ya da 50 ml sıgali P 16/ISO 4793 süzme potası.

5.2 130 ± 2 °C dereceye ayarlanabilir kurutma fırını.

6. Numunenin hazırlanması

6.1 Kobaltın solüsyon haline getirilmesi, 10.1 veya 10.2 metotlarına bakınız.

6.2 Numune solüsyonunun hazırlanması

20 mg Co'tan fazla içermeyen bir parça numuneyi 400 ml'lik bir behere koyunuz. Eğer numune 10.2 yöntemi ile elde edilirse 5 damla hidroklorik asit (4.3) ile asitlendiriniz.Yaklaşık olarak 10 ml hidrojen peroksit solüsyonu (4.1) ekleyiniz. 15 dakika boyunca oksidanın soğukta işlemesine izin veriniz ve yaklaşık olarak 100 ml'ye kadar su ile tamlayınız. Beher üzerine göstergeli bir kapak koyunuz. Yaklaşık olarak 10 dakika kaynatınız. Soğumaya bırakınız. Alkalın ortamda, sodyum hidroksit solüsyonunu (4.2) siyah kobalt hidroksiti 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 ± 2 °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 :

$\text{Co \%} = X \times 0,0096381 \times (\text{V} \times \text{D} / \text{a} \times \text{M})$

Burada;

X ; mg olarak ifade edilen çökelti kütlesi.

V ; ml olarak ifade edilen ve 10.1 ya da 10.2 yöntemi ile elde edilen numune hacmi

a ; ml olarak ifade edilen ve son sulandırmadan sonra alınan numune parçası

D ; bu parçanın sulandırma faktörü

M ; gram olarak ifade edilen numune kütlesi

METOT 10.7 TİTRİMETRİK METOT İLE GÜBRE NUMUNELERİNDEN BAKIR TAYİNİ

1.Amaç

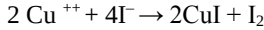
Bu metot, gübre numunelerinin içindeki bakır tayini için bir yöntem belirlemektedir.

2. Uygulama alanı

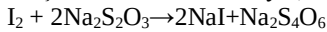
Bu metot, Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelikte öngörüldüğü şekilde toplam (bakır) veya suda eriyen (bakır) elementi beyan edilen ve bu Yönetmeliğin 10.1 ve 10.2 metotları ile elde edilen gübre numunelerinin analizlerinde kullanılır.

3. Prensiptir

Bakırımsı iyonlar asitli ortamda potasyum iyodür ile azaltılır.



Bu şekilde serbest kalan iyot, Standart sodyum tiyosülfat şahit solüsyonu ile titre edilir.



4. Reaktifleri

4.1. Nitrik asit (HNO_3 , $d_{20}=1,40$ g/ml)

4.2. Üre $[(\text{NH}_2)_2\text{C=O}]$

4.3. % 10 (w/v) amonyum biflorürlü (NH_4HF_2) sulu solüsyon. Solüsyonu plastik bir kaptaki saklayınız.

4.4. Amonyum hidroksit solüsyonu(1 + 1)

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

4.5. sodyum tiyosülfat standart solüsyonu.

1000 ml dereceli bir şişeye 7,812 g sodyum pentahidrat thiosülfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3, 5\text{H}_2\text{O}$) su ile eritiniz. Bu solüsyon bu solüsyon öyle bir hazırlanmalı ki, 1 ml = 2 mg Cu olmalı. Sabitleştirmek için birkaç damla kloroform damlatınız. Solüsyon cam bir kaptaki ve ışıktan uzakta saklanmak zorundadır.

4.6. Potasyum iyodür (KI)

4.7.potasyum tiosinat (KSCN) solüsyonu (% 25 (w/v)). Bu solüsyonu plastik bir kaptaki saklayınız.

4.8. 2,5 g Nişastayı. 600 ml'lik bir behere koyunuz. Yaklaşık olarak 500 ml su ekleyiniz. Karıştırarak kaynatınız. Oda sıcaklığında soğutunuz. Solüsyon çok uzun zaman bekletilmemelidir. 10 mg civa klorür ilave edilerek biraz daha korunabilir.

5. Numunenin hazırlanması

5.1 Bakırın solüsyon haline getirilmesi, 10.1 veya 10.2 metotlarına bakınız.

6. Metot

6.1 Deneme solüsyonunun hazırlanması

500 ml'lik bir erlen 20 ile 40 mg Cu'dan az içermeyen bir parça solüsyon koyunuz. Kısa bir kaynama ile olası fazla oksijeni uzaklaştırınız. Hacme yaklaşık olarak 100 ml su katınız. 5 ml nitrik asit (4.1) ekleyiniz ve yaklaşık olarak yarım dakika kaynatınız.

Erlenı ısıtıcı aletten çıkarınız ve 3 g üre (4.2) katınız, tekrar kaynatmaya koyunuz ve yaklaşık olarak yarım dakika kaynatınız. Isıtıcıdan çıkarınız ve 200 ml soğuk su ekleyiniz. Aksi takdirde erleni oda sıcaklığında soğutunuz.

Yavaş yavaş biraz amonyak (4.4) mavi bir solüsyon elde edilene kadar ekleyiniz ve daha sonra fazladan 1 ml daha koyunuz.

50 ml amonyum biflorür solüsyonu (4.3) ekleyiniz ve karıştırınız.

10 g potasyum iyodür (4.6) alınız ve solüsyona ekleyiniz.

6.2 Solüsyonun titrasyonu

Erlenı mıkmatıslı karıştırıcının üzerine koyunuz. Ucu erlenin içine koyunuz ve karıştırıcının hızını isteğinize göre ayarlayınız.

Solüsyondan serbest kalan kahverengi iyot renginin yoğunluğu azalana kadar bir büret yardımım ile sodyum 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 tiosülfat solüsyon hacmini kayıt ediniz.

7. Sonuçların ifade edilmesi

1 ml standart sodyum tiosülfat solüsyonu (4.5) 2 mg Cu'a denktir.

Gübredeki bakır yüzdesi eşittir :

$$\text{Cu \%} = X \times (V / a \times M \times 5)$$

X ; ml olarak ifade edilen ve kullanılan sodyum tiosülfat solüsyonunun hacmi

V ; ml olarak ifade edilen ve 10.1 ya da 10.2 yöntemi ile elde edilen numune hacmi

a ; ml olarak ifade edilen ve kullanılan numune parçası hacmi

M ; gram olarak ifade edilen ve 10.1 ya da 10.2 yöntemi ile elde edilen numune kütlesi

METOT 10.8 **GÜBRE NUMUNELERİNDEN DEMİR TAYİNİ** **ATOMİK ABSORBSİYON SPEKTROFOTOMETRELİ METOT**

1.Amaç

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

2. Uygulama alanı

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

3. Prensip

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

4. Reaktifleri

4.1 yaklaşık 6 M hidroklorik asit solüsyonu, 10.4 madde 4.1'e bakınız

4.2 yaklaşık 0,5 M hidroklorik asit solüsyonu ,10.4 madde 4.2'e bakınız

4.3 hidrojen peroksit solüsyonu (% 30'luk H₂O₂, d₂₀ =1,11 g/ml), mikro elementler hariç

4.4 Lantan tuzu solüsyonu (litrede 10 g La), 10.4 madde 4.3'e bakınız

4.5 Demir şahit numunesi

4.5.1. Demir ana solüsyonu ,(1000 µg/ml)

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

4.5.2.Demir çalışma solüsyonu (1000 mg/ml)

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

5. Aletler

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

6. Numunenin hazırlanması

6.1 Demirin solüsyon haline getirilmesi ,10.1 veya 10.2 ya da 10.3 metotlarına bakınız.

6.2 numune solüsyonunun hazırlanması, 10.4 metodunun 6.2 maddesine bakınız. Numune solüsyonu % 10 (V/V) lantan tuzu içermek zorundadır.

7. Metot

7.1.Boş solüsyonun hazırlanması

10.4 metodunun 7.1 maddesine bakınız. Boş deneme solüsyonu, 6.2’de kullanılan % 10 (v/v) lantan tuzu içermek zorundadır.

7.2 Şahit numunenin hazırlanması, 10.4 metot, 7.2. maddeye bakınız.

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

7.3 Ölçümler

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

8. Sonuçların ifade edilmesi

10.4 metot, 8 maddeye bakınız.

Gübredeki demir yüzdesi eşittir :

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

Eğer kullanılan metot (10.3) ise :

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

Ya da

Fe ; gübrede yüzde olarak ifade edilen demir miktarı

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

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

V ; ml olarak ifade edilen ve 10.1 ya da 10.2 yöntemi ile elde edilen numune hacmi

D ; 6.2 ile gerçekleştirilen sulandırma işlemine denk gelen faktördür.

M ; gram olarak ifade edilen 10.1 ya da 10.2 yöntemi ile elde edilen numune kütlesi

D ; sulandırma faktörü hesabı

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

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

METOT 10.9

GÜBRE NUMUNELERİNDEN MANGANEZ TAYİNİ

PERMANGANAT TİTRASYONLU METOT

1.Amaç

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

2.Uygulama alanı

Bu metot, Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelikte öngörüldüğü şekilde beyan edilen toplam veya suda çözünür manganın analizlerinde bu Yönetmeliğin 10.1 ve 10.2 metotları ile elde edilen gübre numuneleri kullanılır.

3. Prensip

Eğer numunede klorür iyonları mevcut ise bunlar, numuneye sülfürik asit katarak ve kaynatılarak uzaklaştırılırlar. Manganez, nitrik asit ortamda bismutat sodyum tarafından oksitlenir. Oluşan permanganat fazladan konan demir sülfat tarafından azaltılır. Bu fazlalık potasyum permanganat solüsyonu tarafından titre edilir.

4. Reaktifler

4.1 konsantre sülfürik asit (H₂SO₄, d₂₀ : 1,84 g/ml)

4.2 yaklaşık 9 M sülfürik asit. Bir hacim konsantre sülfürik asit (4.1) ile bir hacim suyu dikkatle karıştırınız.

4.3 3 hacim nitrik asit (HNO₃, d₂₀ : 1,40 g/ml) ve 4 hacim su karıştırınız.

4.4 0,3 M nitrik asit. 6 M nitrik asitten 1 hacim ve 19 hacim su karıştırınız.

4.5 % 85 Sodyum bismutat (NaBiO₃)

4.6 Kieselguhr

4.7 15 M ortofosforik asit (H₃PO₄, d₂₀ : 1,71 g/ml)

4.8 0,15 M Demir sülfat solüsyonu. 1 000 ml dereceli bir şişede 41,6 g demir sülfat heptahidrat eritiniz (FeSO₄, 7H₂O). Konsantre 25 ml sülfürik asit (4.1) ve 25 ml fosforik asit (4.7) katınız. 1000 ml’ye su ile tamamlayınız. Karıştırınız.

4.9 0,020 M potasyum permanganat solüsyonu. 0,1 mg yanılma payı ile 3,160 g potasyum permanganat (KMnO₄) tartınız. Eritiniz ve 1000 ml’ye kadar su ile tamamlayınız.

4.10 0,1 M gümüş nitrat solüsyonu. 1,7 g gümüş nitrati (AgNO₃) eritiniz ve 100 ml’ye kadar su ile tamlayınız.

5. Aletler

5.1 Gözenekliliği 4 olan, 50 ml sıgali P 16/ISO 4793 süzme potası 500 ml’lik bir süzme aracının üzerine konmuştur.

5.2 Mıknatıslı karıştırıcı.

6. Numunenin hazırlanması

6.1 Manganın solüsyon haline getirilmesi

10.1 veya 10.2 metotlarına bakınız, eğer klorür iyonlarının olup olmadığı bilinmiyorsa bir damla nitrat solüsyonu ile bir test yapınız(4.10)

6.2 Klorür iyonların eksikliğinde 400 ml'lik bir behere 10 ile 20 mg manganer içeren bir parça numune koyunuz. İster buharlama ister su katarak yaklaşık olarak 25 ml'lik bir hacme getiriniz. 2 ml konsantre sülfürik asit (4.1) kayınız.

6.3 Klorür iyonları mevcut ise, aşağıdaki şekilde uzaklaştırmak gerekir.

Yüksek şekilli bir behere 10 ile 20 mg manganer içeren bir parça numune koyunuz. 5 ml 9 M sülfürik asit (4.2) katınız. Bir ocak eteği altında, 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. Rensiz bir süzme elde edene kadar potayı birkaç kez 0,3 M nitrik asit (4.4) ile yıkayınız.

Süzüleni ve yıkama solüsyonunu 500 ml'lik bir behere aktarınız. Karıştırınız ve 0,15 M demirli sülfat solüsyonundan (4,8) 25 ml ekleyiniz. Eğer süzülen madde, demirli sülfat eklendikten sonra sarı bir renk alırsa, 3 ml 15 M ortofosforik asit (4.7) ekleyiniz.

Büret yardımı ile demirli sülfat fazlalığını 0,05 M permanganat potasyum (4.9) yardımı ile 1 dakika boyunca sabit bir pembe renk elde edene kadar titre ediniz.

Numune alımı hariç aynı şartlarda boş bir tayin gerçekleştiriniz.

Not. : okside olan solüsyon kauçuk ile temas etmemeli.

8. Sonuçların ifade edilmesi

1 ml 0,02 M potasyum permanganat solüsyonu 1,099 mg manganer (Mn) eşittir.

Gübredeki manganer yüzdesi eşittir :

$$Mn \% = (Xb - Xs) \times 0,1099 \times (V/a \times M)$$

Xb ; ml olarak ifade edilen ve boş denemede kullanılan permanganat hacmi

Xs ; ml olarak ifade edilen ve numune alımında kullanılan permanganat hacmi

V ; ml olarak ifade edilen ve 10.1 ya da 10.2 yöntemi ile elde edilen solüsyon hacmi

a ; ml olarak ifade edilen ve numuneden alınan parçanın hacmi

M ; gram olarak ifade edilen numune kütlesi

METOT 10.10

GÜBRE NUMUNELERİNDEN MOLİBDEN TAYİNİ

8-HİDROKSİKİNOLEİN ARACILIĞI İLE GRAVİMETRİK METOT

1.Amaç

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

2.Uygulama alanı

Bu metot, Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelikte öngörüldüğü şekilde molibden elementi beyan edilen ve bu Yönetmeliğin 10.1 ve 10.2 metotları ile elde edilen gübre numunelerinin ayrıştırılmalarında kullanılır.

3. Prensi

Molibden tayini, belirtilen şartlar altında çökeltilen molibden oksinat ile gerçekleştirilir.

4. Reaktifler

4.1 yaklaşık 1 M sülfürik asit solüsyonu.

800 ml su içeren 1 litre dereceli bir şişeye dikkatle 55 ml sülfürik asit (H₂O₄, $\bar{n}$ = 1,84 g/ml) ekleyiniz. Karıştırınız. soğuduktan sonra 1 litreye tamamlayınız. Karıştırınız.

4.2 .Sulandırılmış amonyak solüsyonu (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, d_{20} =1,049 g/ml) ile 3 hacim suyu karıştırınız.

4.4. İki sodyumlu etilen diamin tetra asetik asit(EDTA)

100 ml dereceli bir şişeye 5 g 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. 7 – hidroksikinolein (oksin) solüsyonu.

100 ml dereceli bir şişeye 3 g hidroksikinoleini 5 ml konsantre asetik asit içinde eritiniz. 80 ml su ekleyiniz. Solüsyon bulanana kadar damla damla amonyak solüsyonu (4.2) ekleyiniz, daha sonra solüsyonberrak hale gelene kadar asetik asit (4.3) katınız. 100 ml'ye kadar su ile tamamlayınız.

5. Aletler

5.1 Gözenekliliği 4 olan, 30 ml sığalı P 16/ISO 4793 süzme potası.

5.2 Cam elektrotlu pH-metre

5.3 130 – 135 °C dereceye ayarlanabilir kurutma fırını.

6. Numunenin hazırlanması

6.1 Molibden solüsyonunun hazırlanması, 10.1 veya 10.2 metotlarına bakınız.

7. Metot

7.1. Deneme solüsyonunun hazırlanması

25 25-100 mg Mo içerecek şekilde numuneden 250 ml'lik dereceli bir behere bir parça koyunuz. 50 ml'ye kadar su ile tamamlayınız.

Bu solüsyonu, damla damla sülfürik asit (4.1) solüsyonu ekleyerek 5'lik bir pH'ye ayarlayın.

15 ml EDTA solüsyonu (4.4), daha sonra 5 ml tampon solüsyonunu ekleyiniz (4.5). Yaklaşık olarak 80 ml'ye kadar su ile tamamlayınız.

7.2 Çökeltinin elde edilmesi ve yıkanması. Çökeltinin elde edilmesi. Solüsyonu hafifçe ısıtınız. Sürekli karıştırarak oksin solüsyonu ekleyiniz (4.6). Rüşup oluşmamaya başlayınca kadar çökeltiye devam ediniz. Üstte kalan su solüsyon hafif sarıya dönene kadar reaktif ekleyiniz. 20 ml'lik bir miktar normal olarak yetmesi gerekir. Çökeltiyi 2 ile 3 dakika arası hafifçe ısıtmaya devam ediniz.

Süzme ve yıkama. Pota yardımı ile süzünüz (5.1). 20 ml'lik sıcak su hacimleri ile bir çok kez durulayınız. Durulama suyu aşamalı olarak şeffaf hale gelecektir, bu durum ise oksin yokluğunu gösterir.

7.3 çökeltinin tartılması. Çökeltiyi 130-135 °C'de sabit ağılığa kadar kurutunuz (en azından 1 saat).

Bir kurutma aletinde soğumaya bırakınız daha sonra tartınız.

8. Sonuçların ifade edilmesi

1 mg molibdenil oksinat $\text{MoO}_2 (\text{C}_9\text{H}_6\text{ON})_2$, 0,2305 mg Mo'ya denktir.

Gübredeki molibden yüzdesi eşittir :

$\text{Mo \%} = X \times 0,02305 \times V \times D / (a \times M)$

X ; mg olarak ifade edilen molibdenil oksinat çökeltisi kütlesi

V ; ml olarak ifade edilen ve 10.1 ya da 10.2 yöntemi ile elde edilen numune solüsyonu hacmi.

a ; ml olarak ifade edilen ve son sulandırmadan alınan parça hacmi.

D ; bu parçanın sulandırma işleminde kullanılan sulandırma faktörüdür.

M ; gram olarak ifade numune kütlesi

METOT 10.11

ATOMİK ABSORBSİYON SPEKTROFOTOMETRİ YÖNTEMİ İLE GÜBRE NUMUNELERİNDEKİ ÇİNKO TAYİNİ

1. Amaç

Bu metot, gübre numunelerinin içindeki çinkonun atomik absorbsiyon spektrofotometri yöntemi ile tayinini amaçlar.

2. Uygulama alanı

Bu metot, Tarımda Kullanılan Kimyevi Gübrelere Dair Yönetmelik EK I-E'de öngörüldüğü şekilde beyan edilen toplam veya suda çözünür çinkonun bu Yönetmeliğin 10.1 ve 10.2 metotları ile elde edilen gübre numunelerinin analizlerinde kullanılır.

3. Prensipte

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

4. Reaktifleri

4.1 yaklaşık 6 M hidroklorik asit solüsyonu, 10.4 madde 4.1'e bakınız

4.2 yaklaşık 0,5 M hidroklorik asit solüsyonu .10.4 madde 4.2'e bakınız

4.3 Lantan tuzu solüsyonu, litrede 10 g La, 10.4 madde 4.3'e bakınız

4.4 Çinko şahit numunesi

4.4.1. 1000 mg/ml çinko ana solüsyonu

1000 ml'lik dereceli bir şişe içine 0,1 mg yanılma payı ile tartılan 1 g çinkoyu 25 ml 6 M hidroklorik asit (4.1) içinde eritiniz. Tamamen eridikten sonra 1000 ml'ye dek su ile tamamlayınız. Karıştırınız.

4.4.2 100 mg/ml çinko çalışma solüsyonu

200 ml dereceli bir şişeye 20 ml çinko ana solüsyonunu (4.4.1) 0,5 M hidroklorik asit (4.2) ile sulandırınız. 200 ml'ye kadar 0,5 M hidroklorik asit (4.2) ile tamamlayınız. Karıştırınız.

5. Aletler

10.4 metot, 5'inci maddede belirtilen atomik 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 veya 10.2 metotlarına bakınız.

6.2 Numune solüsyonunun hazırlanması

10.4 metodunun 6.2 maddesine bakınız. Numune solüsyonu % 10 (V/V) lantan tuzu içermesi gerekir.

7. Metot

7.1 Boş denemenin hazırlanması

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

7.2 Şahit deneme hazırlaması

10.4 metod, 7.2 maddeye bakınız.

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

Bu solüsyonlar 0, 0,5 , 1, 2, 3, 4 ve 5 mg/ml çinko içerir.

7.3 Ölçümler

10.4 metodunun 7.3 maddesine bakınız. 213,8 nm dalga uzunluğunda ölçüm yapmak için spektrofotometreyi (5) hazırlayınız.

8. Sonuçların ifade edilmesi

10.4 metod, 8 maddeye bakınız.

Gübredeki çinko yüzdesi eşittir :

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

Eğer kullanılan metod (10.3.) ise :

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

Ya da

Zn ; gübrede yüzde olarak ifade edilen çinko miktarı

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

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

V ; ml olarak ifade edilen ve 10.1 ya da 10.2 yöntemi ile elde edilen numune hacmi

D ; 6.2 ile gerçekleştirilen sulandırma işlemine denk gelen faktördür.

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

D ; sulandırma faktörü hesabı

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

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

METOT 11

ŞELATLAMA MADDELERİ

Metot 11.1- Şelatlı Mikro Bitki Besin Maddesi Muhtevasının ve Mikro Bitki Besin Maddelerinin Şelatlı Kısımlarının Tayini

EN 13366:Gübreler-Şelatlı Mikro Bitki Besin Maddesi Muhtevasının ve Mikro Bitki Besin Maddelerinin Şelatlı Kısımlarının Katyon Değişim Reçinesi Muamelesiyle Tayini

Bu metod ring-test’e tabii tutulmuştur.

METOT 11.2

EDTA, HEDTA VE DTPA TAYİNİ

EN 13368-1:Gübreler-Gübrelerdeki şelatlama maddelerinin iyon kromatografi yöntemi ile tayini
Bölüm 1: EDTA, HEDTA ve DTPA

Bu metod ring-test’e tabii tutulmuştur

METOT 11.3

o,o EDDHA VE O,O EDDHMA ve HBED İLE ŞELATLANMIŞ DEMİR’İN TAYİNİ

EN 13368-2: 2007 Gübeler- Gübrelerdeki şelatlama maddelerinin kromatografi yöntemi ile tayini
– Bölüm 2: o,o EDDHA ve o,o EDDHMA, o,o EDDHMA ve HBED ile şelatlanmış Demir(Fe)’in çift iyon - kromatografi ile tayini

Bu metod ring-test’e tabii tutulmuştur.

METOT 11.4
EDDHSA İLE ŞELATLANMIŞ DEMİR'İN TAYİNİ

EN 15451: Gübeler- şelatlama maddelerinin tayini – EDDHSA ile şelatlanmış Demir(Fe)'in çift iyon -kromatografi ile tayini

Bu metot ring-test'e tabii tutulmuştur.

METOT 11.5
o,p EDDHA İLE ŞELATLANMIŞ DEMİR'İN TAYİNİ.

EN 15452:Gübreler-Şelatlama maddelerinin tayini-o,p EDDHA ile şelatlı Demir'in Ters Fazlı HPLC ile Tayini

Bu Metot ring-test'e tabii tutulmuştur.

METOT 11.6
IDHA HESAPLANMASI

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

Bu metot ring-test'e tabii tutulmuştur.

METOT 11.7
LİGNOSÜLFANATLAR'IN HESAPLANMASI

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

Bu metot ring-test'e tabii tutulmuştur.

METOT 11.8
MİKRO BİTKİ BESİN MADDELERİNİN KOMPLEKSLENMİŞ FRAKSİYONLARININ
VE MİKRO BİTKİ BESİN MADDELERİNİN KOMPLEKSİ MUHTEVALARININ
HESAPLANMASI.

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

Bu metot ring-test'e tabii tutulmuştur.

METOT 12
NİTRİFİKASYON VE ÜREAZ İNHİBİTÖRLERİ
METOT 12.1
DİSİYANAMİD TAYİNİ

EN 15360: Gübeler- Diciyanamid tayini – Yüksek performanslı likid kromatografi (HPLC) Metodu kullanarak

Bu metot ring-test'e tabii tutulmuştur.

METOT 12.2

NBPT TAYİNİ

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

Bu metot ring-test'e tabii tutulmuştur.

METOT 12.3

3 METİLPİRAZOL'UN HESAPLANMASI

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

Bu metot ring-test'e tabii tutulmuştur.

METOT 12.4

TRİAZOL'UN HESAPLANMASI

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

Bu metot ring-test'e tabii tutulmuştur.

METOT 12.5

2-NPT'NİN HESAPLANMASI

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

Bu metot ring-test'e tabii tutulmuştur.

METOT 13

AĞIR METALLER

METOT 13.1

KADMIYUM MUHTEVASININ TAYİNİ

EN 14888: Gübreler ve kireçleme maddeleri- Kadmiyum muhtevasının tayini

Bu metot ring-test'e tabii tutulmuştur.

METOT 14

KARBONDİOKSİT

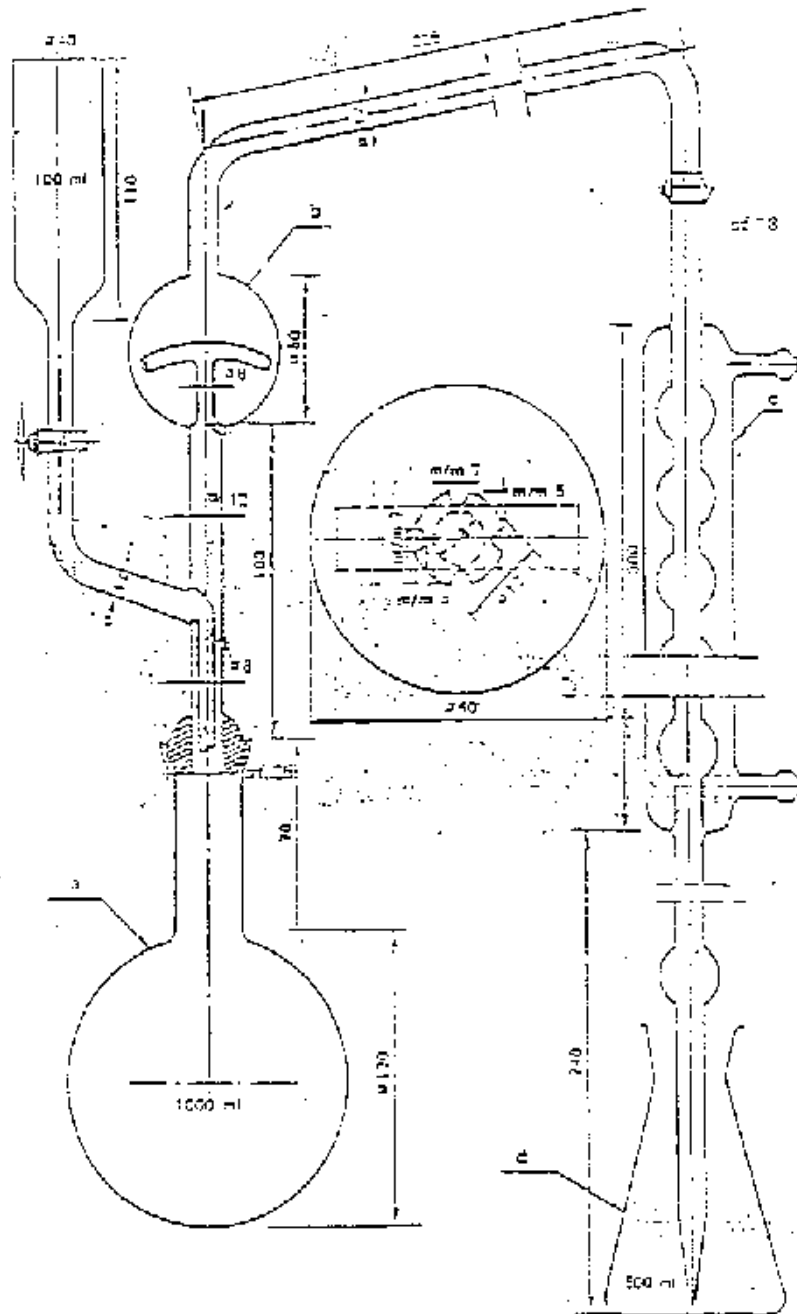
METOT 14.1

KARBONDİOKSİTİN TAYİNİ- BÖLÜM 1: KATI GÜBRELER İÇİN METOT

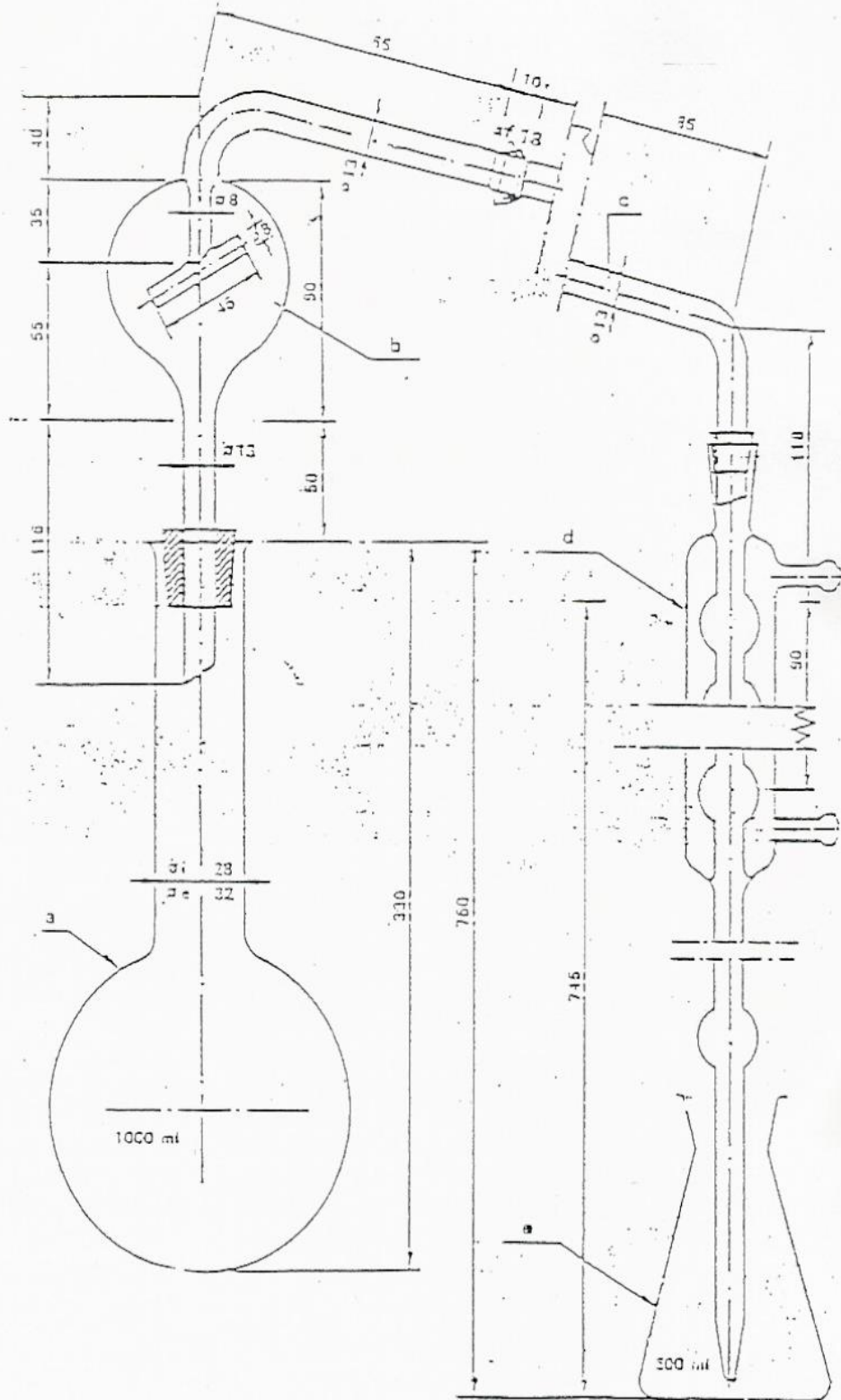
EN 14397-1:Gübreler ve kireçli materyaller. Karbondioksitin tayini. Bölüm 1: Katı gübreler için metot.

Bu metot ring-test'e tabii tutulmuştur.

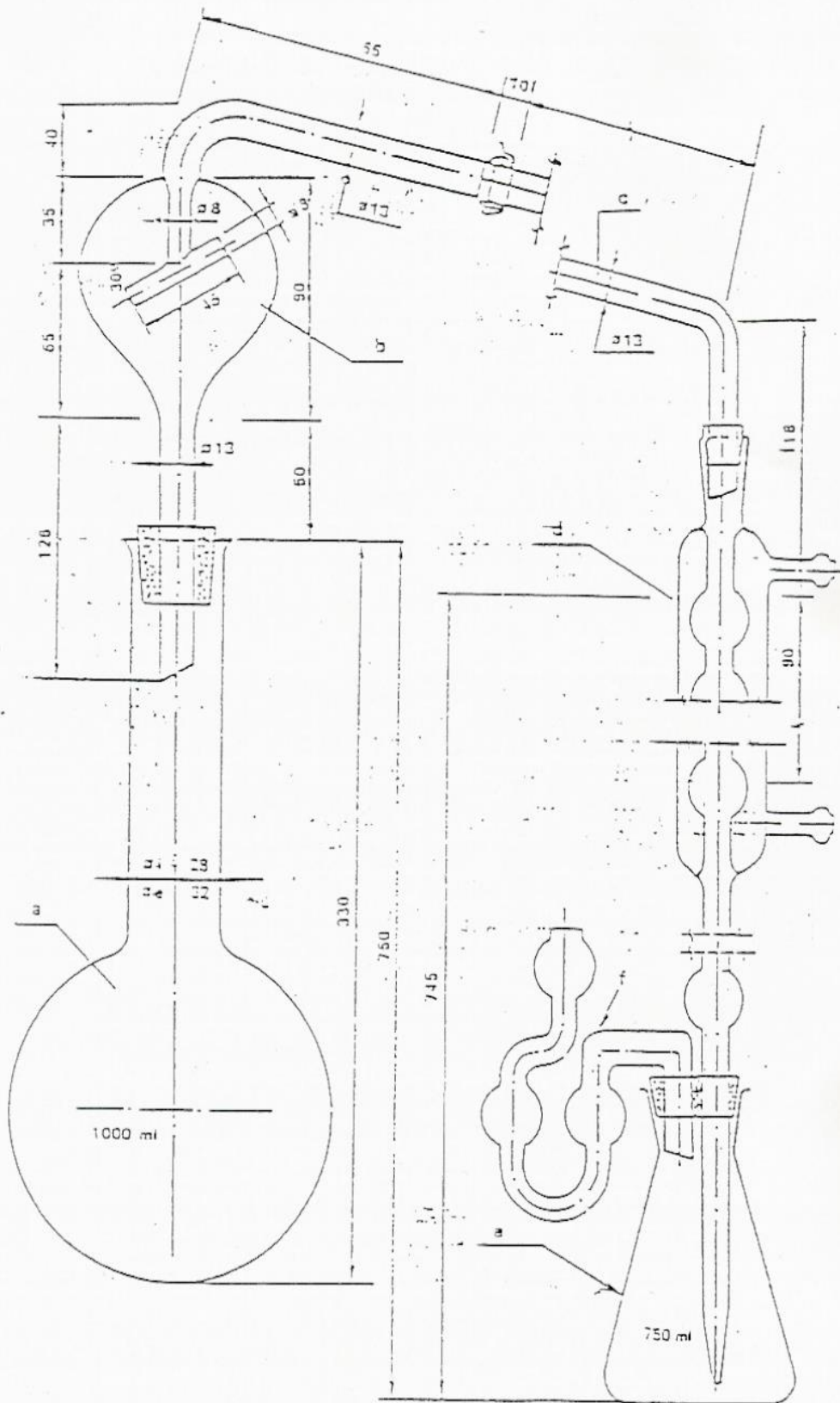
Şekil 2.

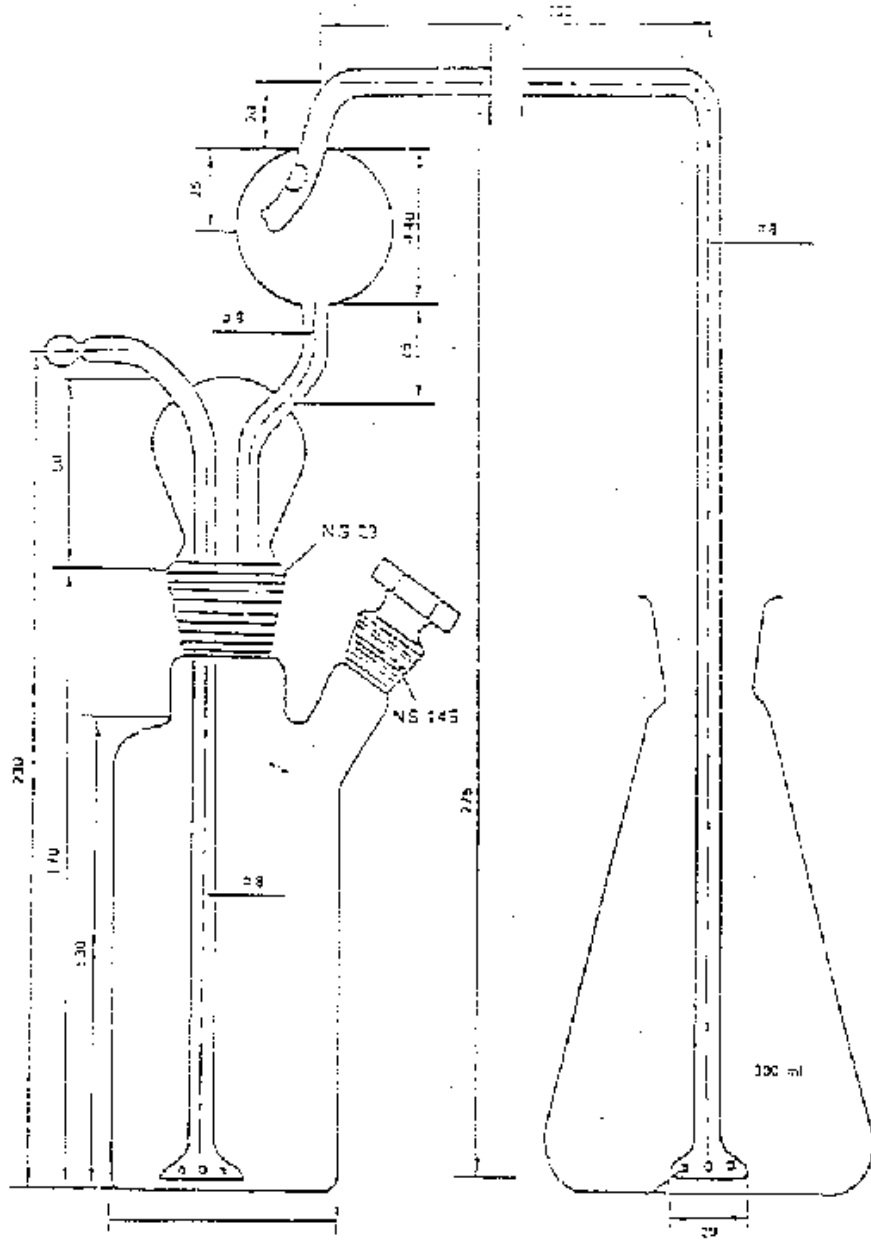


Şekil 3.



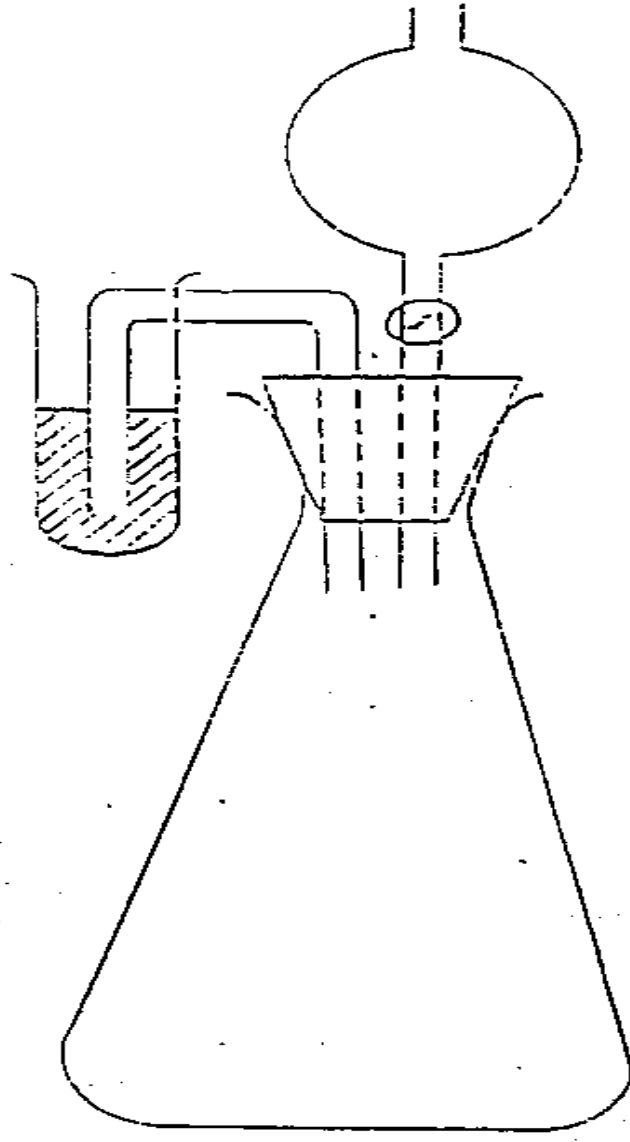
Şekil 5.





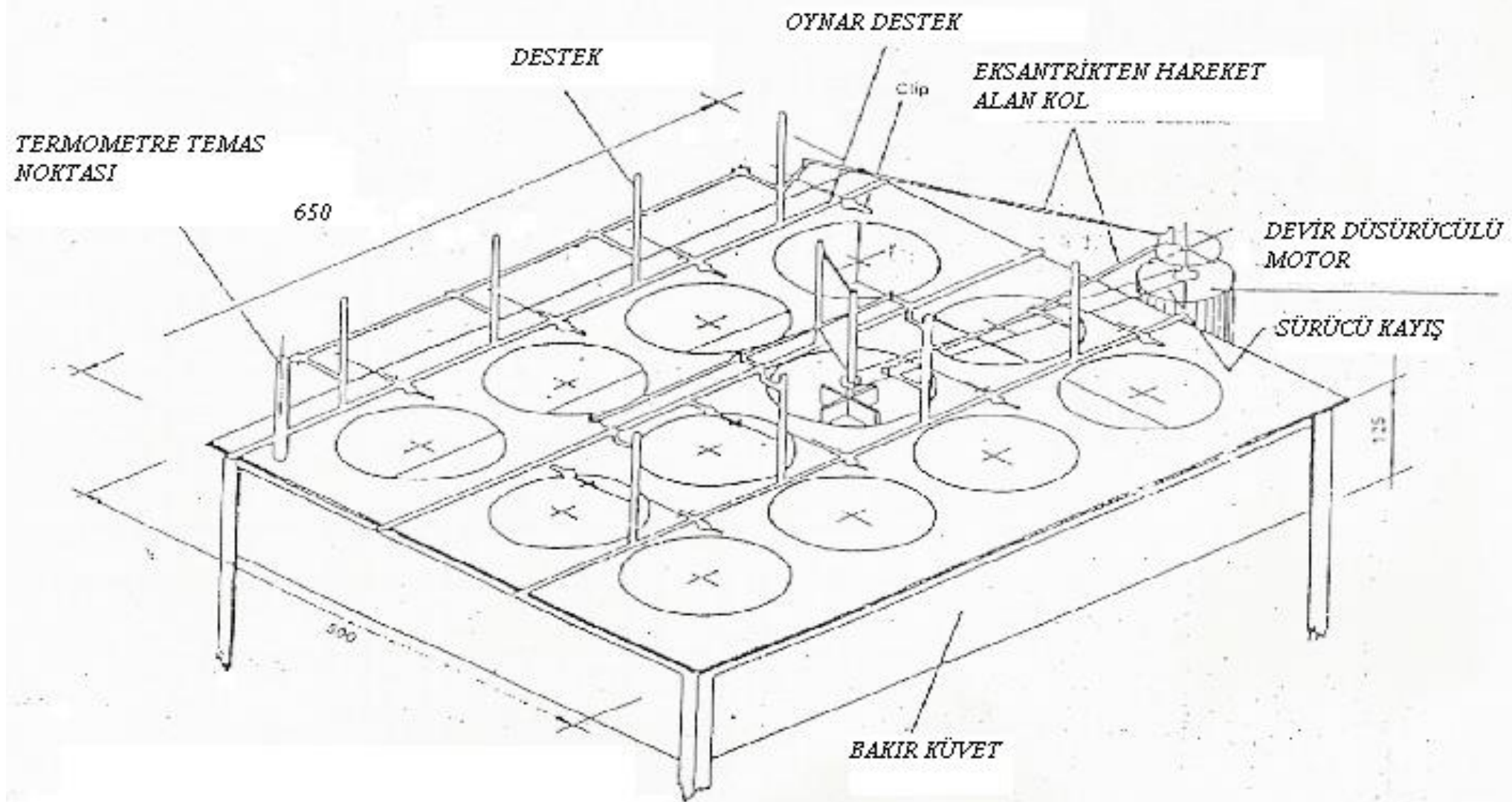
Şekil 6.

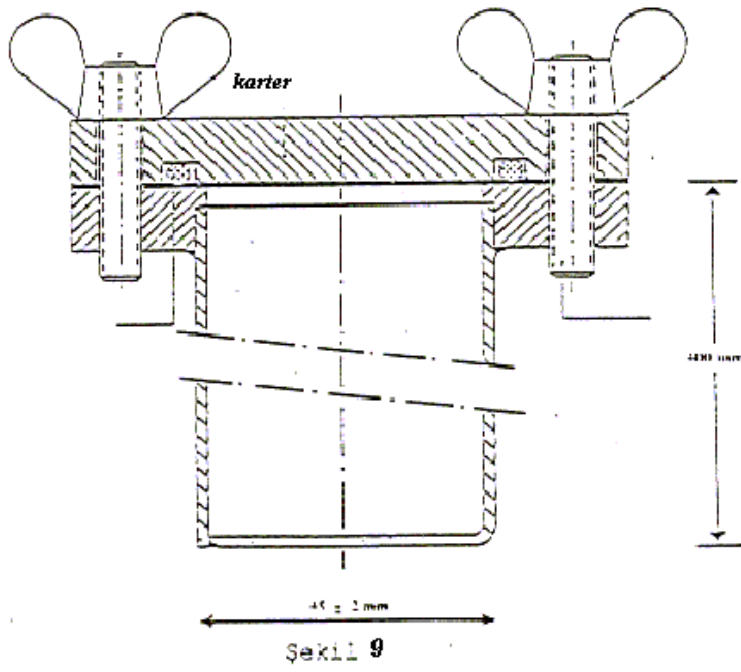
Amonyak azotu saptanması aleti
(7.2.5.3.)



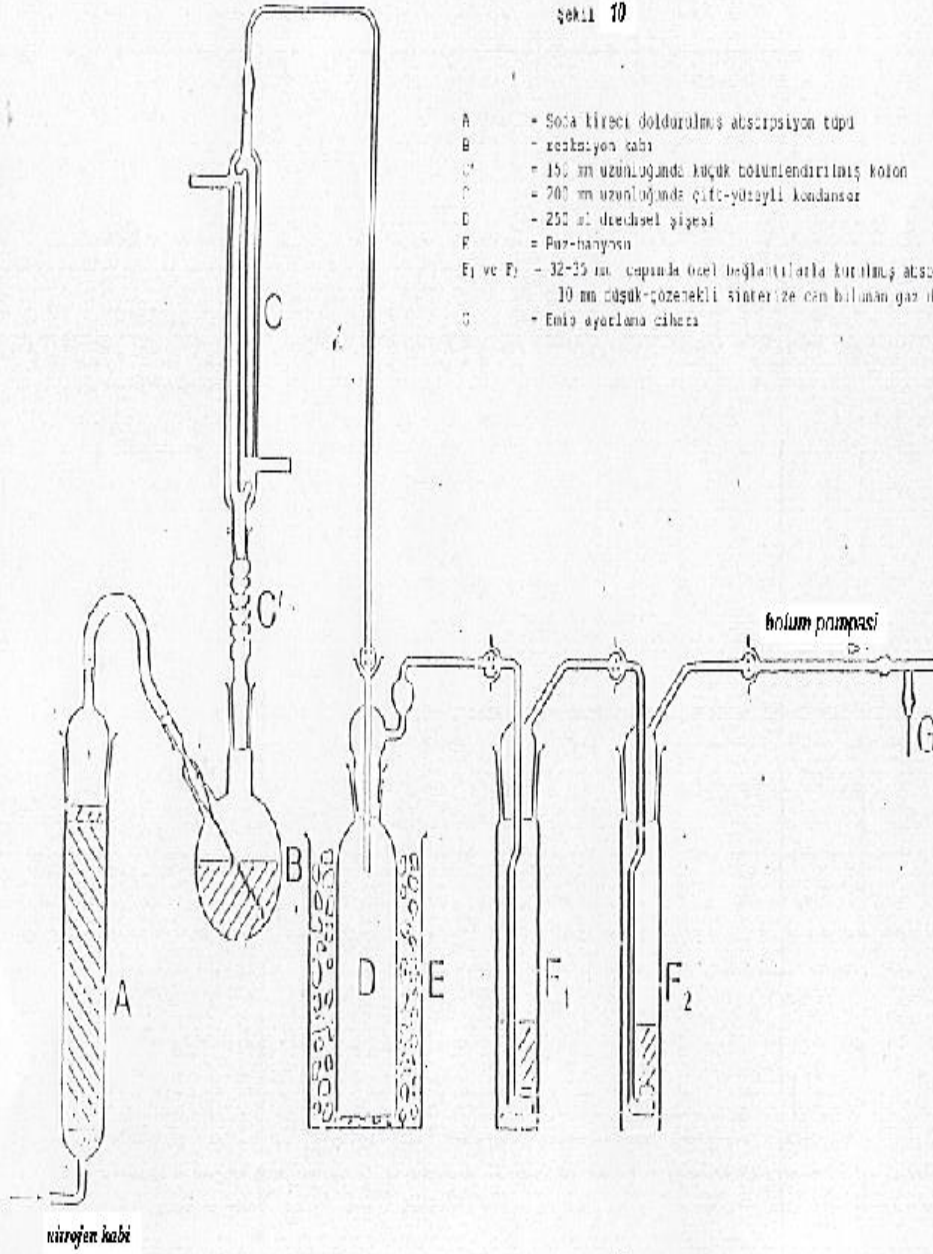
Şekil 7.

Üre azotu saptanması aleti
(7.2.6.1.)



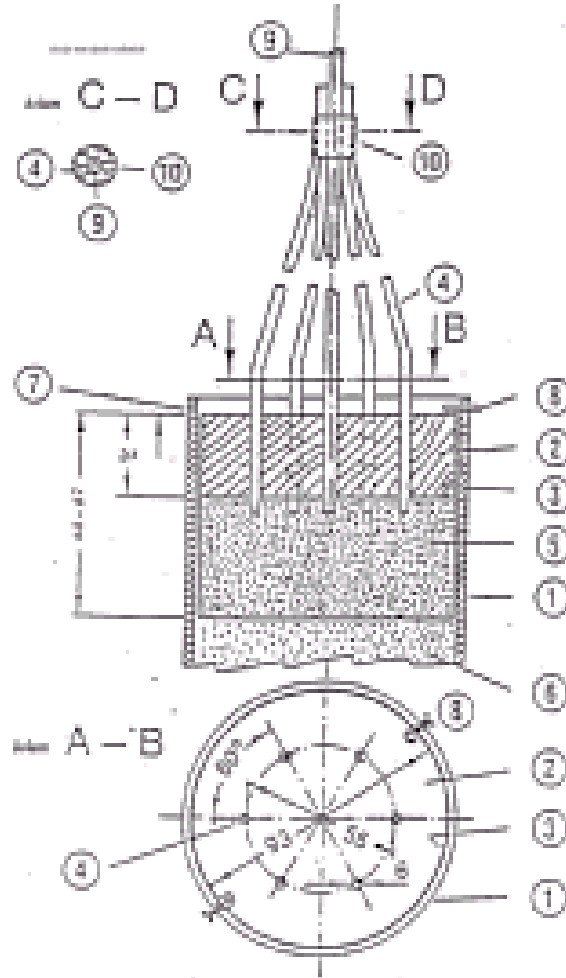


şekil 10



Şekil IV

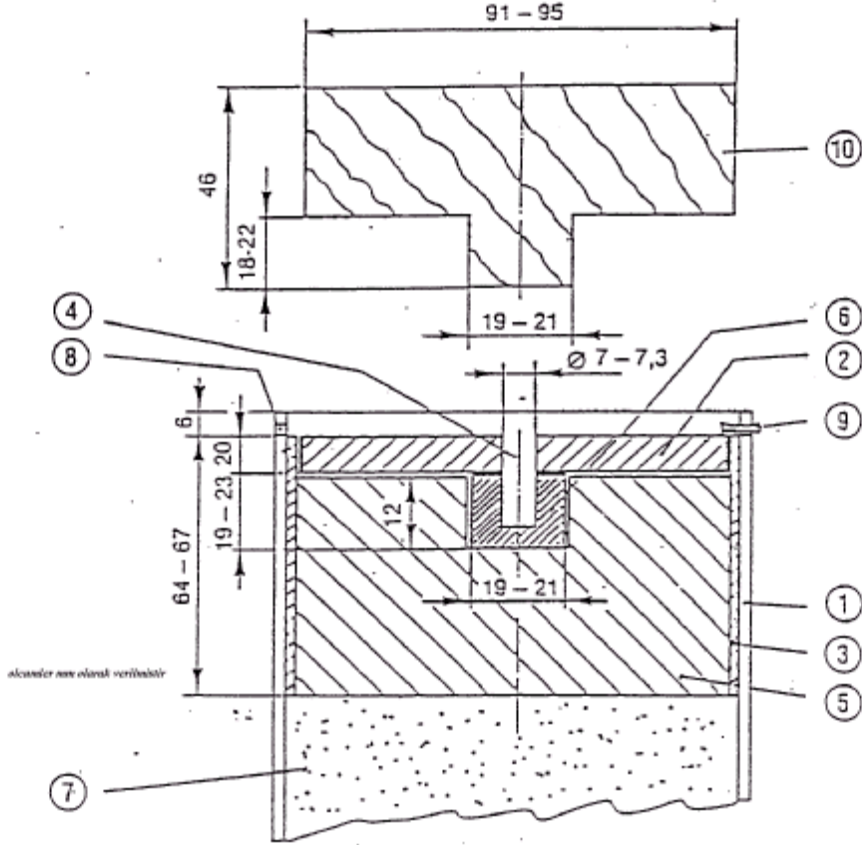
7 delikli ateşleme parçası



1. Çelik sap
2. 7 delikli tahna disk
3. Plastik pada mübarrce sacula silindris
4. Ateşleyici kollar
5. Plastik genişletici
6. Taş zıncıncı
7. 4 mm çapında içre parçacı için açılmış delikler
8. İçre parçacı için delikler
9. Tahna çubuk (No. 4 ile çevrilmiş)
10. No. 9'ün çevresindeki No. 4'ün delikler için yapılmış boşluk

Şekil 12

Merkez ateşlemeli desteklenmiş şarj



1. Çelik tüp
2. Tahya disk
3. Plastik yada mukavve silindir
4. Tahya toz
5. Plastik parlayıcı
6. Sıkıştırılmış sacma tanecikleri
7. Test numunesi
8. İğne yarığı için 4 mm çapında açılmış delikler
9. İğne yarığı için delik
10. No.5 için gerekli tahta

GÜBRE ÜRETİCİ/DAĞITICI BİLGİ FORMU

İli	:	
İlçesi	:	
Üretici/Dağıtıcı Adı	:	
Üretici Lisans No	:	
Adresi	:	
Telefon Numarası	:	
Fax Numarası	:	
Bağlı Bulunduğu Vergi Dairesi Adı	:	
Vergi Kimlik Numarası	:	
T.C Kimlik Numarası	:	
Kayıtlı Olduğu Meslek Kuruluşunun Adı	:	
Kayıt Numarası	:	
Üretici İşe Üretim Tesisinin Adresi	:	
Depo Adresi ve Depoya ait Bilgiler	:	
Diğer Bilgiler	:	
	:	
	:	
	:	
Açıklamalar	:	
	:	
	:	
	:	
	:	

ÜRT/DAĞITICI YETKİLİSİAdı Soyadı
Kaşe/İmza

KİMYEVİ GÜBRE LİSANSI İÇİN ÜRETİM YERİ UYGUNLUK RAPORU

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

Üretici kuruluşun ünvanı:

Üretici kuruluşun fabrika adresi:

İş Yeri Adresi:

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

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

Üretim tesisinin kapasitesine göre; ()

a)Karıştırıcı var mıdır? : ()

b)Tank var mıdır? : ()

c)Hassas tartı aleti var mıdır ? : ()

d)Değirmen var mıdır ? : ()

e)Elek var mıdır : ()

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

.....()

.....()

EVET: (E) HAYIR (H)

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

KONTROL EDENLER
Denetçi Denetçi

TASDİK EDEN
.....Şub.Müd.

LİSANS BELGESİ MÜRACAAT FORMU

Firmanın:	
Ticari Unvanı	
Talep Edilen Lisans Türü (Üretici, Üretici (İthalatçı))	
Adresi	
Telefon Numarası	
Faks Numarası	
Vergi Dairesi	
Vergi Numarası	
Sermayesi	
Üretici ise Üretim Tesislerinin Adresi	
Fason Üretimlerde Fason Üreticinin Adı ve Üretim Tesisi Adresi	

Tarih:/...../20...
Kurum/Kuruluş Temsilcisinin
Adı ve Soyadı
İmza ve Kaşesi

GÜBRE TESCİL MÜRACAAT FORMU

Firmanın:	
Ticari Ünvanı	
Lisans Türü	
Lisans No	
Ürünün	
Tip İsmi	
Cinsi	Katı () Sıvı ()
Marka veya Ticari Adı (varsa)	
Üretildiği Ülke (Türkiye veya İthalat)	
Üreticinin Adı	
Üretim Yerinin Adresi	
Net Ağırlık	
Ambalaj Üzerindeki Diğer İşaretlemeler	

Tarih:/...../20...
Kurum/Kuruluş Temsilcisinin
Adı ve Soyadı
İmza ve Kaşesi

KİMYEVİ GÜBRE İTHALAT İZNİ MÜRACAAT FORMU

İthalatçı Firmanın	
Ticari Unvanı	
Yazışma Adresi	
Konu ile Yetkili Kişinin Adı, Soyadı, İş Telefonu ve Gsm Numarası	
İthal Edilecek Ürünün	
Proforma Faturada Geçen Adı	
Yurt İçine Giriş Yapacağı Gümrük Kapısı	
Proforma Faturada Belirtilen Toplam Değeri	
Ürünün Menşei Ülkesi	
İthal Edilecek Ülke	
GTİP NO	
Gübre Tipi	
İthal Edilmesi İstenen Miktar(+ - %)	
Teslimat Şekli	
İthal Edilecek Gübrenin Kullanım Amacı	

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

Kurum veya Kuruluşun

Temsilcisinin Adı ve Soyadı

İmza ve Kaşesi



T.C.
GIDA TARIM VE HAYVANCILIK BAKANLIĞI
Bitkisel Üretim Genel Müdürlüğü

LİSANS BELGESİ

Firmanın	
Ticari Ünvanı*	
Lisans Türü (Üretici/ Üretici(İthalatçı))	
Lisans No	
Merkez Adresi*	
Telefon Numarası	
Faks Numarası	
Vergi Dairesi	
Vergi Numarası	
Sermayesi	
Kayıtlı Olduğu Meslek Kuruluşunun Adı, Kayıt Numarası ve Tarihi	
Üretici ise, üretim tesislerinin Adresi*	
Fason Üretimlerde Fason Üreticinin Adı ve Üretim Tesis Adresi*	
Veriliş Nedeni	
*Ad ve adres değişiklikleri 30 gün içinde Bakanlığa bildirilecektir.	
Bu belge/..../..... Tarihinden itibaren 5 yıl için geçerlidir.	

Bu Belge 29/3/2014 tarih ve 28956 Sayılı Resmi Gazetede Yayımlanan Gübrelerin Piyasa Gözetimi ve Denetimi Yönetmeliği gereği KİMYEVİ GÜBRE üreten veya ithal eden gerçek ve tüzel kişilere düzenlenmiştir. (..../..../20....)

İmza
Adı SOYADI



T.C.
GIDA, TARIM ve HAYVANCILIK BAKANLIĞI
Bitkisel Üretim Genel Müdürlüğü

TESCİL BELGESİ

Firmanın	
Ticari Ünvanı	
Lisans Türü	
Lisans No	
Kimyevi Gübrenin	
Tip İsmi	
Düzenlenirken Esas Alınan Kriter	
Tescil No	
Marka veya Ticari Adı (varsa)	
Ambalaj Üzerindeki İşaretlemler	
Firmanın Ticari Ünvanı	
Gübre Tip İsmi	
Birincil Bitki Besin Maddesi Kütlece %	
İkincil Bitki Besin Maddesi Kütlece %	
Beyan Edilen İz Elementler Kütlece %	
İz Elementlerin Şelatlama Maddesinin Adı ve Miktarı	
Üretildiği Ülke (Türkiye veya İthalat)	
Net Ağırlık	
Depolama Sıcaklığı	
Diğer İşaretlemler	
Veriliş Nedeni	
Bu belge/..... Tarihinden itibaren 5 yıl geçerlidir.	

Bu Belge 29/3/2014 tarih ve 28956 Sayılı Resmi Gazetede Yayımlanan Gübrelerin Piyasa Gözetimi ve Denetimi Yönetmeliği gereği piyasaya arz edilen KİMYEVİ GÜBRE için düzenlenmiştir.

(....../....../20....)

İmza
Adı SOYADI

T.C.
GIDA TARIM VE HAYVANCILIK BAKANLIĞI

Sayı :

Konu : İthalata Uygunluk

Belge No:

.....
.....

İlgi : tarih ve sayılı yazınız.

Ekonomi Bakanlığının gübre ithaline ilişkin (...../.....) no'lu ithalat Tebliği gereğince, tarımsal/sanayi amaçlı kullanılmak üzere aşağıda özellikleri ve miktarları yazılı toplam ton/kg./lt. gübrenin ithali uygun görülmüştür.

Bilgilerinizi rica ederim.

Adı Soyadı
Ünvanı

<u>ORİJİNİ</u>	<u>GTİP</u>	<u>CİNSİ</u>	<u>MİKTARI</u>
-----------------------	--------------------	---------------------	-----------------------

NOT : 1- İşbu belge tarihine kadar geçerlidir.

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

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

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

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

ÜRETİM TESİSİ DENETİM TUTANAĞI

Kontrol kriterleri	Evet	Hayır
Firma Faaliyetine Devam Ediyormu?		
Üretimden Sorumlu Personeli (Ziraat ühendisi, Kimya Mühendisi) Çalışmaya Devam Ediyormu?		
Üretimde Kullanılan Alet-Ekipman Yeterliliği Uygunmu?		
Çevre Kirliliğine Karşı Yeterli Tedbir Alınmışımı?		
Firmaya Ait Lisans, Ürünlere Ait Tescil Belgesi ve Onaylı Etiket Örnekleri Varmı?		
Lisans Ve Tescil Belgelerinin Geçerlilik Süresi Devam Ediyormu?		
Ürünlerin Etiket Bilgileri İle Tescil Belgesi Ve Bakanlık Onaylı Etiket Örnekleri Uyumlumu?		
Denetim Esnasında Analiz Amaçlı Olarak Numune Alındımı?		
Alınan Numune veya Numunelerin İsimleri		
Alınan Numune veya Numunelerin Tescil Numaraları		
Seri/Parti/Şarj/Lot Numaraları		
Varsa Yapılan Diğer İşlemler		
Tespit Edilen Eksiklikler		
Denetim Tarihi	.../.../20....	

ÜRETİM TESİSİ KONTROL HEYETİ

GÜBRE DENETÇİLERİ

ÜRETİM YERİ YETKİLİSİ

Adı Soyadı
Denetçi No:
İmza

Adı Soyadı
Denetçi No:
İmza

Adı Soyadı
Kaşe/İmza

T.C. GIDA TARIM VE HAYVANCILIK BAKANLIĞI İL/İLÇE GIDA TARIM VE HAYVANCILIK MÜDÜRLÜĞÜ İŞYERİ DENETİM TUTANAĞI									
Denetlenen İşyeri Adı									
İşyeri Yetkilisinin Adı Soyadı									
Sorumlu Yöneticinin Adı Soyadı (Varsa)									
Denetim Tarihi									
Denetim Şekli									
Denetlenen Ürünün									
Firma Lisans No	Tescil No	Kimyevi (K) /Organik (O) Ticari Adı	Tip Adı	İthal/ Türkiye	Numune (Alındı/Alınmadı)	Satış Durdurma			
						Tescil Etiket Uyumsuzluğu	Analiz Sonucu	İşyeri Şartları	Diğer
Tespit Edilen Eksiklikler(Varsa)									
AÇIKLAMALAR									
Denetimi Yapan Yetkilinin						Denetlenen Dağıtıcı Yetkilisinin			
Adı Soyadı			Adı Soyadı			Adı Soyadı			
Denetçi No			Denetçi No			Tarih			
İmza			İmza			İmza			

NUMUNE ALMA TUTANAĞI

TUTANAK NO:

Denetim Şekli : Piyasa () Şikayet ()

Numunenin Kodu : (İşyerine verilecek nüshada doldurulmayacak)

Denetenen Kuruluş Adı : (Kodlu nüshada doldurulmayacak)

Denetenen Kuruluş Adresi : (Kodlu nüshada doldurulmayacak)

Üretici /İthalatçı Adı : (Kodlu nüshada doldurulmayacak)

Üretici/İthalatçı Lisans No : (Kodlu nüshada doldurulmayacak)

Ürünün Ticari Adı : (Kodlu nüshada doldurulmayacak)

Ürünün Tip ismi : (Kodlu nüshada doldurulmayacak)

Ürünün Tescil numarası : (Kodlu nüshada doldurulmayacak)

Ürünün Parti/Seri/Şarj/Lot numarası :

Ürünün Ambalaj büyüklüğü :

Numune Alma tarihi :

Ürünün İçeriği :
:
:

4703 sayılı Ürünlere İlişkin Teknik Mevzuatın Hazırlanması ve Uygulanmasına Dair Kanun'a ve 29/3/2014 tarihli ve 28956 sayılı Resmi Gazetede yayımlanan Gübrelerin Piyasa Gözetimi ve Denetimi Yönetmeliğine istinaden, yukarıda yazılı bilgileri içeren gübrenin, tetkik edilerek açılmamış olduğu anlaşılan orijinal ambalajından; Üretim yeri/İthalat deposu/Dağıtıcı satış yerinden usulüne göre heyetimizce alınan 5(beş) adet gübre numunesi/ambalaj numunesi, numune torbalarına konularak ağızları mühürlenmiştir.kodsuz ve tüm bilgiler yazılarak düzenlenen bir tutanak, şahit numune ile birlikte Üreticiye/İthalatçıya/ Dağıtıcıya teslim edilmiştir.

Not: 5 adedi kodlu doldurulduktan sonra, ayrıca, bir adedi kodsuz bir adedi kodlu olmak üzere tüm bilgiler yazılarak doldurulan Ek-14'ün kodsuz olanı işyerine verilecek kodlu olanı ise numune alan birimde kalacak.

NUMUNE ALAN YETKİLİLER

ÜRT/İTH/DAĞITICI YETKİLİSİ

Adı Soyadı
Belge No:
İmza

Adı Soyadı
Belge No:
İmza

Adı Soyadı
Kaşe/İmza
(Numune torbasına konulan
nüshalarda sadece imza yer alacak)

NUMUNE TANITIM BELGESİ

Ürünün Kodu	
Denetlenen Kuruluşun	
Adı	
Adresi:	
Üretici/İthalatçı Firma Adı	
Üretici/İthalatçı Lisans no	
Ürünün Ticari Adı	
Ürünün Tescil No	
Ürünün parti-şarj veya lot no	
Ürünün Sınıfı(Kimyevi/Organik)	
Ürünün Türü	
Ürünün Tipi	
Ürünün Cinsi	
Ürünün Parti Miktarı	
Ambalaj Cinsi	
Ürünün etiket bilgileri	
Numunenin Alındığı Tarih	
Diğer Bilgiler	
Denetçi :	Denetçi :
Adı Soyadı:	Adı Soyadı:
Belge No :	Belge No :
İmza :	İmza :
	Denetlenen İşyeri Yetkilisinin
	Adı Soyadı:
	Görevi :
	İmza :

T.C.VALİLİĞİ İL GIDA TARIM VE HAYVANCILIK MÜDÜRLÜĞÜ	
TARİH	
CİLT	
SAYFA NO.	
ANALİZ ÜCRETİ TAHSİL FİŞİ	
ANALİZ ÜCRETİ TAHSİL EDİLECEK MUHATABIN İŞYERİNİN	
UNVANI	
ADRESİ	
BAĞLI OLDUĞU TİCARET ODASININ ADI	
KAYIT NUMARASI VE TARİHİ	
BAĞLI BULUNDUĞU VERGİ DAİRESİ	
VERGİ NUMARASI	
TÜRÜ-FAALİYET ALANI	
İŞYERİ YETKİLİSİNİN ADI-SOYADI	
İKAMETGAH ADRESİ	
ANALİZ ÜCRETİNİN TAHSİL NEDENİ	4703 Sayılı Ürünlere İlişkin Teknik Mevzuatın Hazırlanması ve Uygulanmasına Dair Kanunun 10 cu maddesinin ikinci bendine göre analiz sonucuna göre gübrenin teknik düzenleme-standarda uygun olmadığı tespit edilmesi sonucu
ÖDENMESİ GEREKEN ANALİZ ÜCRETİNİN :	
MİKTARI :	
ÖDENECEĞİ VERGİ DAİRESİ :	
SON ÖDEME TARİHİ :	Tebliğ tarihinden itibaren 30 gün içinde
Kararı Düzenleyenler :	
Denetçi	Denetçi
Adı-Soyadı :	
Unvanı :	
İmzası :	
Kontrol eden Adı Soyadı : Unvanı : İmza :	İL MÜDÜRÜ Adı-Soyadı : Unvanı : İmza :

		Ek-17
T.C.		
.....VALİLİĞİ		
İl Gıda Tarım ve Hayvancılık Müdürlüğü		
TARİH		
CİLT		
SAYFA NO		
İDARİ PARA CEZASI KARARI		
PARA CEZASI MUHATABININ UNVANI		
ADRESİ		
BAĞLI OLDUĞU TİCARET ODA ADI	:	
BAĞLI BULUNDUĞU VERGİ DAİRESİ	:	
VERGİ NUMARASI	:	
TÜRÜ-FAALİYET ALANI	:	
İŞYERİ YETKİLİSİNİN	:	
ADI –SOYADI	:	
T.C KİMLİK ve VERGİ MUMARASI	:	
KESİLEN PARA CEZASININ :	:	
Türü : İdari Para Cezası	:	
NEDENİ		
Yasal Dayanağı: 4703 sayılı Ürünlere ilişkin Teknik Mevzuatın Hazırlanması ve Uygulanmasına Dair Kanunun 12 inci maddesininşikkına göre ürün denetimi sonucu uygulanan para cezası		
KESİLEN PARA CEZASININ :		
MİKTARI	:	TL
ÖDENECEK YER	:	 İli Muhasebe Müdürlüğü
	:	İlçesi Mal Müdürlüğü
SON ÖDEME TARİHİ	:	Tebliğ tarihinden itibaren 30 gün içinde
Kesilen para cezasının taksitle ödenmek istenmesi halinde; tebliği tarihinden itibaren 15 gün içinde İl Müdürlüğüne başvurma zorunluluğu vardır.		
KESİLEN PARA CEZASININ PEŞİN ÖDENMESİ HALİNDE		
ÖDENECEK MİKTAR(1/4 oranında indirimli):	:	TL
Peşin ödeme halinde ödenecek yer	:	 İli Muhasebe Müdürlüğü
	:	İlçesi Mal Müdürlüğü
Son Ödeme Tarihi	:	Tebliğ tarihinden itibaren 15 gün içinde
KESİLEN PARA CEZASINA İTİRAZ EDİLMESİ HALİNDE		
Kararın Tebliğ tarihinden itibaren en geç 15 gün içinde, Sulh Ceza mahkemelerine başvurulabilir. Bu süre içinde başvurunun yapılmamış olması halinde idari yaptırım kararı kesinleşir.Mücbir sebebin varlığı dolayısıyla bu sürenin geçirilmiş olması halinde; bu sebebin ortadan kalktığı tarihten itibaren en geç yedi gün içinde karara karşı başvuruda bulunabilirler.Bu başvuru kararın kesinleşmesini etkilemez. Ancak mahkeme yerine getirmeyi durdurabilir.		
İtiraz merci	:	Sulh Ceza Mahkemesi
İtirazın reddi halinde cezanın ödeme tarihi ve	:	Tebliğ tarihinden itibaren 15 gün sonraki tarih
İtirazın reddi halinde cezanın ödeme yeri	:	 Vergi Dairesi
Belirlenen süre içerisinde ödenmeyen cezaların kesinleşmesi halinde; takip ve tahsil işlemleri 6183 sayılı Kanun çerçevesinde yerine getirilecektir.		
Kararı Düzenleyenler		Kontrol Eden
Adı- Soyadı :	Adı- Soyadı :	Adı- Soyadı :
Ünvanı :	Ünvanı :	Ünvanı :
İmzası :	İmzası :	İmzası :
Onaylayan		
Adı- Soyadı :		
Ünvanı :		
Tarih :		
İmza :		
TEBLİĞ TARİHİ :.....		

YEDD-İ EMİN TUTANAĞI

Denetim tarihi	
Denetimin yapıldığı işyeri adı	
Adresi: İl-ilçe- köy adı adresi	
Ürünün ait olduğu firmanın adı ve lisans nosu	
Ürünün ticari adı	
Ürünün tescil nosu	
Ürünün cinsi ve tip adı	
Ürünün parti-şarj veya lot no	
Ürün ağırlığı ve miktarı	
Ürünün sınıfı kimyevi / organik	

4703 sayılı Kanun, ve buna dayanılarak hazırlananYönetmeliğine gereği,
 Bitkisel Üretim Genel Müdürlüğünce İl Müdürlüğümüze,bildirilen ve yukarıda
 bilgileri bulunan ürünün, İl Müdürlüğümüzce teslim alındığına dair tutanaktır.

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

..... İl Tarım Müdürlüğü

Adı ve Soyadı

Adı ve Soyadı

İşyeri yetkilisi

İmza

İmza

Adı ve Soyadı

İmza Kaşe

YEDD-İ EMİN TUTANAĞI

Denetim Tarihi	
Denetimin Yapıldığı İşyeri Adı	
Adresi: İl-İlçe- Köy Adı Adresi	
Ürünün Firma Adı ve Lisans Nosu	
Ürünün Ticari Adı	
Ürünün Tescil No	
Ürünün Etiket Bilgileri	
Ürünün Cinsi ve Tip Adı	
Ürünün Parti-Şarj veya Lot No	
Ürünün Ağırlığı ve Miktarı	
Ürünün Sınıfı Kimyevi / Organik	

4703 sayılı Kanun, ve bu kanuna dayanılarak hazırlanan 29/3/2014 tarih ve 28956 sayılı Resmi Gazetede yayımlanan Gübrelerin Piyasa Gözetimi ve Denetimi Yönetmeliği gereği,

.....

 nedeniyle/nedenlerle satışının
 durdurularak, işyerine yedd-i emin olarak teslim edildiğine dair tutanaktır.

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

..... İl/İlçe Müdürlüğü

Adı ve Soyadı

Adı ve Soyadı

İşyeri yetkilisi

İmza

İmza

Adı ve Soyadı

İmza Kaşe

GÜBRE SATIŞ SÖZLEŞMESİ ÖRNEĞİ

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

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

SATICI

ALICI

Kişi veya Kuruluş yetkilisinin
Adı Soyadı
Doğum Tarihi ve Yeri
Anne Ve Baba Adı
Nüfus Cüzdanı Seri No
Ticari unvanı

Ticari Adresi

Bağlı Olduğu Vergi Dairesi
Vergi Numarası
Satışı Yapılan Kimyevi Gübrenin Menşei
Kişi veya Kuruluş Yetkilisinin kaşe ve imzası

Not: üreticiler dağıtıcılarla bu şekilde sözleşme düzenleyebilirler.

NUMUNE ALMA ETİKETİ

**BU AMBALAJDAN GÜBRELERİN PİYASA GÖZETİMİ VE
DENETİMİ YÖNETMELİĞİ
GEREĞİ DENETİM AMACIYLA NUMUNE ALINMIŞTIR.**



GÜBRE MUAYENE VE DENEY RAPORU			
		Rapor Tarihi	
Rapor No		Numenin Kod Numrarası	
Denetim Yapılan		Gübrenin	
İl		Sınıfı	
İlçe		Türü	
Kurum ve Kuruluşun Adı		Tipi	
Tarih		Cinsi	
Deney Sonuçları		Muayene Sonuçları	
		Ambalaj cinsi	
		Ambalaj veya Etiket üzerindeki işaretlemeler	
Notlar:			
Teknik düzenlemesi bulunmayan ürünlerin deneylerinin yapıldığı deney metodlarının adı not olarak belirtilecektir			

Muayene Deneyi Yapan
Kuruluşun Adı :
Kişinin Adı ve Soyadı :

Onaylayanın Adı ve Soyadı
Mühür
İmzalar

20.....YILIİLİ GÜBRE DENETİM PROGRAMI

[illegible]

Düzenleyen
Denetçi

Kontro Eden
Şube Müdürü

Onaylayan
İl Müdürü Yrd./İl Müdürü

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