
SERİ

B

CİLT

40

SAYI

1

1990

İSTANBUL ÜNİVERSİTESİ
ORMAN FAKÜLTESİ
D E R G İ S İ



TOPRAKLARDA KATYON DEĞİŞİM KAPASİTESİ VE DEĞİŞTİRİLEBİLİR KATYONLARIN ANALİZ YÖNTEMLERİ

Yard. Doç. Dr. M. Ömer KARAÖZ¹⁾

Kı s a Ö z e t

İ.Ü. Orman Fakültesi Toprak İlimi ve Ekoloji Anabilim Dalı'nda 1988-1989 öğretim yılından itibaren Yüksek Lisans programı başlamıştır. Bu programın ikinci yılındaki tez aşaması büyük ölçüde arazi ve laboratuvar çalışmalarına dayanmaktadır. Ayrıca her yıl lisans bitirme tezi olarak verilen çalışmaların büyük bir çoğunluğu da yine laboratuvarlarımız olanaklarından yararlanılarak yapılmaktadır. Bu makalenin amacı öğrencilerin laboratuvarda yapacakları çalışmalara yardımcı olacak topraklarda katyon değişim kapasitesi ve değiştirilebilir katyonlarının belirlenmesine ilişkin analiz yöntemlerini ortaya koymaktır.

1. GİRİŞ

Toprakların çeşitli fiziksel ve kimyasal özelliklerinin bilinmesi, topraktan yararlanmanın düzenlenmesi ve ürünün artırılması konusunda alınacak önlemler bakımından çok önemlidir.

Artan dünya nüfusuna koşut olarak gereksinimlerin de artması, sabit kalan toprak kaynaklarından ençok ürün elde edilmesi bakımından, toprağın fiziksel ve kimyasal özelliklerinin iyi bilinmesini zorunlu kılmaktadır. Orman ağaçlarının yayılışları ve beslenme-büyüme ilişkilerinin de ortaya konulabilmesi için üzerlerinde yetiştikleri toprakların özelliklerinin bilinmesi gereklidir. Bu da arazide belirlenen toprak özelliklerinin, laboratuvar analizlerinden elde edilen verilerle birleştirilerek kullanılması ile olanaklıdır.

Bu çalışmada toprağın değiştirilebilir metalik katyonlarından olan Ca^{++} , Mg^{++} , K^+ , Na^+ ve değiştirilebilir H^+ , Al^{+++} miktarları ile katyon değişim kapasitesinin nasıl belirlenebileceği açıklanacaktır. Laboratuvar ve kimya bilgisi az olan, ya da hiç olmayan kişiler gözönüne alınarak analiz sırasında kullanılan çözeltilerin hazırlanması ile gereken alet ve malzemelere de yer verilmiştir.

1) İ.Ü. Orman Fakültesi, Toprak İlimi ve Ekoloji Anabilim Dalı, Bahçeköy-İSTANBUL

2. Toprağın Değiştirilebilir Metalik Katyonlarının ve Katyon Değişim Kapasitesinin (CEC) Belirlenmesi

Toprağın katyon değişim kompleksinde (kil+oksitler+organik madde) bağlı olan katyonların bitki beslenmesi açısından en önemlilerini Ca^{++} , Mg^{++} , K^+ ve Na^+ 'ın dahil olduğu alkali ve toprak alkali metaller oluşturur. Çeşitli çözeltiler ile ekstraksiyona tabi tutulmuş toprak süzütüsünde Ca^{++} , Mg^{++} , K^+ ve Na^+ 'dan başka hidrojen, alüminyum, eser miktarda manganez, demir ve amonyum iyonları da bulunabilir. Toprağın (ve özellikle toprak kolloidlerinin) tutabilecekleri katyonların toplam miktarına eşdeğer kapasiteye toprağın katyon değişim kapasitesi (CEC) denir.

Toprak bir tuz veya zayıf bir asit çözeltisi ile yıkandığında tuz çözeltisinde bulunan katyonlar ya da asit çözeltisinin hidrojen iyonu, toprağın değişim kompleksinde bağlı katyonlarla değişime uğrarlar ve toprak tarafından tutulurlar. Tutulan katyonlara ekivalan değerde (eşdeğer) olan topraktaki tüm katyonlar değişim kompleksinden çözeltiliye geçer.

Bu şekilde elde edilen ekstrakta (süzüntüde) değiştirilebilir katyonlar (Ca^{++} , Mg^{++} , K^+ ve Na^+) belirlenebilir.

Kullanılan tuz çözeltisinin fazlası alkolle uzaklaştırıldıktan sonra toprak başka bir tuz çözeltisi ile yıkanır ve elde edilen süzüntüde ilk tuz çözeltisindeki bulunan katyonun miktarı belirlenir ve sonuç 100 gr mutlak kuru toprak örneği için miliekivalan biriminde ifade edilirse toprağın "katyon değişim kapasitesi" bulunmuş olur.

Bu başlık altında önce toprakların ekstraksiyonunda kullanılan çeşitli çözeltilerin hazırlanması ile ekstraksiyon yöntemleri verilerek, daha sonra toprağın değiştirilebilir katyonlarından olan Ca^{++} , Mg^{++} , K^+ ve Na^+ ve değiştirilebilir H^+ , Al^{+++} miktarları ile katyon değişim kapasitesinin nasıl belirlenebileceği açıklanacaktır.

2.1. Toprakların Ekstraksiyonunda Kullanılan Çeşitli Çözeltilerin Hazırlanması

2.1.1. Normal Nötr Amonyum Asetat Çözeltisi

Normal nötr amonyum asetat çözeltisi (1.0 N CH_3COONH_4 pH=7.0), karbonatsız ve çözünen tuzları içermeyen topraklardaki değiştirilebilir metalik katyonların (Ca^{++} , Mg^{++} , K^+ ve Na^+) ve toprakların katyon değişim kapasitelerinin belirlenmesi için kullanılır.

Çözeltinin hazırlanması için gerekli alet ve malzemeler ile çözeltilerin hazırlanması aşağıda açıklanmıştır (CHAPMAN 1965, GÜLÇUR 1974, TSE 8341 1990).

2.1.1.1. Gerekli Alet, Malzeme ve Çözeltiler

- pH-metre, terazi, büret, 100 ml'lik
- Derişik asetik asit, CH_3COOH , % 98 - % 100'lük
- Derişik amonyak, NH_3 , $d=0.91$ gr/cm³
- Toz amonyum asetat, CH_3COONH_4
- Balon jöjeler, 1000 ml'lik

2.1.1.2. 1.0 N Amonyum Asetat pH=7 Çözeltisinin Hazırlanması

- Birinci hazırlama şekli: İçinde 700-800 ml saf su bulunan bir litrelik balon jöjeye 57.0 ml derişik asetik asit eklenerek iyice çalkalanır. Üzerine 68.0 ml derişik amonyak konular ve

tekrar çalkalanır. Çözeltinin pH'sı pH-metre ile ölçülür, 7.0'nin altında ise amonyak ile, üstünde ise asetik asit ile tam 7.0 pH'ya ayarlanır ve balon saf su ile litreye tamamlanır.

– İkinci hazırlama şekli: Toz amonyum asetatın 77.09 gr tartılarak içinde 700-800 ml saf su bulunan bir litrelik balon jodede çözülür. Çözeltinin pH'sı amonyak veya asetik asit ile pH-metre kullanılarak tam 7.0 pH'ya ayarlanır. Balon saf su ile litreye tamamlanır.

2.1.2. 0.5 Normal Baryum Klorür - 0.055 Normal Trietanolamin Çözeltisi

Baryum klorür-trietanolamin çözeltisi karbonatlı topraklarda değiştirilebilir katyonların belirlenmesi için kullanılır. Çözeltinin hazırlanması için gerekli alet ve malzemeler ile çözeltile- rin hazırlanması aşağıda açıklanmıştır (CHAPMAN 1965, GÜLÇUR 1974, MEHLICH 1948).

2.1.2.1. Gerekli Alet, Malzeme ve Çözeltiler

- pH-metre, terazi.
- Balon jocular, 1000 ml'lik
- Beherglas, 1000 ml'lik
- Ölçü silindiri, 500 ml'lik
- Cam baget
- Baryum klorür $BaCl_2 \cdot 2H_2O$
- Trietanolamin, $C_6H_{15}NO_3$
- 1.0 Normal Hidroklorik asit HCl. Derişik (% 37'lik) hidroklorik asitten 116.6 ml abna- rak bir litrelik balon jocular konur, balon saf su ile litreye tamamlanır.

2.1.2.1. Baryum Klorür-trietanolamin Çözeltisinin Hazırlanması

a) % 5'lik Baryum klorür çözeltisinin hazırlanması: 50 gr $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ bir litrelik balon jocular tartılır. Balon, kaynatılarak CO_2 'i uçurulmuş ve soğutulmuş saf su ile çizgisine tamamlanır.

b) 0.055 N Trietanolamin çözeltisinin hazırlanması: 45.0 ml trietanolamin alınarak 1000 ml'lik behere konur, üzerine 500 ml CO_2 'siz saf su eklenerek bir baget ile iyice karıştırılır. Bu çözeltinin pH'sı, yaklaşık 75-95.0 ml 1 N HCl ile pH-metre kullanılarak tam $pH=8.2$ 'ye ayarlan- ır. Çözelti daha sonra bir litrelik balon jocular aktarılır ve CO_2 'siz saf su ile litreye tamamlanır.

a ve b çözeltileri birbirine karıştırılarak 2 litre ekstraksiyon çözeltisi elde edilmiş olur.

2.1.3. Normal Nötr Sodyum Asetat Çözeltisi

Normal nötr sodyum asetat (1.0 N CH_3COONa $pH=7$) çözeltisi toprakların katyon deęiştirme kapasitelerinin belirlenmesi için toprağın sodyum katyonu ile doyurulması amacıyla kullanılır.

Çözeltinin hazırlanması için gerekli alet ve malzemeler ile çözeltilerin hazırlanması aşağı- da açıklanmıştır (CHAPMAN 1965, GÜLÇUR 1974):

2.1.3.1. Gerekli Alet, Malzeme ve Çözeltiler

- a) pH-metre, terazi
- b) Balon jöjeler, 100 ml ve 1000 ml'lik; 50 ml'lik büret
- c) sodyum asetat, $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$
- d) 1.0 N Sodyum hidroksit, NaOH çözeltisi: 4 gr NaOH alınarak içinde bir miktar saf su bulunan 100 ml'lik balon jöjede çözülür. Çözelti soğuduktan sonra balon saf su ile çizgisine tamamlanır.

e) 1.0 N Asetik asit, CH_3COOH : 6.0 ml derişik asetik asit 100 ml'lik balon jöjeye konur ve balon saf su ile çizgisine tamamlanır.

2.1.3.2. 1.0 N Nötr Sodyum Asetat Çözeltisinin Hazırlanması

136.0 gr sodyum asetat ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$) alınarak bir litrelik balon jöje içindeki az miktarda saf su ile çözülür ve balon saf su ile litreye tamamlanır. Çözeltinin pH'sı normal sodyum hidroksit ya da normal asetik asit ile pH-metre kullanılarak tam pH=7.0'ye ayarlanır.

2.1.4. Normal Nötr Sodyum Klorür Çözeltisi

Normal nötr sodyum klorür (1.0 N NaCl pH=7.0) çözeltisi de toprakların katyon deęiştirme kapasitelerinin belirlenmesi için topraęın sodyum katyonu ile doyurulması amacıyla kullanılır.

Çözeltinin hazırlanması için gerekli alet ve malzemeler ile çözeltilerin hazırlanması aşıęıda açıklanmıřtır (GÜLÇUR 1974).

2.1.4.1. Gerekli Alet, Malzeme ve Çözeltiler

- a) pH-metre, terazi
- b) Balon jöjeler, 100 ml ve 1000 ml'lik; büret 50 ml'lik
- c) Sodyum klorür NaCl.
- d) 1.0 N sodyum hidroksit, NaOH çözeltisi: 4 gr NaOH alınarak içinde bir miktar saf su bulunan 100 ml'lik balon jöjede çözülür. Çözelti soğuduktan sonra balon saf su ile çizgisine tamamlanır.

e) 1.0 N hidroklorik asit, HCl çözeltisi: % 37'lik HCl'den 5.4 ml alınarak 100 ml'lik balon jöjeye konur, balon saf su ile çizgisine tamamlanır.

2.1.4.2. 1.0 N Nötr Sodyum Klorür Çözeltisinin Hazırlanması

58.54 gr NaCl içinde yaklaşık 900 ml saf su bulunan 1000 ml'lik bir balon jöjede çözülür. Çözeltinin pH'sı normal sodyum hidroksit ya da normal hidroklorik asit ile pH-metre kullanılarak tam pH=7.0'ye ayarlanır.

Yukarıda hazırlanmaları ayrıntılarıyla açıklanan ekstraksiyon çözeltilerinden başka 1.0 N Amonyum klorür, 0.6 N Asetik asit çözeltileri de toprakların ekstraksiyonu amacıyla kullanılabilir.

2.2. Ekstraksiyon Çözeltilerinin Topraklara Uygulanması Yöntemleri

Topraklar, eldeki laboratuvar olanaklarına göre çeşitli ekstraksiyon çözeltileri ile ve çeşitli yöntemler kullanılarak analize hazır hale getirilebilir.

Bu yöntemlerden en önemlileri aşağıda açıklanmıştır (CHAPMAN 1965, GÜLÇUR 1974).

2.2.1. Toprak Çözeltilerinin Süzme Hunileri İle Süzülerek Elde Edilmesi

Toprakların hunilerden süzülerek ekstraksiyona tabi tutulması ile ilgili gerekli alet, malzeme ve çözeltiler ile işlemin yapılması aşağıda açıklanmıştır.

2.2.1.1. Gerekli Alet, Malzeme ve Çözeltiler

- a) Ekstraksiyon çözeltisi
- b) Süzme hunileri, $\emptyset = 6-7$ cm ve süzme sehpaları
- c) Huni boyunlarına uygun kesilmiş adı filtre kâğıdı
- d) balon jöjeler, 250 ml'lik
- e) Beherler, 400 ml'lik ve uygun saat camları
- f) Ölçü silindiri, 100 ml'lik
- g) Bir ucu lastikli cam baget, piset

2.2.1.2. İşlemin Yapılması

Analiz için gerekli toprak tartılarak (genellikle 10 gr), 400 ml'lik bir behere konur ve üzerine 100 ml ekstraksiyon çözeltisi eklenerek cam baget ile iyice karıştırılır. Beherin üzerine saat camı örtülerek bir gece beklemeye bırakılır. Ertesi gün süzme işlemine geçilir. Bu amaçla süzme hunilerine filtre kâğıtları hafifçe islatılarak yerleştirilir ve huni boyunlarında su kalması sağlanır. Bu, süzme işleminin daha hızlı olmasını sağlar. Hazırlanan huniler sehpalara yerleştirilir ve altlarına 250 ml'lik balon jöje konur. Beher içindeki toprak bir bagetle iyice karıştırılır ve huniye boşaltılır. Bu sırada hunideki karışım düzeyi daima filtre kâğıdı üst kenarından yaklaşık 1.0 cm aşağıda tutulmalıdır. Hunideki sıvı süzülünce beherde kalan toprağın tamamı içinde ekstraksiyon çözeltisi bulunan bir piset yardımıyla olanaklar ölçüsünde az çözelti kullanılarak filtre kâğıdına yıkanır. Daha sonra hunilerdeki çözeltilerin tamamı süzülünceye kadar beklenir. Damlama durunca, filtre kâğıdının en üst düzeyinden ve etrafını dolaştırılarak bir piset yardımıyla damla damla ekstraksiyon çözeltisi eklenir. Bu şekilde yıkamaya devam edilerek balon jöjenin, boynuna kadar dolması sağlanır. Daha sonra balonlar alınarak ekstraksiyon çözeltisi ile çizgisine tamamlanır. Kapakları kapatılarak iyice çalkalanır. Böylece çözeltiler homojen hale getirilir.

Ağır toprakların ekstraksiyonu sırasında süzüntünün ilk bölümü bulanık olabilir. O nedenle bu tip topraklarda süzüntünün ilk bölümü balon jöje yerine 100 ml'lik bir beherde toplanır. Damlaların berkaklaşmasından sonra hunilerin altına balon jöjeler yerleştirilir. Bulanık kısım ise tekrar süzülür.

Süzüntüler uzun süre saklanacaklarsa mikroorganizma faaliyetini önlemek için balon jöjeler tamamen doldurulmadan önce 8-10 damla kloroform eklenmesi önerilir (Son hacim 250 ml).

NOT: Son yıllarda bu yöntem aşağıda açıklandığı şekilde uygulanmaktadır (PERKIN ELMER 1983):

- Analiz için 20 mesh = 0.84 mm'lik elekten geçirilmiş 10 gr toprak örneği tartılarak 100 ml'lik erlenmayere konur. Üzerine 25.0 ml ekstraksiyon çözeltisi eklenerek mekanik çalkalayıcıda 15 dakika çalkalanır. SS 589-3 mavi band filtre kâğıdı kullanılarak yukarıda açıklandığı şekilde süzülür. Süzüntü 100 ml'lik balon jøjede toplanır (Son hacim 100 ml).

2.2.2. Toprak Çözeltilerinin Buchner Hunileri İle Süzülerek Elde Edilmesi

Bu yöntem, süzülme sırasında vakum uygulandığı için, yukarıda açıklanan yöntemle göre daha hızlıdır.

Bu yöntem için gerekli alet, malzeme ve çözeltiler ile işlemin yapılması aşağıda açıklanmıştır (CHAPMAN 1965, GÜLÇUR 1974, TSE 8341 1990):

2.2.2.1. Gerekli Alet, Malzeme ve Çözeltiler

- a) Ekstraksiyon çözeltisi
- b) Su trombu ya da vakum pompası
- c) Erlenmayelerin ağzını hava aldirmayacak şekilde kapatabilen uygun çapta Buchner hunisi.
- d) Su trombu ya da vakum cihazına lastik bir hortum ile bağlantı kurulabilen, yandan delikli erlenmayerler.
- e) Buchner hunisi çapına uygun büyüklükte Wathman No. 42 filtre kâğıdı
- f) Beherglas 400 ml'lik, uygun saat camları
- g) Balon jøjeler 250 ml'lik
- h) Ölçü silindiri 100 ml'lik
- i) Bir ucu lastikli cam baget
- i) Piset
- j) 6 cm çapında huni

2.2.2.2. İşlemin Yapılması

Analiz için gerekli hava kurusu ince topraktan 10 gr tartılarak 400 ml'lik behere konur. Üzerine 100 ml ekstraksiyon çözeltisi eklenerek bagetle iyice karıştırılır. Üstleri saat camı ile kapatılarak reaksiyonun tamamlanması için bir gece bekletilir. Ertesi gün süzme hunileri hazırlanır. Bunun için filtre kâğıdı ıslatılarak Buchner hunisine yerleştirilir. Filtre kâğıdının çapı huni çapından 3-5 mm daha küçük olmalıdır. Ancak bu şekilde olursa, ıslak filtre kâğıdı vakum etkisiyle huniye yapışır. Bu şekilde hazırlanan Buchner hunisi vakum cihazına bağlanmış, yandan delikli, 225 ml hacim düzeyi işaretlenmiş erlenmayerin üzerine hava aldirmayacak şekilde oturur. Daha sonra su trombu, ya da vakum cihazı çalıştırılarak sistemin havası boşaltılmaya başlanır. Yeterli miktarda hava boşalınca beher içindeki süspansiyon karıştırılmadan huniye aktarılır. Böylece öncelikle beherin üst kısmında bulunan berrak sıvı boşaltılmış olur. Bu sıvının süzülmesi bitmek üzere iken içinde ekstraksiyon çözeltisi bulunan bir piset yardımı ile ve olanaklar ölçüsünde az çözelti kullanarak beher içindeki toprak huninin üzerine yıkanır. Hunideki damlama durunca pisetle yaklaşık 10-15 ml ekstraksiyon çözeltisi huninin kenarlarını yıkayacak şekilde eklenir. Bu yıkama işlemine süzüntü huni altındaki erlenmayer üzerine işaret-

lenmiş çizgiye gelinceye kadar devam edilir. Son damlama bitince sistem, basınç bakımından dengeye getirilir ve vakum işlemine son verilir.

Buchner hunisi çıkarılarak erlenmayerde toplanan süzüntü bir huni yardımıyla 250 ml'lik balon jöjeye aktarılır. Erlenmayer, pisetten eklenen ekstraksiyon çözeltisiyle 3 kez yıkanır ve balon jöje boşaltılır. Elde edilen süzüntü uzun süre saklanacaksa, balon işaret çizgisine kadar doldurulmadan önce 8-10 damla kloroform damlatılır. Hacmine tamamlanan ve kapakları kapatılan balon jöjeler çalkalanarak homojen hale getirilir.

NOT: Bu yöntem son yıllarda 110-120 ml'lik cam bir şişeye tartılan 10 gr hava kurusu toprak üzerine 25 ml ekstraksiyon çözeltisi eklenerek bir gece bekleme ya da 2 saat mekanik çalkalayıcıda çalkalama ve son hacim 100 ml oluncaya kadar Buchner hunisinden süzme şeklinde uygulanmaktadır (TSE 8341 1990).

2.2.3. Toprak Çözeltilerinin Kolon Sistemi İle Süzülerek Elde Edilmesi

Bu yöntem için gerekli alet, malzeme ve çözeltiler ile işlemin yapılması aşağıda açıklanmıştır (GÜLÇUR 1974).

2.2.3.1. Gerekli Alet, Malzemeler ve Çözeltiler

- a) Cam kolon
- b) Kuvars kumu
- c) Spatül ve fırça
- d) Beherglas, 100 ml'lik
- e) Samur fırça
- f) Huni, $\varnothing = 5$ cm
- g) Uzun baget
- h) Pamuk
- i) Sehpa ve halka
- j) Uygun çaplı kauçuk boru
- k) Vidalı pens
- l) Süzme sehpa
- m) Balon jöje, 250 ml'lik
- n) Erlenmayerler, 300 ml'lik ve erlenmayerlerin ağzlarına uygun, ortalarına 7.0-10 cm uzunlukta cam boru yerleştirilmiş lastik tıplar
- o) Ölçü silindiri, 25 ml, 500 ml'lik,
- p) 15 cm çaplı plastik boru ve boru ağzını kaplayacak boyutta kaput bezi
- ö) 1/l'lik hidroklorik asit (HCl) çözeltisi: Hacmen eşit miktarlarda % 37'lik HCl ile saf su karıştırılır.
- p) Gümüş nitrat (AgNO_3) çözeltisi: 10 gr AgNO_3 , 100 ml balon jöjeye alınır ve saf su ile çözülerek çizgisine tamamlanır.
- r) Su banyosu
- s) Ekstraksiyon çözeltisi

2.2.3.1.1. Cam Kolonlarda Kullanılacak Kuvars Kumunun Temizlenmesi

Şişe cam fabrikalarından alınan kuvars kumunun analiz için kullanılmadan önce temizlenmesi gerekmektedir. Bunun için 0.5 mm'lik elekten geçirilmiş yaklaşık 2.5 kg kuvars kum;

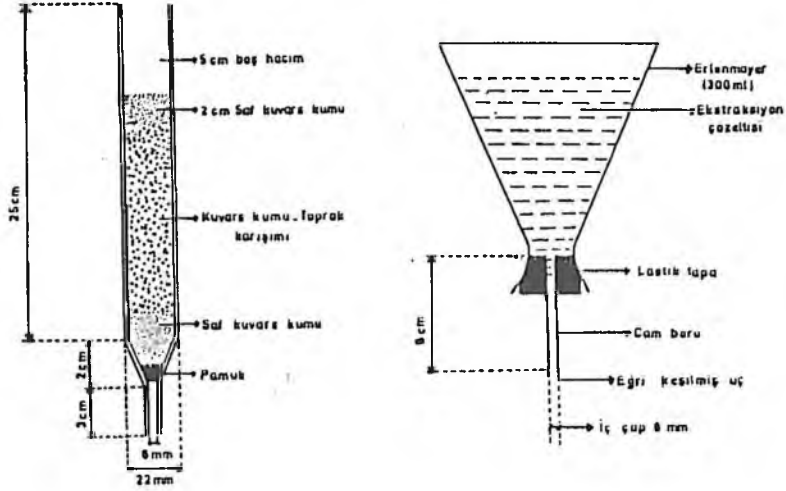
5.0 litrelik ısıya dayanıklı bir balona konur ve balon içerisine hemen dibeye yakın bir noktaya yaklaşık 1.0 cm çapındaki bir cam boru yardımıyla içinde tortu bulunmayan temiz su verilir. Böylece kum içinde az da olsa bulunan toz ve kil parçacıkları yıkanır. Yıkama işlemine balon ağzından boşalan su tamamen berraklaşınca son verilir.

Daha sonra kum içinde bulunan asitte çözünür yabancı maddeleri temizlemek için aynı balon içine, hacmen 1/1 oranında hazırlanmış HCl çözeltisi konur. Karışım su banyosuna oturtulur ve kalın bir cam bagetle ara sıra karıştırılarak 8-10 saat sıcak asit ile reaksiyona sokulur. Akşam su banyosu kapatılır, ertesi güne kadar beklenecek reaksiyonun devam etmesi sağlanır. Ertesi gün asitin fazlası dışarı akıtılır ve yine balon içerisine dibeye yakın bir noktaya yaklaşık 1.0 cm çapındaki bir cam boru sokulur ve bu boru yardımıyla balona temiz su verilir. Bu şekilde kumdaki serbest asit yıkanmış olur. Balondan 5-6 saat su geçirmek yeterlidir. Daha sonra kum, balondan alınıp yaklaşık 15 cm çapında alt kısmına yıkanmış temizlenmiş, çift katlı kaput bezi gerilen bir plastik boruya yerleştirilir. Borunun üst kısmından saf su dökülerek musluk suyunun getirdiği yabancı tuzlar yıkanır. Yaklaşık 0.5 litrelik bölümler halinde 10-12 defa suyla yıkama yeterlidir. Son yıkamalarda gümüş nitrat ile klor iyonu reaksiyonu kontrol edilir. Bu kontrolde beyaz rengin görülmemesi gerekir.

Yıkanan kum temiz bir emaye küvete yayılarak tozsuz, havası asit ve amonyak buharlarından arınmış bir odada önce hava kuru hale getirilir, daha sonra 105°C'de kurutulur. Bu şekilde hazırlanan kum geniş ağızlı, cam kapaklı bir kavanoza konularak muhafaza edilir.

2.2.3.2. İşlemin Yapılması

Öncelikle cam kolonların hazırlanması gerekmektedir. Bunun için istenilen miktarda hava kuru ince toprak örneği 100 ml'lik bir behere tartılır. 50.0 gr kuvars kumu 25 ml'lik bir ölçü silindirine doldurulur ve eriştiği düzey cam üzerine işaretlenir. Daha sonraki kullanımlarda kuvars kumu için tartım yapmak gerekmez. Ölçü silindiri işaretli yere kadar kum ile doldurulur. Kuvars kumu azar azar içinde toprak örneğinin bulunduğu behere dökülür ve bir spatül ile iyice karıştırılarak kum ile toprak homojen hale getirilir. Cam kolonun ince uçlu alt kısmına küçük bir pamuk parçası cam baget yardımıyla yerleştirilir. Pamuk üzerine, yaklaşık 3 cm yüksekliğe kadar saf kuvars kumu doldurulur. Bu kum üzerine kolonun ağzına yerleştirilmiş küçük çaplı ve kısa boyunlu bir cam huni ile beherdeki kum-toprak karışımı aktarılır. Beher içinde ve spatül üzerinde kalan kum-toprak parçacıkları samur bir fırça ile huniye geçirilir. Huninin çeperleri ve boynu da kolon içine fırçalanır. Kolondaki kum-toprak karışımı üzerine de yaklaşık 2 cm yüksekliğe kadar saf kuvars kumu konur (Şekil 1). Kolon ucuna 3-4 m uzunlukta yumuşak ince bir lastik boru takılır ve süzme sehпасına yerleştirilir. Lastik boru ayarlanabilir bir pens ile sıkıştırılır ve altına 250 ml'lik bir balon joje yerleştirilir. Daha sonra istenilen hacimdeki ekstraksiyon çözeltisini içeren erlenmayer, delik lastik mantarın ortasına yerleştirilmiş olan cam borusu (Şekil 1), kolonun içine girecek şekilde oturtulur. Erlendeki ekstraksiyon çözeltisi kolonun boş kısmını doldurur ve çözelti kum-toprak karışımından geçerek kolonun uç kısmından damlamaya başlar. Damlama hızlı olursa vidalı pens sıkıştırılarak damlama yavaşlatılır. Ekstraksiyonun tam olarak yapılabilmesi için her 10 saniyede 1 damlanın damlaması önerilir. Bu şekilde ekstraksiyon süresi 6-8 saat devam eder.



Şekil 1: Toprak ekstraksiyonu için hazırlanmış cam kolon ve erlenmayer.

2.2.4. Toprak Çözeltilerinin Santrifüj Aleti Kullanılarak Elde Edilmesi

Toprakların ekstraksiyonu özellikle katyon değişim kapasitesinin belirlenmesi için santrifüj aleti kullanılarak da yapılabilir. Bu yöntem hakkında ayrıntılı bilgi daha sonra verilecektir.

Buraya kadar yapılan açıklamalar ile toprakların ekstraksiyonunda kullanılan çözeltiler ve değişik toprak ekstraksiyon yöntemleri hakkında genel bilgi verilmiştir. Bu yöntemler istenirse ayrı ayrı kullanılarak, toprağın değiştirilebilir katyonları ve katyon değişim kapasitesi ayrı ayrı belirlenebileceği gibi, bu yöntemler kombine edilerek ardarda yıkamalarla her iki özelliğin de belirlenebileceği analiz çözeltileri elde edilebilir. Bundan sonraki bölümlerde bu yöntemlerin işleyişi hakkında örnekler verilecek, elde edilen analiz çözeltilerinin fleymfotometre ya da atomik absorpsiyon aletinde okunmasından önce yapılması gereken, standart çözeltilerin hazırlanması, standart grafiklerin çizilmesi ve okuma sonrası yapılacak hesap işlemleri hakkında bilgi verilecektir.

2.3. Normal Nötr Amonyum Asetat ve sodyum Klorür Çözeltileri İle Toprağın Değiştirilebilir Metalik Katyonlarının ve Katyon Değişim Kapasitesinin Belirlenmesi

Bu yöntem karbonatlar ve çözünür tuzları içermeyen toprağın değiştirilebilir metalik katyonlarının (Ca^{++} , Mg^{++} , K^+ , Na^+) ve katyon değişim kapasitesinin belirlenmesi için iki aşamada uygulanır.

Birinci aşamada toprak örnekleri 1.0 N Nötr Amonyum asetat çözeltisi ile yıkanarak değişim kompleksinde bulunan Ca^{++} , Mg^{++} , K^+ , Na^+ çözeltiye (1 no.lu analiz çözeltisi) alınır, ve toprağın değişim kompleksi amonyum asetatteki amonyum katyonu ile doyurulur.

İkinci aşamada ise toprak normal nötr sodyum klorür çözeltisi ile yıkanarak değişim kompleksinde tutulan amonyum katyonu (NH_4^+) çözeltiye alınır (2 no.lu analiz çözeltisi).

Elde edilen 1 No.lu analiz çözeltisindeki Ca^{++} , Mg^{++} , K^+ , Na^+ miktarları fleymfotometre ya da atomik absorpsiyon cihazında okunur. Okunan değerler aynı koşullarda hazırlanmış içindeki katyon miktarları bilinen standart çözeltilerle karşılaştırılarak 100 gr mutlak kuru toprakta bulunan Ca^{++} , Mg^{++} , K^+ , Na^+ miktarları miliekivalen olarak hesaplanır.

İkinci çözeltiye geçen NH_4^+ miktarı ise daha önce açıklandığı şekilde total azot analizi yapılmış gibi, mikro destilasyon cihazı yardımıyla belirlenerek toprağın "katyon değişim kapasitesi" hesaplanabilir (KARAÖZ 1989)

Gerekli alet, malzeme ve çözeltiler ile işlemin yapılması aşağıda açıklanmıştır (CHAPMAN 1965, GÜLÇUR 1974).

2.3.1. Gerekli Alet, Malzeme ve Çözeltiler

- Fleymfotometre ya da atomik absorpsiyon aleti
- Komple cam kolon süzme düzeni: Hazırlanışı bölüm 2.2.3'de anlatılmıştır.
- Markham sömi-mikro Kjeldahl destilasyon cihazı
- Terazi
- Mikrobüret, 1.0 ya da 2.0 ml'lik
- Büret 50 ml'lik
- Hava üfleyen akvaryum motoru
- Ölçü silindirleri, 250 ml, 1000 ml'lik
- Balon jöjeler, 250 ml'lik
- Pipet, 5, 10 ml'lik
- Normal nötr amonyum asetat (1.0 N CH_3COONH_4 pH=7) çözeltisi: Hazırlanışı Bölüm 2.1.1'de açıklanmıştır.
- Normal nötr sodyum klorür (1.0 N NaCl pH=7) çözeltisi: Hazırlanışı Bölüm 2.1.4'de anlatılmıştır.
- 0.01 N Sülfürik asit, H_2SO_4 çözeltisi: Bunun için önce 0.1 Normal sülfürik asit çözeltisi hazırlanır. Bu amaçla 2.65 ml derişik (% 95'lik) H_2SO_4 bir büretten 1000 ml'lik balon jöjeye alınır. Üzerine bir miktar saf su eklenir ve soğuduktan sonra saf su ile litreye tamamlanır. 0.01 N sülfürik asit çözeltisi hazırlamak için 0.1 N H_2SO_4 'den 5.0 ml alınarak 1000 ml'lik balon jöje içinde saf su ile litreye tamamlanır.
- Etil alkol, % 96'lık.

2.3.2. İşlemin Yapılması

2.3.2.1. Analiz Çözeltilerinin Elde Edilmesi

Hava kuru su ince toprak örneğinden 10.0 gr tartılarak Bölüm 2.2.3'de anlatıldığı şekilde ekstraksiyon kolonlarına konur. Her birinin altına 250 ml'lik balon jöje yerleştirilir. Ayrıca bir cam kolon, kör deneyin yapılabilmesi amacıyla sadece saf kuvars kumu ile doldurulur. Kolonların üzerine Bölüm 2.2.3.2'de anlatıldığı şekilde hazırlanmış, içinde 250 ml 1.0 normal nötr amonyum asetat çözeltisi bulunan erlenmayerler yerleştirilir. Kolonlardan damlama başlayınca damla sayısı kolonların ucunda bulunan vidalı penster kullanılarak dakikada 6-10 damlaya ayarlanır. Damlama tamamlanınca kolonlar, erlenmayerler ve balon jöjeler sistemden ayrılır. Erlenmayerler iyice yıkanır ve saf su ile çalkalanarak kurumaya bırakılır. Balon jöjeler 1.0 N nötr amonyum asetat çözeltisi ile 250 ml'ye tamamlanır. Balon jöje içindeki ekstrakta (1 no.lu

çözelti) değiştirilebilir Ca^{++} , Mg^{++} , K^+ , Na^+ miktarları fleymfotometre ya da atomik absorpsiyon cihazı kullanılarak belirlenebilir.

Kolonların altında 250 ml'lik beherler yerleştirilir ve alkol dolu bir piset kullanılarak kolon çeperleri az miktarda (10-15 ml) alkol ile içeri yıkanır. Kolonların üst boşluğundaki alkol tamamen süzöldükten sonra aynı işlem bir kez daha tekrarlanır.

Yıkayıp kurumaya bırakılmış erlenmayerler içine 100 ml alkol konur ve cam kolonların üzerine yerleştirilerek kolonlardan alkol geçirilmesine başlanır. Alkol damlaması kesilince erlenmayerler sistemden ayrılır ve kolonların üst çeperleri iki defa daha alkol ile içeriye yıkanır.

Alkol yıkaması sona erince erlenmayerlere 250 ml normal götr sodyum klorür çözeltisi konur. Kolonların altına da 250 ml'lik balon jöjeler yerleştirilerek kolonlardan NaCl çözeltisi geçirilmeye başlanır. Damlama, dakikada 6-10 damlaya ayarlanır. Damlama kesilince balon jöjeler sistemden ayrılır ve NaCl çözeltisi ile 250 ml'ye tamamlanır. Bu süzöntüde (2 no.lu çözelti) Markham mikro kjeldahl destilasyon cihazı ile amonyak belirlenir. Bu şekilde toprağın "kation değişim kapasitesi" bulunmuş olur.

2.3.2.2. Değiştirilebilir Metalik Katyonların (Ca^{++} , Mg^{++} , K^+ , Na^+) Fleymfotometre ya da Atomik Absorpsiyon Cihazı Kullanılarak Belirlenmesi

Fleymfotometrede okumalara geçilmeden önce Ca^{++} , Mg^{++} , K^+ , Na^+ 'a ait standart eğrilerin hazırlanması gerekmektedir. Atomik absorpsiyon cihazındaki okumalar için standart eğri çizilmesine gerek yoktur. Cihaz, değerleri ppm cinsinden ekranda vermektedir.

2.3.2.2.1. Standart Çözeltilerin Hazırlanması

Toprak örneklerinin ekstraksiyonu sonunda elde edilen analiz çözeltilerindeki katyonların (Ca^{++} , Mg^{++} , K^+ , Na^+) miktarlarına göre çeşitli konsantrasyonlarda standart çözeltilerin hazırlanması gereklidir. Bir örnek olmak üzere sözkonusu katyonların belirlenmesi için hazırlanması gereken standart çözeltiler hakkında bilgi verilecektir.

– **Standart Kalsiyum Çözeltisi (1000 ppm Ca^{++} /1 lt):** 2.497 gr kalsiyum karbonat, ($CaCO_3$), içerisinde 6.4 ml derişik hidroklorik asit, HCl (% 75'lik) bulunan 1.0 litrelik balon jöjede çözölür. Balon saf su ile litreye tamamlanır.

– **Standart Magnezyum Çözeltisi (1000 ppm Mg^{++} /1 lt):** 3.4672 gr magnezyum karbonat ($MgCO_3$) içerisinde 20 ml hacmen 1+9'luk hidroklorik asit çözeltisi (1 ölçü HCl+9 ölçü saf su) bulunan bir litrelik balon jöjede çözölür ve balon saf su ile litreye tamamlanır.

– **Standart Potasyum Çözeltisi (1000 ppm K^+ /1 lt):** 105°C'de kurutulmuş potasyum klorürden (KCl), 1.9069 gr tartılır ve bir litrelik balon jöje içerisindeki az miktarda saf su ile çözölür. Balon saf su ile litreye tamamlanır.

– **Standart Sodyum Çözeltisi (1000 ppm Na^+ /1 lt):** 105°C'de kurutulmuş sodyum klorürden (NaCl), 2.542 gr tartılarak bir litrelik balon jöje içerisindeki saf su ile çözölür. Balon saf su ile litreye tamamlanır.

2.3.2.2. Standart Eğrilerin Hazırlanması

Kalsiyum Standart Eğrisinin Hazırlanması

Standart kalsiyum çözeltisinden sırasıyla 0 (saf su), 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 6.0, 7.0, 8.0, 9.0, 10.0 ml alınarak 100 ml'lik balon jöjelere konur. Balonlar 1+9'lük hidroklorik asit çözeltisi ile çizgisine tamamlanır. Bu standart çözeltiler sırasıyla 0, 10.0, 20.0, 30.0, 40.0, 50.0, 60.0, 70.0, 80.0, 90.0, 100.0 ppm Ca^{++} içerir. Bu çözeltiler fleymfotometrede okunur ve milimetrik kâğıt üzerinde yatay eksene standart çözeltilerin Ca^{++} konsantrasyonları, dikey eksene de alet okumaları işaretlenerek, standart eğri hazırlanır.

Magnezyum Standart Eğrisinin Hazırlanması

Standart magnezyum çözeltisinden sırasıyla 0, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 6.0, 7.0, 8.0, 9.0, 10.0 ml alınarak 100 ml'lik balon jöjelere konur. Balonlar 1+9'lük hidroklorik asit çözeltisi ile çizgisine tamamlanır. Bu standart çözeltiler sırasıyla 0, 10.0, 20.0, 30.0, 40.0, 50.0, 60.0, 70.0, 80.0, 90.0, 100.0 ppm Mg^{++} içerir. Bu çözeltiler fleymfotometrede okunarak yukarıda anlatıldığı şekilde standart eğri hazırlanır.

Potasyum Standart Eğrisinin Hazırlanması

Standart potasyum çözeltisinden sırasıyla 0, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 6.0, 7.0, 8.0, 9.0, 10.0 ml alınarak 100 ml'lik balon jöjelere konur. Balonlar saf su ile çizgisine tamamlanır. Bu standart çözeltiler sırasıyla 0, 10.0, 20.0, 30.0, 40.0, 50.0, 60.0, 70.0, 80.0, 90.0, 100.0 ppm K^+ içerir. Çözeltiler fleymfotometrede okunarak yukarıda anlatıldığı şekilde standart eğri hazırlanır.

Sodyum Standart Eğrisinin Hazırlanması

Standart sodyum çözeltisinden sırasıyla 0, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 6.0, 7.0, 8.0, 9.0, 10.0 ml alınarak 100 ml'lik balon jöjelere konur. Balonlar saf su ile çizgisine tamamlanır. Bu standart çözeltiler sırasıyla 0, 10.0, 20.0, 30.0, 40.0, 50.0, 60.0, 70.0, 80.0, 90.0, 100.0 ppm Na^+ içerir. Çözeltiler fleymfotometrede okunarak yukarıda açıklandığı şekilde standart eğri hazırlanır.

2.3.2.3. Fleymfotometre ya da Atomik Absorbsiyon Cihazındaki Okumalar ve Hesaplama

Bölüm 2.3.2.1'de açıklandığı şekilde elde edilen 1 no.lu analiz çözeltisindeki Ca^{++} , Mg^{++} , K^+ , Na^+ konsantrasyonları fleymfotometrede ya da atomik absorbsiyon cihazı kullanılarak okunur. Fleymfotometredeki okumalara karşılık gelen konsantrasyon değerleri daha önceden hazırlanmış standart eğrilerden bulunur. Atomik absorbsiyon aleti kullanılmışsa değerler doğrudan doğruya ppm olarak okunabilir. Kör deneydeki değerler, diğerlerinden çıkarılır. Daha sonra, 100 gr mutlak kuru topraktaki değerler miliekivalan olarak hesaplanır.

NOT: Kalsiyum ve magnezyum okumaları için, toprakta bulunan B, Al, P gibi elementlerin alet okumaları esnasındaki etkilerini gidermek amacıyla her 5.0 ml analiz çözeltisi için 1.0 ml lantan oksit çözeltisi damlatılır. Aynı işlem Ca^{++} ve Mg^{++} standart çözeltileri için de uygulanmalıdır.

Lantan oksit, $La_2O_3 \cdot H_2O$ çözeltisinin hazırlanışı: 58.65 gr lantan oksit içinde 250 ml değişik hidroklorik asit (HCl % 37'lik) olan 1 l'lik balon jöjede çözülür. Balon saf su ile litreye tamamlanır.

Hesaplama

Standart eğrilerden elde edilen değerler aşağıdaki formüle uygulanarak toprakta bulunan Ca^{++} , Mg^{++} , K^+ , Na^+ miktarları miliekivalan/100 gr mutlak kuru toprak olarak hesap edilir.

$$Ca^{++} \text{ me/100 gr mutlak kuru toprak} = A \times \frac{I}{B} \times C$$

Bu formülde:

A: Standart eğriden bulunan Ca^{++} , Mg^{++} , K^+ , Na^+ miktarları ppm (mg/lt)

B: Katyonların ekivalan ağırlığı: Bir katyonun ekivalan ağırlığı o katyonun atom ağırlığının bileşme değerine bölünmesiyle elde edilir. Örneğin Na^+ 'ın atom ağırlığı "23" bileşme değeri 1 olduğu için ekivalan ağırlığı $23/1 = 23$ 'dür. Bu değerler K^+ için "39", Ca^{++} için "20", Mg^{++} için ise "12" dir.

C: Sulandırma oranı: Kullanılan ekstraksiyon çözeltisi miktarının (ml), alınan toprak örneği ağırlığına (gr) oranıdır.

2.3.2.3. Toprağın Katyon Değişim Kapasitesinin Belirlenmesi

Bölüm 2.3.2.1'de açıklandığı şekilde elde edilen 2 no.lu süzüntüde Markham semimikro kjeldahl destilasyon cihazı ile amonyak belirlenir. Bunun için gerekli alet, malzeme ve çözeltiler ile işlemin yapılması daha önceki çalışmamızda ayrıntılı bir şekilde anlatılmıştır (Bkz. KARAÖZ 1989, Bölüm 3.5.).

Burada, titrasyon için 1/140 N sülfürik asit yerine bölüm 2.3.1'de açıklandığı şekilde hazırlanan 0.01 N sülfürik asit (H_2SO_4) çözeltisi kullanılır. Bu çözeltinin faktörü de KARAÖZ (1989), Bölüm 3.5.4.'de anlatıldığı şekilde belirlenir.

Titrasyon için harcanan 1 ml 0.01 N H_2SO_4 , 0.01 miliekivalan NH_4^+ 'a eşittir. Bu eşitlikten yararlanılarak gerekli hesaplamalar yapılır ve sonuç 100 gr mutlak kuru toprak için miliekivalan olarak ifade edilir.

2.4. 0.5 Normal Baryumklorür - 0.055 Normal Trietanolamin Çözeltisi İle Toprağın Değiştirilebilir Metalik Katyonlarının ve Katyon Değişim Kapasitesinin Belirlenmesi

Bu yöntem, karbonatlı topraklarda değiştirilebilir metalik katyonların ve katyon değişim kapasitesinin belirlenmesinde kullanılır.

Bunun için toprak örnekleri önce 0.5 N Baryum klorür - 0.055 N trietanolamin ve 0.2 N Baryum klorür çözeltisi ile yıkanarak toprağın değişim kompleksinde bulunan Ca^{++} , Mg^{++} , K^+ , Na^+ katyonları çözeltiliye alınır (1 no.lu analiz çözeltisi) ve toprağın değişim kompleksi Ba^{++} ile doyurulur.

Daha sonra toprak 0.2 N Magnezyum klorür çözeltisi ile yıkanarak değişim kompleksinde tutulan Ba^{++} çözeltiye alınır (2 no.lu analiz çözeltisi).

Elde edilen 1 no.lu analiz çözeltisindeki Ca^{++} , Mg^{++} , K^+ , Na^+ miktarları ile 2 no.lu analiz çözeltisindeki Ba^{++} miktarı fleymfotometre ya da atomik absorpsiyon cihazında oku-

nur. Okunan değerler aynı koşullarda hazırlanmış, içindeki katyon miktarları bilinen standart çözeltilerle karşılaştırılarak 100 gr mutlak kuru topraktaki değiştirilebilir Ca^{++} , Mg^{++} , K^+ , Na^+ miktarları ile, Ba^{++} değeri belirlenerek toprağın katyon değişim kapasitesi miliekivalan olarak hesaplanır.

Gerekli alet, malzeme ve çözeltiler ile işlemin yapılması aşağıda açıklanmıştır (MEHLICH 1948, GÜLÇUR 1974).

2.4.1. Gerekli Alet, Malzeme ve Çözeltiler

- Fleymfotometre ya da atomik absorpsiyon cihazı
- Komple cam kolon süzme düzeni: Hazırlanışı Bölüm 2.2.3'de anlatılmıştır.
- Terazi
- Ölçü silindirleri, 100 ml'lik
- balon jöjeler, 250 ml'lik
- 0.5 N Baryumklorür-0.055 N Trietanolamin çözeltisi: Hazırlanışı, Bölüm 2.1.2'de anlatılmıştır.
- 0.2 N Baryumklorür, $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ çözeltisi: 25 gr $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ içinde az miktarda CO_2 'siz saf su bulunan 1.0 litrelik balon jöjede çözülür ve CO_2 'siz saf su ile çizgisine tamamlanır.
- 0.2 N Magnezyum klorür, $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ çözeltisi: 20 gr $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ içinde az miktarda CO_2 'siz saf su bulunan 1.0 litrelik balon jöjede çözülür. Balon aynı saf su ile litre tamamlanır.

2.4.2. İşlemin Yapılması

Hava kuru ince toprak örneğinden 10 gr (organik maddece zengin ve killi topraklarda 5.0 gr) tartılarak bölüm 2.2.3'de anlatıldığı şekilde cam kolonlara konur. Herbirinin altına 250 ml'lik balon jöje yerleştirilir. Kör deney için bir cam kolon sadece saf kuvars kumu ile doldurulur. Kolonların üzerine Bölüm 2.2.3.2'de anlatıldığı şekilde hazırlanmış, içinde 100 ml 0.5 N Baryumklorür-0.055 N Trietanolamin çözeltisi bulunan erlenmayerler yerleştirilir. Damlama başlayınca cam kolon altındaki vidalı pens her 10 saniyede 1 damla damlayacak şekilde ayarlanır. Bu işlem yaklaşık 2-3 saat devam eder. Daha sonra cam kolon üzerinden 30 ml 0.2 N BaCl_2 çözeltisi 10.0 ml'lik kısımlar halinde verilir. Süzülme bittikten sonra cam kolon CO_2 'siz saf su ile alttaki balon jöje 250 ml'ye tamamlanmaya kadar yıkanır. Balon jöje içindeki çözeltide (1 No.lu analiz çözeltisi) değiştirilebilir Ca^{++} , Mg^{++} , K^+ , Na^+ miktarları belirtenebilir.

Kullanıldıktan sonra yıkayıp temizlenmiş ağız cam borulu erlenmayerlere 250 ml 0.2 N MgCl_2 çözeltisi konur. Cam kolonların altına da 250 ml'lik balon jöjeler yerleştirilerek balonlardan MgCl_2 çözeltisi geçirilmeye başlanır. Balon jöje çizgisine gelinceye kadar işleme devam edilir (2 No.lu analiz çözeltisi).

2.4.3. Değiştirilebilir Metalik Katyonların (Ca^{++} , Mg^{++} , K^+ , Na^+) ve Katyon Değişim Kapasitesinin Fleymfotometre ya da Atomik Absorpsiyon Cihazı Kullanılarak Belirlenmesi ve Hesaplama

Felde edilen 1 No.lu analiz çözeltisinde Bölüm 2.3.2.1'de anlatıldığı şekilde değiştirilebilir katyonlar belirlenir ve 100 gr mutlak kuru topraktaki miktarlar miliekivalan olarak hesaplanır.

2 No.lu analiz çözeltisindeki Ba^{++} miktarını fleymfotometrede belirlemeden önce standart Ba^{++} çözeltilerinin ve standart eğrinin hazırlanması gereklidir. Bunun için $65^{\circ}C$ 'de kurutulmuş 17.787 gr $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ içinde az miktarda CO_2 'siz saf su bulunan 1.0 litrelik balon jode çözülür. Balon 0.2 N $MgCl_2$ çözeltisi ile çizgisine tamamlanır. Bu standart çözeltinin içinde 10 gr/lt Ba^{++} vardır. Bu çözeltiden sırasıyla 0, 10.0, 20.0, 30.0, 40.0, 50.0, 60.0, 70.0, 80.0, 90.0, 100.0 ml alınarak 100 ml'lik balon jeye konur ve balon CO_2 'siz saf su ile çizgisine tamamlanır. Bu standart çözeltilerin içerisinde sırasıyla 0, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 6.0, 7.0, 8.0, 9.0, 10.0 gr/lt Ba^{++} vardır.

Bu standart çözeltilerdeki Ba^{++} miktarı fleymfotometrede okunur. Milimetrik kâğıt üzerinde alet okumaları dikey eksene, standart değerler ise yatay eksene işaretlenerek standart eğri hazırlanır. Daha sonra 2 No.lu analiz çözeltilerindeki Ba^{++} miktarları okunur ve 100 gr mutlak kuru toprağın katyon değişim kapasitesi miliekivalen olarak hesaplanır.

Buraya kadar yapılan açıklamalar ile toprağın değiştirilebilir metalik katyonlarının (Ca^{++} , Mg^{++} , K^+ , Na^+) ve katyon değişim kapasitesinin (C.E.C.) belirlenmesi için I.Ü. Orman Fakültesi Toprak İlimi ve Ekoloji Anabilim Dalı'nda uygulanan iki yöntem hakkında ayrıntılı bilgi verilmiştir.

Ekstraksiyon çözeltilerinin elde edilmesinde süreyi kısaltmak için süzme işlemleri normal huniler, Buchner hunileri ve santrifüj aleti kullanılarak da yapılmaktadır.

Değiştirilebilir metalik katyonlar 1.0 Normal Nötr amonyum asetat çözeltisi ile, normal huniler ya da Buchner hunileri kullanılarak elde edilen süzüntüde (Bkz. Bölüm 2.1.1, 2.2.1, 2.2.2.), katyon değişim kapasitesi ise santrifüj aleti kullanılarak ve 1.0 Normal sodyum asetat çözeltisi ile belirlenmektedir. Şimdi bu yöntem hakkında ayrıntılı bilgi verilecektir (CHAPMAN 1965).

2.5. 1.0 Normal Nötr Sodyum Asetat Çözeltisi ve Santrifüj Aleti Kullanılarak Toprağın Katyon Değişim Kapasitesinin Belirlenmesi

Bu yöntemde toprak örnekleri önce 1.0 Normal Nötr sodyum asetat çözeltisi ile yıkılarak toprağın değişim kompleksi Na^+ katyonu ile doyurulur. Daha sonra sodyum asetat çözeltisinin fazlası etil alkol ile uzaklaştırılır. Son olarak toprak örnekleri 1.0 Normal Amonyum asetat ile yıkılarak değişim kompleksinde tutulan Na^+ çözeltiye alınır.

Bu çözeltinin içindeki Na^+ konsantrasyonu fleymfotometrede okunur, okunan değerler aynı koşullarda hazırlanmış içindeki katyon miktarları bilinen standart çözeltilerle karşılaştırılarak 100 gr mutlak kuru toprağın katyon değişim kapasitesi miliekivalen olarak hesaplanır.

2.5.1. Gerekli Alet, Malzeme ve Çözeltiler

- Fleymfotometre
- Santrifüj aleti ve sivri dipli santrifüj tüpleri, 50 ml'lik
- Mekanik çalkalayıcı
- Elektrik iletkenlik aleti
- Lastik tıpalar
- Piset
- Balon jeler, 100.0 ml'lik
- 1.0 Normal nötr sodyum asetat çözeltisi: Hazırlanış: Bölüm 2.1.3'de anlatılmıştır.

- i) 1.0 Normal nötr amonyum asetat çözeltisi: Hazırlanışı; Bölüm 2.1.1'de anlatılmıştır.
- i) Etil alkol, % 96'lık

2.5.2. İşlemin Yapılması

İki milimetrelük elekten geçirilmiş hava kurusu ince toprak örneğinden 2 gr tartılarak 50 ml'lik sivri dipli santrifüj tüpü içerisine konur. Üzerine 16.5 ml 1.0 N sodyum asetat çözeltisi eklendikten sonra ağzı lastik bir tıpa ile kapatılarak çalkalama aletinde 5 dakika çalkalanır. Çalkalama sonunda tüpün ağzı açılır ve tıpanın kenarları ile tüplerin iç çeperleri yaklaşık 2-3 ml sodyum asetat ile yıkanır.

Tüpler tıpasız olarak santrifüj aletine paralel örnekler karşılıklı gelecek şekilde yerleştirilir ve 5-10 dakika santrifüje edilir. Sürenin sonunda aletin fişi prizden çekilerek kendi kendine durması sağlanır. Tüpteki berrak sıvı alttaki çökelek bozulmadan dökülerek uzaklaştırılır. Bu sırada toprak kaybı olmamasına dikkat edilmelidir.

Tüplere tekrar 33.0 ml sodyum asetat konur ve yukarıdaki işlemler en az 3 kez daha tekrarlanır.

Daha sonra tüpün içerisine 33.0 ml % 96.6'lık etil alkol konulup tıpaları kapatılır ve 5 dakika süreyle çalkalama aletinde çalkalanır. Tıpa çok miktarda etil alkol ile tüpün içine yıkanır ve tüp ağzı açık olarak 5 dakika santrifüje edilir. Alkollü berrak sıvı dikkatle aktarılır ve yıkama işlemi 2 kez daha tekrarlanır. Son alkollü yıkama işleminde üstteki berrak sıvıdan bir miktar alınarak elektriksel iletkenliği ölçülür. Eğer geçirgenlik 25°C'de 40 mikromhos/cm'den aşağı ise alkollü yıkama işlemine son verilir.

Bundan sonra tüp içine 33.0 ml amonyum asetat çözeltisi konular, ağzı kapatılarak 5 dakika çalkalama aletinde çalkalanır ve 5-10 dakika santrifüje edilerek üstteki berrak sıvı 100 ml'lik balon jöjeye bir huni ile mavi bant filtre kâğıdından süzülür. Bu işlem iki kez daha tekrarlanır ve balon jöje amonyum asetat ile 100 ml'ye tamamlanır. Bu şekilde toprağın katyon değişim kompleksine geçmiş olan sodyum topraktan tamamen uzaklaştırılarak balon jöje içeri-
sindeki sıvıya geçirilmiş olur.

2.5.3. Toprağın Katyon Değişim Kapasitesinin Fleymfotometre Cihazı Kullanılarak Belirlenmesi ve Hesaplama

Elde edilen analiz çözeltisindeki Na^+ miktarı Bölüm 2.3.2.2.'de anlatıldığı şekilde fleymfotometrede okunur ve 100 gr mutlak kuru topraktaki katyon değişim kapasitesi miliekiyalan olarak hesaplanır.

3. Topraklardaki Değiştirilebilir Hidrojen (H^+) ve Alüminyum (Al^{+++}) Miktarlarının (Total Asitlik) Belirlenmesi

Bu yöntem, toprağı NH_4Cl çözeltisi ile yıkayarak toprağın değişim kompleksinde bağlı bulunan değiştirilebilir H^+ ve Al^{+++} 'u çözeltilmeye almak ve bunları standart bir bazla titre ederek miktarları hesaplama prensibine dayanır.

Gerekli alet, malzeme ve çözeltiler ile işlemin yapılması aşağıda açıklanmıştır (SCHIFFLING und BLUME 1966).

3.1. Gerekli Alet, Malzeme ve Çözeltiler

- a) Santrifüj aleti
- b) Çalkalama aleti
- c) Santrifüj tüpleri, 250 ml'lik
- d) Lastik tıplar
- e) Erlenmayerler, 250-400 ml'lik
- f) Balon jojeler, 1000 ml'lik
- g) Süzme hunileri ve süzme sehпасı
- h) Siyah band filtre kâğıdı 589-1
- i) Büret, 50 ml'lik
- ı) Normal Potasyum klorür (KCl) Çözeltisi: 74.56 gr KCl tartılarak içinde az miktarda saf su bulunan 1.0 litrelik balon jodede çözülür. Balon saf su ile litreye tamamlanır.
- j) 0.05 Normal sodyum hidroksit (NaOH) çözeltisi: 2.0 gr NaOH tartılarak içinde az miktarda saf su bulunan 1.0 litrelik balon jodede çözülür. Soğuduktan sonra balon saf su ile çizgisine tamamlanır.
- k) % 4'lük Sodyum Florür (NaF) çözeltisi: 40 gr NaF tartılarak içinde az miktarda saf su bulunan 1.0 litrelik balon jodede çözülür. Balon saf su ile çizgisine tamamlanır.
- ı) Fenolftaleyn indikatörü: 0.1 gr fenolftaleyn tartılarak içinde az miktarda % 96'lık etil alkol bulunan 100 ml'lik balon jodede çözülür. Balon alkol ile çizgisine tamamlanır.

3.2. İşlemin Yapılması ve Hesaplama

Hava kurusu ince toprak örneğinden 40 gr alınarak 250 ml'lik santrifüj tüpüne konur. Üzerine 100 ml NKCl çözeltisi eklenir. Tüplerin ağzı lastik tıpa ile kapatılarak 30 dakika çalkalama aletinde çalkalanır. Lastik tıplar az miktarda NKCl ile tüpün içinde yıkanır. Tüpler santrifüj aletine konarak dakikada 3000 devirde yaklaşık 10 dakika santrifüje edilir. Berrak kısım toprak kaybı olmaksızın dikkatle 400 ml'lik bir erlenmayere alınır. Aynı işlem 2 kez daha tekrarlanır. Gerekirse siyah band filtre kâğıdından süzülür. Bu şekilde elde edilen süzüntüden 100 ml alınarak 250 ml'lik bir erlenmayere konur. Üzerine 5 damla fenolftaleyn indikatörü damlatılır. Ara sıra karıştırılıp durulmaya bırakılarak daimi pembe renge kadar bir büretten akıtılan 0.05 N NaOH ile titre edilir. Bu alüminyum iyonlarının tamamen hidrolize olmasını ve çökmesini sağlar. Gerekirse birkaç damla daha indikatör damlatılır. Harcanan NaOH miktarı (ml) 0.375 ile çarpılırsa me/100 gr olarak total asitliği ($H^+ + Al^{+++}$) verir.

Tekrar 100 ml süzüntü alınarak 250 ml'lik erlenmayere konur. Üzerine 10 ml % 4'lük NaF çözeltisi eklenerek daha önceki gibi 0.05 N NaOH ile daimi pembe renge kadar titre edilir. Harcanan NaOH miktarı (ml) 0.375 ile çarpılırsa me/100 gr olarak değiştirilebilir H^+ verir. Total asitlik ($H^+ + Al^{+++}$) değerinden, değiştirilebilir H^+ değeri çıkarılırsa 100 gr toprakta mihlekivalan olarak değiştirilebilir Alüminyum hesaplanır. Sonuçlar mutlak kuru toprak-taki değerler olarak ifade edilmelidir.

KAYNAKLAR

- CHAPMAN, H.D., 1965. *Cation-Exchange Capacity. Methods of Soil Analysis Part 2. Chemical and Microbiological Properties*. C.A. Black Editör in Chief. American Society of Agronomy, Inc., Publisher Madison, Wisconsin, USA, p. 891-901.
- GÜLÇUR, F., 1974. *Toprağın Fiziksel ve Kimyasal Analiz Metodları*. İ.Ü. Orman Fakültesi Yayınları. İ.Ü. Yayın No. 1970, O.F. Yayın No. 201. Kuşluk Matbaası - İstanbul. XXIV+225 s.
- KARAÖZ, M.Ö. 1989. *Toprakların Bazı Kimyasal Özelliklerinin (pH, karbonat, ıztuluk, organik madde, total azot, yararlanılabilir fosfor) Analiz Yöntemleri*. İ.Ü. Orman Fakültesi Dergisi, Seri B, Cilt 39, Sayı 3.
- MEHLICH, A., 1948. *Determination of cation and anion-exchange properties of soils*. Soil Science 66:429-445.
- PERKIN ELMER, 1982. *Analytical methods for Atomic Absorption Spectrometry*. B. 353-AI-M-1152/5-88. Printed by Republic of Germany B-002-9672.
- SCHLICHTING, E., und BLUME, H.P., 1966. *Bodenkundliches praktikum*. Verlag Paul Parey. Hamburg und Berlin, 209 s.
- TSE. 8341. 1990. *Topraklar-Potasyum Tayini (Amonyum Asetat Metodu)*. Soils Determination of Potassium (Amonium Acetat Method). TS 8341/Nisan 1990. UDK. 631.41.