

SERİ B

CİLT XV

SAYI 1

1965

İSTANBUL ÜNİVERSİTESİ
ORMAN FAKÜLTESİ
DERGİSİ



KALİGNOST¹ İLE TOPRAKTA VE BİTKİ KÜLLERİNDE POTASYUM'UN GRAVİMETRİK TAYİNİ

Prof. Dr. Faik GÜLÇUR

(İ. Ü. Toprak İlimi ve Ekoloji Kürsüsü)

Toprakta ve bitki küllerinde mevcut potasyum miktarının tayini, potasyum'un bitki beslenmesinde ve hayatında oynadığı önemli rolden dolayı, ziraatte ve ormancılıkta büyük bir ehemmiyeti haizdir. Ormancılıkta, bilhassa daimi orman fidanlıklarında, toprağın ve fidelerin potasyum statüsünün sıhhatli bir şekilde bilinmesine ihtiyaç vardır. Bu yazının gayesi flam fotometre ve spektro fotometre gibi modern laboratuvarlarda potasyum tayininde kullanılan pahalı cihazların kolaylıkla temin edilemediği şartlarda basit araçlar kullanarak maksada yeterli derecede sıhhatli ve manipülasyonu kolay bir potasyum tayininin nasıl yapılabileceğini açıklamaktır. Çalışma şartlarının standarizasyonu bahis konusu olduğu takdirde açıklıyacağımız metod sodyum kobalto nitrit metoduna nazaran büyük kolaylık sağlamaktadır. Bu kolaylık meyanında potasyumlu kalignostun verdiği çökeleğin çok hacimli oluşunu ve dolayısıyla az miktardaki potasyum ile zayıtsız çalışma imkânının bulunuşunu ortamdaki sodyum iyonu konsantrasyonunun çok yüksek bir oranda olmasının potasyumun hassasiyetle tayinine engel olmayışını zikredebiliriz. Kalignost ile 10-100 mg. potasyum 100-200 ml. lik bir hacim içersinde tayin edilebilmektedir.

A — Toprağın amonyum asetat ekstraktında kabili mübadele potasyum miktarının tayini

I — *Toprağın amonyum asetat ekstraktının hazırlanması* : 25 gr. hava kurusu ince toprak, usulüne göre normal nört (pH=7) amonyum asetat

1) Kalignost, sodyum tetrafenilborat ($\text{Na} [\text{B} (\text{C}_6\text{H}_5)_4]$) a E. Merck firması tarafından verilen ticari isimdir. Bileşiğin molekül ağırlığı 342,24 dir.

çözeltisi ile muamele edilir ve ekstrakt 250 ml. lik bir balon jodede toplanır. Ekstraktın hepsi 600 ml. lik kısa form bir behere konur ve hacim 25 ml. ye ininceye kadar muhteva kaynatılır. Kaynama esnasında sıçrama ve taşmalardan dolayı bir zayıta meydan verilmemesine bilhassa itina edilir. Bu itibarla sıcaklığın ayarlanabildiği hot plate veya kum banyosu tercih edilmelidir. Hacim 25 ml.ye inince beherler su banyosu üzerine alınır ve kuruluğa kadar buharlandırılır.

II — Organik madde ve amonyum tuzlarının bertaraf edilmesi : Organik madde ve amonyum tuzlarının bertaraf edilmesi için beherlere evvelâ 25 ml. konsantr HCl ve müteakiben de 10 ml. konsantr HNO₃ ilâve edilir, üzerleri bir saat camı ile örtülür ve su banyosu üzerinde terk edilir. Beherler içerisinde turuncu buharlar kayboluncaya kadar saat camları örtülü halde tutulur ve müteakiben saat camları beherlerin kenarına çekilerek kuruluğa kadar buharlandırılmaya devam edilir. Tamamen kurumayı müteakip yukarıda açıklandığı şekilde ve oranda konsantr HCl ve HNO₃ ile yeniden muamele edilir. İkinci ameliye sonunda beherlerde kalan kuru bakiye üzerine damla damla konsantr HCl damlatılır ve kuruluğa kadar buharlandırılır. Bu ameliye 2 defa icra edilir. Bu suretle HNO₃ un fazlası ortamdan tardedilir. Müteakiben 5 ml. su ilâve edilir ve beher muhtevası yeniden kuruluğa kadar buharlandırılır. Bu suretle serbest asitlerin tamamen ortamdan ayrılması temin edilir. Bu ameliyeler iş hitamında beherlere 10 ml. 1/10 normal HCl çözeltisi ve 10 ml. su ilâve edilir ve beher muhtevası tuzların çözünmesini temin maksadı ile 10 dakika müddetle bu banyosu üzerine tutulur. Müddetin hitamında Schleicher und Schüll No. 589³ veya Whatman No. 42 flitre kâğıdından 100 ml. lik bir balon jojeye kantitatif şekilde nakledilir. Bu suretle içerisinde potasyum tayin edilecek "A" çözeltisi temin edilmiş olur.

III — Kalignost ile potasyum'un çöktürülmesi : "A" Çözeltisinden 20 ml. si titriplex III titrasyonu ile kalsiyum ve magnezyum tayini için ayrılır². Artakalan 80 ml. lik "A" çözeltisi ihtimamla 250 ml. lik bir behere nakledilir, muhteva 70 C° ye kadar ısıtılır. Çözeltiye 3 damla metil kırmızısı endikatörü ilâve edilir. Ortam asidik olduğu için renk kırmızıdır. Çözelti bir bagetle karıştırılır. Endikatörün rengi sarıya dönünceye kadar (takriben ufak bir spatül ucu kadar) puro analiz Na₂ CO₃ ilâve edilir. Endikatörün rengi oranj renge dönünceye kadar karıştırılarak % 1

2) Bu hususta Orman Fakültesi Dergisi Seri B, Cilt XV Sayı 1 de yayınlanmış olan "Toprakta ve bitki küllerinde mevcut kalsiyum ve magnezyum'un titriplex III titrasyonu ile kantitatif tayini" isimli yazımıza müracaat.

lik asetik asit çözeltisi ilâve edilir. Bu noktada ortamın pH sı 5,7 dir. Ortamın pH sınır ayarlanmasından sonra % 3 lük kalignost çözeltisinden 5-10 ml. (ortamda fazla miktarda K^+ iyonu mevcut ise 5 ml.) ilâve edilir. Baget su ile beherin içerisine yıkanır ve beher su banyosu üzerinde 10 dakika müddetle sükunete terkedilir. Bu suretle iri taneli bir çökelek temin edilmiş olur. 10 dakikalık müddetin hitamında beher su banyosu üzerinden alınır, üzeri bir saat camı ile örtülür ve bir gece durulmağa terkedilir. Ertesi sabah evvelce 105 C° kurutulmuş ve darası alınmış 1 G4 No. lu nordan krozesinden süzülür. Litresinde 3-4 damla konsantre asetik asit ihtiva eden destilenmiş su ile kroze üzerindeki çökelek yıkanır. Eğer sıhhatli bir yıkama yapılmışsa süzüntü suyu KCl ile çökelek vermez. Şayet süzüntü suyu KCl çözeltisi ile çökelek veriyorsa yıkamaya devam edilir. Yaptığımız deneyler çökeleğin nordan krozesine kantitatif şekildeki naklinden sonra 10 defa asetik asitli su ile yıkamanın yeterli olduğunu göstermiştir. Yıkamayı müteakip nordan krozesi 110 C° deki kurutma dolabında 30 dakika müddetle kurutulur, 45 dakika desikatörde soğutulur ve tartılır.

IV — *Neticenin hesabı* : Tartılan çökelek terkibi $K [B (C_6 H_5)_4]$ dir. 1 mg. çökelek = 0.1091 mg. K^+

Çok sıhhatli sonuç elde etmek için 0.1091 emsalinin çalışma şartlarında ne olduğunu kontrol etmek lâzımdır. Bunun için litresinde 100 mg. K^+ bulunan (=1.9068 gr. KCl bir çözeltiden 10 ml. çekilerek yukarıda açıklanan yoldan kalignost ile potasyum çöktürülür. Aynı şartlar altında bulunan çökelek ağırlığından aşağıdaki formüle göre gravimetrik faktör hesaplanır.

$$\text{Çökelek vezni} \times \text{Gravimetrik faktör} = 10 \text{ mg. } K^+$$

10

$$\text{Gravimetrik faktör} = \frac{\text{10}}{\text{Çökelek vezni}}$$

Gravimetrik faktörün çalışma şartları altında çift yahut 3 lü kör deneylerle hesaplanması sonuçların emniyet altına alınmasını sağlar.

B — Metodun total silikat analizlerinde ve bitki analizlerinde uygulanması

Silikat nünunelerinin (toprak, kil, kum ve anataşı) sodyum karbonat ile izabesinden veya tri asit ile çözülmesinden elde edilen silisten art

flitratta ve bitki analizi için hazırlanmış silisi ayrılmış filtratta yukarıda açıklanmış olan metod aşağıdaki değişikliklerle uygulanır.

İçinde potasyum tayin edilecek çözeltiler su banyosu üzerinde kuruluğa kadar buharlandırılır. Bu suretle mevcut serbest asidin tamamıyla bertaraf edilmesi sağlanır. Müteakiben bakiye 10 ml. 1/10 normal HCl çözeltisi ile su banyosu üzerinde 10 dakika bekletilerek çözülür, hacmi su ile 50 ml. ye tamamlanır ve metod aynen uygulanarak potasyum tayin edilir.

C — Lüzumlu miyar ve çözeltiler

I — % 3 lük kalignost çözeltisi : Kalignost'un sudaki takriben % 3 lük çözeltisi kullanılır. Bu çözeltinin 1 ml. si takriben 3.5 mg. potasyum'a tekabül eder.

a) Kalignost çözeltisinin hazırlanması : 3 gr. kalignost ihtimamla yıkanmış 100 ml. lik bir balon jøjeye konur ve 100 ml. lik suda çözülür. Bu suretle elde edilen kalignost çözeltisi hafifce bulanıktır. Bulanıklığın giderilmesi için balon jøjeye 1-2 gr. alüminyum hidroksit ilâve edilir ve çalkalanarak sert bir flitre kâğıdından süzülür. Süzmede ilk geçen süzüntü suyunda bulanıklık mevcuttur. Bulanıklık, bulanık geçen flitrenin yeniden süzülmesiyle bertaraf edilir. Berrak flitrat alkalilere dayanıklı bir cam şişede veya tercihen polietilen bir kapta muhafaza edilir. Kalignost çözeltisi muayyen bir müddet saklanabilir. Şayet zamanla yeniden bulanıklık meydana gelirse bu bulanıklık yukarıda açıklandığı şekilde yeniden alüminyum hidroksit ile muamele edilip süzülmele bertaraf edilir.

II — Standart KCl çözeltisi : Bu çözeltinin her ml. sinde 1 mg. K⁺ mevcuttur. Bunun için evvelce toz edilip 105 C° de sabit ağırlığa kadar kurutulmuş puro analiz KCl den 1,9068 gr. tartılır, suda çözülür ve bir balon jøjede litreye tamamlanır.

III — Puro analiz anhidrit Na₂ CO₃ :

IV — Methyl red indikatörü : Methyl red'in alkoldeki % 0.2 lik çözeltisi.

V — % 1 lik asetik asit çözeltisi :

VI — Aseton : Potasyumun kalignost ile yaptığı çökelek asetonda çözünür. Aseton nordan krozelerinin tromp yardımı ile emilerek temizlenmesinde kullanılır.

D — Kalignost ile potasyum tayininde dikkat edilecek hususlar.

I — Alkalen karakterdeki oksitler ve azotlu bileşikler kalignost ile potasyum gibi ince kristalli çökelek verirler. Bu sebepten ortamda mevcut olmamalıdır.

II — Potasyum tayin edilecek çözeltide yüksek konsantrasyonda serbes mineral asitler bulunmamalıdır. Zira bu türlü asitler kalignostun bozulmasına sebep olmakta ve ayrıca ortamın pH sınır ayarlanmasını güçleştirmektedir.

III — Na_2CO_3 ilâvesini müteakip ortamda toprak alkâlisi metallerin karbonat halinde çökmesinin sonucu bir çökelek gözükabilir. Fakat bu çökelek % 1 lik asetik asitle pH ayarlanması yapılırken yeniden çözünür.

IV — Kalignost ile potasyum tayininde ortamın pH sı 5-6 arasında olmalıdır. pH ayarlanması Na_2CO_3 ile alkalen hale getirilmiş ortama % 1 lik asetik asit çözeltisi ilâvesiyle yapılır.

V — Bitki ve silikat analizleri bahis konusu olduğu takdirde ortamda kobalt, nikel, manganez, bakır ve demir iyonları bulunabilir. Bu takdirde bu iyonlar ortam alkalen reaksiyonda (Na_2CO_3 'ün ilâvesini müteakip) iken titriplex III (etilen diamin tetra asetik asit'in di sodyum tuzu) çözeltisi ilâvesiyle ortamdan ayrılırlar. Zira titriplex III bahis konusu iyonlar ile kompleks tuzlar teşkil eder. Müteakiben ortamın pH sı % 1 lik asetik asit ilâvesiyle 5-6 pH ya ayarlanır ve açıklanan usul ile potasyum çöktürülür.

L İ T E R A T Ü R

Kalignost, E. Merck SA., Darmstadt, Allemanagne, Referans

III

No : _____

7/997/2/961