

İNORGANİK AZOT FORMLARININ ÖZEL İYON ELEKTRODU İLE POTANSİYOMETRİK ANALİZİ

Nesrin YILDIZ⁽¹⁾ Orhan AYDEMİR⁽¹⁾

GİRİŞ

İnorganik N formlarının özel iyon elektrodları ile belirlenmesi, emek yoğun damıtma ve kolorimetrik yöntemlerle karşılaştırılınca, ilk bakışta oldukça çekici gibi görünmektedir. Kuramsal olarak bu yaklaşımın (inorganik N formlarının özel iyon elektrodları ile belirlenmesi yaklaşımı) daha basit, daha çabuk ve daha ucuz olması gerekir. Ancak, özel iyon elektrodları pahalıdır ve uygun bir iyon analizörü ve özel (seçici) elektrodlar takımının maliyeti, bir damıtma birimi veya basit bir spektrofotometrenin fiyatını kolayca aşabilir. Ayrıca bugünkü gelişme düzeyindeki özel NO_3^- elektrodu sürekli standardizasyonu gerektirir ve çok sayıda aperdeleme etkileri ile karşı karşıyadır. Bütün bunlara ek olarak özel iyon elektrodu yöntemi, bugün kullanılan damıtma ve kolorimetrik yöntemler ölçeğinde de duyarlı değildir. Dolayısıyla laboratuvarında kullanılan herhangi bir N analiz yönteminden özel iyon elektrodu yöntemine geçiş yaparken, özel iyon elektrodlarının yukarıda değinilen özelliklerini çok dikkatli bir şekilde değerlendirmek gerekir.

1. Amonyum Elektrodları

İç yada dahili referans elektrodu amonyak gazına duyarlı özel elektrodlar vardır ve değişik firmalar tarafından (Orion Res. Inc., Cambridge, Mass. Model 95-10; Elektronik Instr. Ltd., Chertsey, Surrey, England, Model 8002-2) üretilip pazarlanmaktadır. Bu elektrodlar, amonyumu (NH_4^+) amonyağa (NH_3) dönüştürmek için alkalileştirilmiş ($\text{pH} > 11$) çözeltilerdeki amonyak aktivitesine tepki gösterirler yada yanıt verirler. Sözü edilen bu özel elektrodlar, ± 0.1 mV duyarlılığını ayırdedebilen herhangi bir pH-milivolt ölçerle birlikte kullanılabilirler. Dijital gösterge ile donanmış bir pH-milivoltmetre ile duyarlılık daha da artırılabilir.

Amonyak elektrodunun kullanımı, ilk olarak Bremner ve Tabatabai (1972) tarafından, toprağın Kjeldahl yakma ürünlerinde NH_4^+ analizi amacıyla gerçekleştirilmiştir. Adı geçen araştırmacılar elektrod yönteminin, geleneksel alkaline damıtma ve titrasyon yöntemleriyle son derece uyumlu sonuçlar verdiğini bulmuşlardır. Damıtma basamağı ortadan kalktığı için,

(1) Atatürk Üniversitesi Ziraat Fakültesi Toprak Bölümü, Erzurum.

arařtırmacılar elektrod yöntemini daha uygun olarak deęerlendirmişlerdir. Martens ve ark. (1975 b) NH₃ elektrodu yöntemini deniz suyunun Kjeldahl yakma ürününün N analizi için uygun bulmuşlardır. Ancak arařtırmacıların bildirdiđi en düşük belirleme sınırı olan 0.5 mg NH₄⁺-N/litre düzeyi, arařtırmacıların kullandığı birçok deniz suyu örneğindeki N içeriğine göre çok yüksek bir sınır deęeridir. Eastin (1976), Bremner ve Tabatabai'nin bitki Kjeldahl yakma ürünlerinde elde ettikleri bulguları doğrulamıştır. Gallaher ve çalışma grubu (1976) ise elektrod yöntemini yarı otomatik düzeneęe uyumlamışlardır. İyon özel elektrod yönteminin, katyon deęişim kapasitesi analiz yöntemlerindeki NH₄⁺-N'u belirlemesi için de uygun olduđu kanıtlanmıştır (Miller ve ark., 1975; Greenhill ve Peverill, 1977).

Banwat ve ark. (1972) Orion NH₃-elektrodunu, toprak ekstraktları ve su örneklerinde NH₄⁺ belirlemesi amacıyla deęerlendirilmişlerdir. Arařtırmacılar, damıtma ve seçici elektrod yöntemi sonuçları arasında, 0.05-3 mg NH₄ - N/litre konsantrasyon aralığında, çok yakın bir uyumun varlığını bildirmişlerdir. Analiz üzerinde alkalın sistemlerde Hg-NH₃ kompleksleri oluşum nedeniyle cıva (Hg⁺) perdelemesi ve uçucu aminler (örneğin metilamin ve etilamin) perdelemesi söz konusudur. Toprak ekstraktları ve su örneklerinde yaygın olarak bulunan katyon ve anyonların ve küçük molekül ağırlıklı veya azotlu organik bileşiklerin (amino asitler, heksozaminler, amidler, pürinler ve pirimidinler) hiçbir olumsuz etkisi görülmemiştir. Arařtırmacılar, 2M KCl ve su içinde hazırlanan standard grafiklerin eğimlerinin önemli düzeyde farklılık gösterdiğini vurgulamışlardır. Arařtırmacılar 20-ml'lik örnekler kullanmışlar ve örneklerde okuma yapmadan önce, örneklere NaOH ilavesinden (örnekte nihai NaOH derişimi yaklaşık 0.05 M ve pH yaklaşık olarak 12 dolayındadır) sonra örnekler 1 dakika süre ile çalkalamışlardır.

Thomas ve Booth (1973), Orion NH₃ elektrodunun yüzey akışları, tuzlu sular ve kanalizasyon sıvılarında kesin ve doğru sonuçlar verdiđini bulmuşlar ve 0.03-2.0 mgNH₄⁺-N/litre konsantrasyon aralığında Nernst tepkisi (NH₃ aktivitesindeki 10 katlık deęişime karşılık, 59 mv'luk elektriksel yük deęişimi) sergilendiđini saptamışlardır. Elektrod tepki zamanı, düşük NH₄⁺-N'u derişimlerinde daha büyük yada uzun süreli olmuştur. Örneğin, 1 mg NH₄⁺-N/litre düzeyinde dengelenme için 30 saniye yeterli iken; 0.02 mg NH₄⁺-N/litre derişiminde dengelenme süresi 5 dakikaya çıkmıştır. Adı geçen arařtırmacılar 70 ml'lik örnek kullanmışlar ve örneğin nihai NaOH derişimini yaklaşık 0.14 M düzeyine ayarlamışlardır. Yukardakine benzer şekilde, Beckett ve Wilson (1974), Elektronik Instrument Ltd'nin ürettiđi

seçici NH₃-elektrodunun, tatlı su örneklerinde son derece mükemmel sonuçlar verdiğini saptamışlardır. Bu araştırmacılar, belirleme en düşük (minimum) sınırını 0.1 mg/litre NH₄⁺-N'u olarak vermişler ve yaklaşık Nernst tepkisinin 80 mg/litre düzeyinde elde edildiğini bildirmişlerdir. Burada da 2-5 dakikalık bir dengelenme süresi gerekli olmuştur. Adı geçen araştırmacılar, 10 dakikaya kadarki dengelenme süresi içinde önemli bir NH₃ kaybı olmadığını belirlemişlerdir. Sadece uçucu aminler, önemli düzeyde bir perdeleme etkisi yaratmıştır. Byrne ve McCormack (1978), Elektronik Instruments Ltd. Firmasının ürettiği seçici NH₃-elektrodunun, asit tepkimeli silo (depo) taze örneklerinde NH₄⁺-N'u belirlemesi için uygun olduğunu bulmuşlardır.

2. Nitrat Elektrodları

Hernekatır NO₃⁻ - seçici elektrodları üç ayrı şirketler (bak çizelge 1) sağlanabilirse de, araştırma bulgularının çük büyük bir bölümü, Orion 92-07 "Sıvı zarlı elektrodla" ilgilidir. Şimdi bu elektrod, 93-07 jel zarlı elektrodla değiştirilmiştir. Bu model değişikliğine karşın üretici firmaya göre 92-07 ve 93-07 elektrodları arasında önemli bir performans farkı bulunmamaktadır (Orion Research Inc., 1977).

Piyasaya sunuldukları 1967 yılından bu yana, söz konusu elektrodların yeteneklerini değerlendiren ve toprak ve bitki ekstraktlarında yaygın olarak bulunan potansiyel perdeleyicilerin etkilerini önleyebilmeye yönelik süreç ve yöntemleri öneren çok sayıda çalışma yapılmıştır. Bu araştırmaların birçoğu, çelişkili sonuçlar vermektedir ve bu sonuçlar evrensel bir yöntem altında birleştirmeye olanak sağlayacak durumda değildir. Bu da, NO₃-elektrodlarının sayısız perdelemeye konu olmaları, örneklerin analize hazırlanmaları, elektrod kalibrasyonu, referans elektrodlardaki, elektrod hazırlığı ve hatta belkide aynı üretici tarafından sağlanan elektrodlar arasındaki çok küçük ama önemli fark ve değişimlerle ilgili gibi görünmektedir. Bütün bu olumsuzluklara karşın, dikkatli bir şekilde standardize edilmiş analiz yöntemlerinin kullanımı sonuçların uygun şekilde yorumu ve ciddi potansiyel perdeleyicilerin etkilerinin varlığı göz önünde bulundurulmak koşullarıyla, NO₃-elektrodlarının, yüksek derecede duyarlılığın gerekli olmadığı öneri amaçlı çalışmalarda mükemmel sonuçlar verdiği konusunda genel bir görüş birliği vardır.

Nitrat elektrodu, molar konsantrasyonla ilişkili olan NO₃⁻ iyonu aktivitesini ($a_{NO_3^-}$) ölçer.

$$m_{NO_3^-} = (a_{NO_3^-}) (\gamma_{NO_3^-}) \quad (1)$$

(1) numaralı eşitlikte γNO_3^- aktivite katsayısıdır. Ölçülen elektriksel potansiyel, E aşağıdaki ampirik eşitlik (2) aracılığıyla, nitrat aktivitesi ($a \text{NO}_3^-$) ile ilişki içindedir.

$$E = E_1 - S \log (a \text{NO}_3^- + \epsilon_i I_i a_i) \quad (2)$$

Çizelge 1. Ticari Olarak Üretilen Elektrodların Özellikleri.

Üretici	Değişim aralığı	Zarın çalışma ömrü	Uzunluk (cm)	Çap (cm)
Beckman No. 39618	-	>0.5	12.8	1.25
Corning No. 676134	0.14-14000	0.5	12.8	1.5
Orion No. 92-07*	0.14-1400	1	14.9	1.75
Orion No. 93-07	0.14-1400	6	13.5	1.2

*: Üretilmiyor (Davis ve ark. 1972, Orion Arşt. Inc., 1977).

(2) numaralı eşitlikte E, bir katsayı (bu katsayı harici referans elektrodu ve dahili NO_3^- elektrodu nedeniyle ortaya çıkan elektriksel potansiyel farkı ya da E'nin bir bölümü); S, Nernst faktörü (25 °C'de 59.16 mV); K_i perdeleyici a_i aktivitesine sahip i anyonunun seçicilik oranı; t_i perdeleyici tüm anyonlar için $k_{i a_i}$ toplamının simgesi perdeleyici iyonların bulunmaması durumunda seçici elektrodlar, yaklaşık 1.4-1.400 mg/litre NO_3^- -N'u derişimleri aralığında Nernst tepkisi gösterirler (Çizelge 1, Langmuir ve Jacobson, 1970).

Saf, seyreltik çözeltilerde $a \text{NO}_3^-$, 150 mg NO_3^- /litre derişimine kadar $m\text{NO}_3^-$ 'a çok yakın değerler verir (Çizelge 2). Bu ilişki de, E değerini $\log (m\text{NO}_3^-)$ değerine karşı grafikleme yoluyla elektrodun kalibrasyonuna olanak sağlar. Ancak, iyonik güç arttıkça, NO_3^- iyonu aktivitesi azalır. Bu ilişki de, biyolojik örnek ekstraktlarının değişik konsantrasyonlarda tuz içermeleri nedeniyle, ölçümlere negatif bir potansiyel sapması olarak yansır. Çok yüksek arka plan iyonik güçlerinin varlığı durumunda (>1 M tuz çözeltileri) $a\text{NO}_3^-$ için nitrata karşı yetersiz elektrod tepkisi elde edilecek derecede baskı ya da çöküntü salanmış olur (Myers ve Paul, 1968). Klorür (Cl^-) anyonunun da yüksek düzeyde seçicilik

oranına sahip olması (Çizelge 1) nedeniyle, sorun özellikle Cl^- ile daha da büyük boyut kazanır. Dolayısıyla topraklardan inorganik azotun ekstraksiyonu için yaygın olarak kullanılan 1 veya 2 M KCl çözücüleri, NO_3^- -elektrodu ile kullanılamazlar. Ancak, ekstraksiyon çözeltilisinde bir miktar tuz, özellikle NO_3^- -adsorbe edici topraklar için istenen bir özelliktir (Black ve Waring, 1978), Nitrat (NO_3^-) için ayrı bir ekstraksiyonun zorunluluğunun yarattığı rahatsızlık, NO_3^- - elektrodunun toprak analizlerinde neden çok daha yaygın biçimde kullanılmadığının nedenlerinden birisini oluşturur. Oien ve Selmer-Olsen (1969), 2 M KCl ile elde edilen toprak ekstraktlarında, elektrod ve kolorimetrik yöntemler arasında çok iyi bir uyumun varlığını rapor etmişlerdir. Ancak NO_3^- -elektrodu üzerinde yüksek iyonik güç ve Cl^- anyonunun bilinen etkilerinin ışığı altında, adı geçen araştırmacıların bulgularını açıklayabilmek olanaksızdır. Langmuir ve Jacobson (1970) da, 500 mg/litre Cl veya HCO_3^- düzeyinden yüksek veya 12 mg/litre düzeyinden düşük NO_3^- -N'u konsantrasyonlarında görülen elektrod kaymasının (E_1 değerinde değişim) ölçümleri güçleştireceğine işaret etmişlerdir. Burada sözü edilen elektrod kayması yada E_1 değerindeki değişim, perdeleyici anyonların elektrod iç çözeltilisine yavaş yavaş diffüze olmasından kaynaklanır.

Çizelge 2. 25 °C Sıcaklıkta KNO_3 Çözeltilerinde NO_3^- İyonu Değişimleri ve Bu Değişimlere Karşılık Gelen İyon Aktiviteleri (Langmuir ve Jacobson, 1970).

Değişim	Aktivite	Değişim	Aktivite
25 °C'de mg/litre		25 °C'de mg/litre	
1	1	200	188
5	4.95	300	278
10	9.86	400	367
25	24.4	500	454
50	48.4	750	668
100	95.5	1000	876
150	142		

İyonik güç etkilerini azaltmak yada köreltmek için çok sayıda yaklaşım önerilmiştir. Bütün bu yaklaşımların ortak yanı, mNO_3^- 'a göre yüksek iyonik güçte bir arka plan kullanmayı ve 0.1 M sodyum sitrat (Ravek, 1973); 0.0350 M $Al_2(SO_4)_3$ (Baker ve Smith, 1969); 0.01 M $Al_2(SO_4)_3$ -0.01 M Ag_2SO_4 ; 0.02 M H_3BO_3 -0.02 M NH_2SO_3H (Milham ve ark. 1970) ve 0.12 M $(NH_4)_2SO_4$ (Orion Res. Inc., 1977) gibi ekstrakte edicilerin de dahil edilmesini öngörmeleridir. Düşük nitrat molar konsantrasyonlarında (mNO_3^-) iyonik güç etkilerinin nisbeten daha fazla olması nedeniyle, 5 mg NO_3-N /litre konsantrasyonlarından daha düşük değerlerde Orion araştırma grubu (1977), 0.06 M $(NH_4)_2SO_4$ katılmasını önermektedir.

Birçok anyon perdeleme etkisi (pozitif sapma) yapacak yeterlilikte yüksek seçicilik oranlarına (2 numaralı eşitlikte K_i değeri) sahiptirler. K_i oranı 1'den büyük olduğu zaman ClO_4^- , ClO_3^- ve I^- anyonlarının önemli düzeyde perdeleme etkileri görülür (Çizelge 3). En ciddi ve yaygın perdeleme etkisi NO_2^- , Cl^- , HCO_3^- ve muhtemelen SO_4^{2-} iyonları ile ortaya çıkar (Çizelge 3). Ancak rutin analizlerde K_i düzeltmesini kullanmak perdeleyici anyon konsantrasyonları bilinse bile, K_{ij} değerinin iyonik güce bağlı olarak değişmesi nedeniyle, son derece güçtür (Werner, 1970). Warner (1970) tarafından da işaret edildiği gibi, sıvı zarlı elektrotlarda başka iyonların perdeleme etkileri, iyon oranlarının oldukça geniş bir aralığı içinde kademeli olarak artar ve K_i , sadece olası önemli bir perdelemenin ölçüsü durumuna gelir.

Çizelge 3. Orion 93-07 NO_3^- -Elektrodu İçin, 1-100 mg/Litre NO_3^- -N'u Konsantrasyonlarında + % 10 Hata (Perdeleme) İçin Seçicilik Oranları (Orion Res. Inc., 1977).

Anyon	NO ₃ -Azotu (Mg/litre)		
	mg/litre olarak anyon derişiminin + % 10'u kadar perçeleme altına		
	1	10	100
NO ₂ ⁻	6	60	600
HCO ₃ ⁻	170	1700	17000
Cl ⁻	80	80	8000
OA _c ⁻	400	4000	40000
SO ₄ ⁻	20000	60000	60000
PO ₄ ⁻	70000	70000	70000

Sülfat (SO_4^{2-}) dışındaki Çizelge 3'te sıralanan anyonların perdeleme etkilerini ortadan kaldırmak için önerilen değişik yaklaşımlar, Çizelge 3'te sergilenmiştir. Klorür perdelemesi genellikle ekstraksiyon çözeltisinde gümüş sülfat kullanılarak (katılarak) (Milham ve çal. ark., 1970; Huknicki, 1974; Orion Res. Inc., 1977) yada gümüşle doyurulmuş Dowex . 50 yapay reçinesi kullanılarak (Paul ve Carlson, 1968) azaltılabilmektedir. Bakır ve Smith (1969) Ag-reçine tekniğini memnun edici bulmamıştır. Adı geçen araştırmacılar bu yorumlarına bir açıklama getirmemiş olmakla birlikte, bu yöntemde oluşan Ag Cl çökeltisi, lifsi (fiber tipi) kalomel referans elektrodunu tıkayabileceği gerekçesi, önemli bir neden olabilir. HCO_3^- iyonlarını ortamdaki uzaklaştırabilmek için asit (örneğin seyreltik H_3PO_4) kullanılabilir (Orion Res. Inc., 1977). Nitrit perdelemesi, nitritin (NO_2^-) sülfamik asitle parçalanması (Milham ve ark., 1970; Mahendrappa, 1969; Orion Res. Inc., 1977), sülfanilamidle kompleksleştirme yoluyla (Francis ve Molone, 1975) veya nitriti (NO_2^-) analizinden önce asidik KMnO_4 ile nitrat (NO_3^-) oksitleyerek ortadan kaldırılabilir (Morie ve çal. gr., 1972). Hernekadar bu son yaklaşım NO_3^- ve nitritin her ikisini de birlikte belirlemeye olanak sağlarsa da (Morie ve ark., 1972), rutin analizler için son derece zor ve yorucu görünmektedir.

Nitrat elektrodları için çalışma pH aralığı 2-12 arasındadır (Davies ve ark., 1972; Hulanichi ve ark., 1974). Ancak düşük NO_3^- derişimlerinde (<1-2 mg/litre) pH, gözlenen elektriksel potansiyeli etkileyebilir (Potterton ve Schultz, 1967). Dolayısıyla birçok araştırmacı pH'nın tamponlanmasını önermektedirler (Baker ve Smith, 1969; Hulamicki ve ark., 1974). Tamponlama topraklar için gerekli gibi görünmüyorsa da (Bremner ve ark., 1968; Oien ve Selmer, Olsen, 1969), bitki doku ekstraktları için pH'nın tamponlanması akılcı bir önlem olabilir. Çünkü düşük pH iyonizasyonun baskı altında tutulmasına ve dolayısıyla organik asitlerden kaynaklanan perdeleme etkisinin en düşük düzeyde tutulmasına yardımcı olur (Baker ve Smith, 1969).

Görüş birliği sağlanan genel bir bulgu, toprak katı parçacıklarının, NO_3^- -elektrodu analizlerini önemli ölçüde etkilemediği yönündedir. Bremner ve çalışma grubu (1968), karıştırılmış toprak süspansiyonları ile mükemmel sonuçlar elde etmişlerdir. Marck ve Sunderson'a (1971) göre toprağın su ekstraktında dispers olmuş kolloidal materyalin varlığı, nitrat elektrodu kolomel referans elektrodu ikilisinin NO_3^- -N'u değerini yükseltmektedir. Bound (1977) gözeneksiz referans elektrodu kullanıldığında toprak doygunluk çamurunda

NO_3^- -N'nun doğru bir şekilde analiz edilebileceğini; fakat seramik referans elektrodunun başarısız sonuçlar verdiğini bulmuştur. Referans elektrodu, karıştırmadan etkilenmedikçe elektrod iç çözeltisi sızma oranı yüksek olmadıkça yada perdeleyici iyonlar içermediği sürece stabil ve tekrarlanabilir okumalar vermelidir.

Birçok araştırmacı fiber eklemli (bağlantılı) kalomel tipi referans elektrodunu tercih ederlerse de, kol tipi referans elektrodları genellikle daha çok kabul görmektedir. Fiber eklemli kalomel elektrodu, çalkalama yada karıştırma hızından etkilenir. Bu tip elektrod nisbeten yüksek bir dirence sahiptir ve aşırı kayma (E_1 de değişme) potansiyel bir sorundur (Potterton ve Schultz, 1967; Carlson ve Keeney, 1971; Somerfeldt ve ark., 1971). Ancak kol-tipi referans elektrodu yüksek bir sızma oranına sahiptir ve elektrod içini dolduran KCl çözeltisi, önemli bir örnek bulaşmasına ve dolayısıyla hataya neden olabilir (Patterson & Schultz, 1967; Keeney ve çal. gr., 1970; Dahnke, 1971). Bu hata, referans elektrod içinde seyreltik (10^{-2} M) KCl çözeltisi kullanılarak, en düşük düzeye indirilebilir. Daha uygun bir seçenek ise, çift eklemli elektrod kullanımudur. Bu elektrodlarda dış çözelti (tuz köprüsü), SO_4^{2-} gibi perdeleyici etkisi olmayan bir tuzla doldurulmaktadır (Orion Res. Inc., 1977).

Mamehan (1970) referans elektrodu olarak F^- elektrodunu kullanmıştır. Analizi yapılacak bilinmeyen çözeltilere, nitrat konsantrasyonuna yaklaşan, fakat onu aşmayacak şekilde NaF katılır. Ancak burada da belirleme sınırı ve duyarlılık, geleneksel referans elektrodunun kullanıldığı yöntemlerden daha yüksek değildir.

Analiz edilecek çözelti sürekli karıştırılmalı, ancak karıştırma hızı, elektrod ucunun altında hava kabarcıkları oluşturacak kadar yüksek olmamalıdır. Simanov ve çal. grubu (1975) karıştırma yerine elektrodinamik titreştirici veya ultrasonik titreştiricilerin kullanılabilirliğini ve bu aygıtların, sürekli karıştırma düzeyinde etkili olduğunu belirlemişlerdir. Titreşim yöntemleri toprak süspansiyonları ve süzüklerinde başarı ile kullanılabilir. Analiz edilecek çözelti karıştırılmaya başlanmadan önce her iki elektrod da çözeltilere 1-1.5 cm derinliğe kadar daldırılmalıdır. Tepki süresi, yüksek NO_3^- konsantrasyonlarında birkaç saniyeden, düşük konsantrasyonlarda birkaç dakikaya kadar çıkabilir (Davies ve ark., 1972) ve genellikle 1-2 dakikalık süre önerilmektedir (Dahnke, 1971). Yüksek NO_3^- içerikli çözeltilerden düşük konsantrasyonlu çözeltilere geçişte, tepkime süresi daha da uzayabilir (Dahnke, 1971). Elektrodlar belli aralıklarla, örneğin her 10-20 örnek okumasından sonra, standardize edilmelidir. Elektrod kayması veya E_1 değerindeki değişim düzenli ve sürekli olarak gerçekleşir ve bu kayma sürekli standardizasyon gereğinin

temel nedenini oluşturur. Ancak 55 mV'un altındaki elektrod eğim değişimleri, elektrod yada membran doldurma çözeltilerinin değişmesi gerektiğine işaret eden bir göstergedir (Orion Res. Inc., 1977). Durgun (Statik) elektrik, iyon analizör stabilitesinde sorunlara neden olabilir (Sommerfeldt ve çal. gr., 1971; Onken ve Sunderman, 1970).

Normal olarak standardizasyon E değerinin Log NO_3^- -N'u konsantrasyonuna karşı grafiklenmesi veya parantezleme yöntemi ile gerçekleştirilir. Parantezleme yöntemi, derişimleri ve katlık değişim gösteren ve pratikte karşılaşılan NO_3^- -N'u konsantrasyon aralığını kapsayan iki standardın kullanımını öngörür. Standardizasyondaki bu son yaklaşımın (Parantezleme yöntemi) genellikle daha kesin sonuç verdiği ve daha kolay olduğu kabul edilmektedir (Potterton ve Schultz, 1967; Dahnke, 1971).

Nitrat elektrodu yöntemi, yarı otomatik analiz yolu sağlamak amacıyla, akış hücrelerine adapte edilmiştir (Milham, 1970; Goodman, 1976; Hansen ve çal. gr., 1977; Ruzicke ve çal. gr., 1977). Bu yaklaşım analizi daha çabuklaştırır (Saatte 60-90 örnek analizi) ve işlemsel değişkenler standardize edilmiş olduğundan, çok daha doğru ve kesin sonuçlar verir. Hansen ve çalışma grubu (1977) tarafından kullanılan yaklaşım özellikle daha umut vericidir. Bu araştırmacılar, analiz edilecek çözeltiyi, nitrat elektrodu yüzeyine karşı püskürtürken, referans elektrodunu depo çözeltisine dalmış durumda tutmaktadırlar.

Martens ve ark. (1975 a), NO_3^- 'ı NH_3 elektrodu kullanarak ölçmek için geliştirilmiş otomatik ve emek yoğun yöntemleri açıklamışlardır. Burada nitrat 0.09 M NaOH içinde Dewarda alışımlı aracılığı ile NH_3 'a indirgenir. Bu araştırmacıların yöntemleri, NO_3^- elektrodunu kullanan yöntemler düzeyinde duyarlı ve tekrarlanabilirliktedir. Ancak bu yöntemde çoğu perdeleyici etkiler ortadan kaldırılmış durumdadır.

3. Nitrit (azot Oksit) Elektrodu

Dahili bir referans elektrodu içeren seçici bir azot oksit elektrodu da vardır ve bu elektrod sulu çözeltilerde NO_2^- belirlemesine olanak sağlar (Orion Res. Inc. Model 95-46; Orion, 1978). Bu elektrod NO, NO_2 , NO_3 ve N_2O_4 formlarına karşı yada özet olarak NO_x 'e tepki gösterir. Örnek çözeltiyi dahili doldurma çözeltisinden ve pH'sı yaklaşık 1.2 olan Na_2SO_4 H_2SO_4 ortamında nitritin (NO_2^-) parçalanması ile üretilen NO_x 'i ayırmak için, hidrofob (ıslanmayan veya su sevmeyen) nitelikli, gaza karşı geçirgen bir zar kullanılır. Tabatabai (1974) azot oksit elektrodu ile asit ve nötral toprak ekstraktları ve su örneklerinde elde edilen NO_2^- -N'u değerlerinin, Griess-Ilosway yöntemi ile elde edilen veriler eşdeğer

olduğunu saptamıştır. Bu ekstraktlarda NO_2^- -N'unun kantitatif yeniden elde etme çalışmaları yapılmıştır. Söz konusu nitrit elektrodu, 0.14-70 mg/litre NO_2^- -N'u aralığında doğrusal tepki vermiştir (Orion Res. Inc., 1978). Tabatabai (1974) 0.5-4 mg(litre NO_2^- -N'u aralığında kesin sonuçlar elde etmiştir. Yaygın olarak bulunan katyon ve anyonların perdeleyici etkisi yoktur. Elektrod yöntemi 2 M KCl çözeltisinde yüksek sonuçlar vermiş; fakat 1 M KCl, 0.1 M LiCl, % 15'lik CaCl_2 ve doymuş CaSO_4 ekstraktlarında iyi sonuçlar vermiştir. Kireçli toprakların bulanık (turbid) ekstraktlarında asit ve karbonatlar arası kimyasal tepkime sonucu, elektrod ucunda oluşan CO_2 kabarcıkları, perdeleyici etki yapmaktadır. Üretici firmaya göre (Orion Res. Inc., 1978) uçucu zayıf asitler de (asetik asit, formik asit, HF, laktik asit, püvrikasit, CO_2 ve SO_2) perdeleme yapmaktadırlar. Düşük NO_2^- düzeylerinde CO_2 perdelemesi çok daha şiddetli olmaktadır.

Biyolojik sistemlerde NO_2^- analizi için elektrod sistemini değerlendirmeye yeterli ek bilgi ve yöntemler henüz yeterli değildir. Topraklar, bitkiler ve doğal sularda NO_2^- -N'unun eser düzeylerde bulunması nedeniyle, elektrod yöntemi istenilen duyarlılığı sağlayamayabilir. Örneğin 1: 5'lik toprak/su süspansiyonunda en düşük belirleme sınırı, yaklaşık olarak 1-2 mg NO_2^- -N/kg toprak dolayında olacaktır.

4. Topraklarda İnorganik Formda Azot Belirlenmesi

Toprağın inorganik azot fraksiyonunu oluşturan NO_3^- , NO_2^- ve NH_4^+ iyonlarının yaygın miktarlarının belirlenmesi; ekstraksiyon ve kantitatif analiz üzere iki aşamada gerçekleşmektedir. Ekstrakte edilen inorganik azot formları;

1. Damıtma yöntemi
2. Mikrodifüzyon yöntemi
3. Potansiyometrik yöntem
4. Kolorimetrik yöntem

gibi çeşitli kimyasal analiz yöntemleri ile belirlenmektedir. Yukarıda sıralanan yöntemlerden her birinin diğerlerine göre üstün ve zayıf yönleri bulunmaktadır. Örneğin, birçok araştırmacı, toprağın KCl ile ekstrakte edildikten sonra, özellikle damıtma ve mikrodifüzyon yöntemleri ile daha iyi sonuçlar alındığını belirtmektedirler. Buna karşılık, toprak ekstraktlarında bulunan NH_4^+ azotunun, kolorimetrik olarak analizinde, Nessler yönteminin,

renk oluşumu, esnasında, bir çok faktör tarafından etkilendiğini ve özellikle çok düşük düzeylerdeki NH_4^+ ölçümleri için yeterince duyarlı olmadığı bildirilmektedir. Ayrıca, nesslerizasyondan önce, renk oluşum sırasında interferens etki yapacak olan unsurların giderilmesi amacıyla, toprak ekstraktlarının damıtılması gerekmektedir. Nitrat azotunun kolorimetrik olarak belirlenmesinde kullanılan çok sayıda yöntem bulunmakla birlikte, en yaygın kullanılan fenoldisülfonik asit yöntemidir. ancak, oldukça zaman alıcı ve yorucu olan bu yöntemde organik madde, NO_2^- ve Cl^- iyonlarının girişimi tamamen önlenememektedir. Öte yandan, potansiyometrik analiz yöntemi, damıtma ve kolorimetrik yöntemlere göre çok daha hızlı, pratik olmakla birlikte, uygun bir iyonimetre-elektrod kombinasyonunun ücreti, otomatik olmayan birdamıtma ünitesine veya basit bir spektrofotometreye göre oldukça yüksektir. Ayrıca, seçici iyon elektrodlarının sınırlı bir kullanım ömürleri vardır. Bununla birlikte, potansiyometrik analiz yöntemi, çeşitli girişim etkenlerinin varlığı nedeniyle damıtma ve kolorimetrik yöntemlerden daha az duyarlıdır.

Topraktaki inorganik azot formlarının, bitkiye yararlı miktarları belirlenirken, kimyasal analiz yöntemlerinden hangisinin kullanılacağına karar verilirken, araştırmacının amacı, laboratuvar olanakları, bu analiz için ayrılacak zaman ve istenilen hassasiyet derecesi gibi faktörlerin önceden dikkate alınarak değerlendirilmesi gerekmektedir.

5. Toprak Ekstraktlarında Değişebilir NH_4^+ Ve NO_3^- Azotunun Potansiyometrik Olarak Analizi

5.1. NH_4 -Azotunun Analizi

Gerekli araçlar;

1. Seçici NH_3 -elektrodu
2. pH metre veya iyon analizör (spesifik iyonometre)
3. Manyetik karıştırıcı
4. İç elektroda sahip olmayan NH_4 -elektrodları için referans elektrod (Referans elektrodun dış odasına 0.1 m CH_3COOLi doldurulur).
5. Mekanik çalkalayıcı

Ayırıcılar;

1. Ortam Solusyonu (0.25 m NaOH ISAB) NaOH; 10 gram NaOH, 500 ml saf suda çözüldükten sonra, hacim, su ile 1000 ml ye tamamlanır. (iyonik güç ayarlayan NaOH tampon çözeltisi).

2. Standart NH_4^+ - azotu çözeltisi; Kimyasal saf kurutulmuş $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 'tan gerekli miktarda alınarak, konsantrasyonları 0.1-10 ppm arasında NH_4 -azotu içeren bir seri standart çözelti hazırlanır. Standartlar, daima ekstraksiyonda kullanılmış olan çözelti ile hazırlanır. Örneğin ekstraksiyon işleminde 2M KCl kullanılmışsa, standart çözeltiler için de aynı çözelti kullanılmalıdır. İyon analizörün kalibrasyonu için 100 ppm NH_4 -azotu içeren çalışma solusyonu (0.315 gr. NH_4Cl /1 litre) hazırlanarak, daha sonra, standart çözeltiler 0.1-10 ppm arasında hazırlanabilirler veya 3.15 gram NH_4Cl litre saf suda çözülerek elde edilen stok solusyondan (1000 ppm NH_4) 0.01 ppm ile 1000 ppm arasında değişen bir seri standart çözelti hazırlanabilir.
3. NH_4 -azotunun potansiyometrik analizinde kullanılan referans elektrodun dış odasına 0.1 M CH_3COOLi çözeltisi doldurulur. Aynı, çözelti ortam solusyonu olarak da kullanılabilir (NH_4 elektrodunun iç referans elektroda sahip olduğu durumlar için söz konusu değildir).

YÖNTEM

A) Toprak Ekstraksiyon İşlemi

10 gram toprak örneği alınarak üzerine 2M KCl ekstraktantı ilave edildikten sonra çözelti 1 saat süreyle çalkalandıktan sonra süzülür. Daha sonra kimyasal analiz aşamasına geçilir.

B) Seçici NH_3 -Elektrodu İle Analiz İşlemi

20 ml toprak ekstraktı, 50 ml lik behere konulur. Beher, manyetik karıştırıcı üzerine alınarak, içine magnet atılır. Beher kapsamına 2 ml 0.25 M NaOH ortam solusyonu ilave edilir. Daha sonra iyon analizöre bağlı olan NH_3 elektrodu ve referans elektrod (iç referans elektroduna sahip NH_4 elektrodunun sadece kendisi) çözelti içerisine daldırılır. Çözeltinin 1 dakika süreyle karışması beklenir. Daha sonra, iyonimetrenin göstergesindeki potansiyel değer kaydedilir. Bu değer, daha önce standart seri çözeltiler ile, örnekteki işlemin aynısı uygulanarak hazırlanan kalibrasyon eğrisi (standart grafik) ile karşılaştırılıp, toprağın içerdiği NH_4 -azotu konsantrasyonu hesaplanır.

İyon analizör otomatik kalibrasyon yapma özelliğine sahip ise; 0.1, 0.5, 1, 2, 4, 8 ve 10 ppm olarak hazırlanan standartlar 50 ml'lik beherlere aktarılır. Üzerine 2 ml ortam solusyonu ilave edilerek manyetik karıştırıcı üzerine sırayla alınarak kalibrasyon işlemine

başlanır. Alet aktivite ölçümüne ayarlandıktan sonra, kalibrasyon modu seçilerek istenilen sayıda (1 den 5'e kadar) nokta kalibrasyonu yapılır. Kalibrasyon işlemi otomatik olarak yapıldıktan sonra örnek okumalarına başlanır. Standart körve belirleme işlemi aşamasına gerek kalmamış olur. Örneklerle ait okumalar, varsa, sulandırma faktörü ile çarpılarak, NH₄-azotu konsantrasyonları belirlenmiş olur.

5.2. NO₃-Azotu Analizi

Gerekli Araçlar;

1. Seçici NO₃-Elektrodu
2. pH metre veya iyon metre (iyon analizör)
3. Referans elektrodu (Bu elektrodun dış odasına % 1 lik KAl (SO₄) veya 0.1 M (NH₄)₂SO₄ çözeltisi doldurulur.
4. Manyetik karıştırıcı
5. Mekanik çalkalayıcı

Ayırıcılar,

1. Ortam solusyonu (iyonik güç ayarlayan, tampon çözelti); 10.5 gram kimyasal sağ ve kurutulmuş potasyum sülfat ve 3.11 gram kimyasal saf gümüş sülfat 800 ml damıtık suda çözülür. 25 ml 0.1 M H₂SO₄ ilave edilerek, damıtık su ile son hacim 1 litreye tamamlanır (% 1'lik KAlSO₄). Diğer bir alternatif olarak, 0.1 M (NH₄)₂SO₄ çözeltisi de bu amaçla kullanılabilir. Ancak, ortam solusyonu olarak hangi çözelti kullanılmış ise, aynı çözelti referans elektrodunun dış odasına da doldurulmalıdır.
2. Koruyucu solusyon; 0.1 gram fenol merkurik asetat 20 ml dioksen içerisinde çözülür. Saf su ile son hacim, 100 ml ye tamamlanır. Elde edilen bu çözeltiden, örnek ve standartların hazırlanmasında kullanılan saf suyun her litresine, 1 ml ilave edilir.
3. Standart NO₃ çözeltisi; (1000 ppm) 1.631 gram kimyasal saf KNO₃, saf suda (ekstraksiyon çözeltisi olarak kullanılan çözelti) çözülür ve litreye tamamlanır. Elde edilen stok çözeltiden, standartlar, 0.1, 10 ve 100 ppm gibi bir seri hazırlanır. Ekstraksiyon çözeltisi olarak kullanılan çözelti ile hacimlerine tamamlanır. Okuma işleminden önce, bütün standartlara eşit hacimde (2 ml) ortam solusyonu katılır.

YÖNTEM

A. Toprak Örneklerinin Ekstraksiyonu

Ekstraksiyonda kullanılan çözücüye göre farklı olmaktadır. Burada 2 farklı ekstraksiyon işlemi verilmiştir.

1. Ekstraksiyon yöntemi : Hava kuru 10 gram toprak örneği, 20 ml saf su ilavesinden sonra, cam baget ile iyi karıştırılır. 1 saat bekletildikten sonra toprak; çözelti karışımı filtre kağıdı kullanılarak süzülür. Daha sonra süzük 50 ml'lik behere aktarılıp iyon analizörle okumaya hazırlanır.

2. Ekstraksiyon yöntemi : 20 gram hava kuru toprak, 0.01 M 50 ml bakır sülfat içerisinde mekanik çalkalayıcıda 15 dakika süreyle çalkalanır. Daha sonra, filtre kağıdından süzülerek, ekstrakte edilir. İyon analizörde okumaya hazırlanır.

B. Toprak Ekstraktlarında NO₃-Azotu Analizi

Toprak ekstraktlarından 20 ml alınarak 50 ml'lik behere konulur. Üzerine 2 ml ortam solusyonu (0.1 M (NH₄)₂SO₄) ilave edilerek manyetik karıştırıcı üzerine alınır. NO₃-elektrodu ve referans elektrodla, çözeltinin NO₃ azotu konsantrasyonu, iyon analizörün dijital göstergesindeki potansiyel okuma değerinden belirlenir.

Standart çözeltilerde NO₃-azotu okumaları; her defasında saf sudan geçirilen elektrodlar, artan konsantrasyonlara sahip standart çözeltilere daldırılarak (en az 20 ml'lik çözeltiler) okuma yapılır. Okuma yapılmadan önce bütün standartlara, 2 ml ortam solusyonu ilave edilmesi gerekir. elektrodlar daldırıldıktan sonra, beher kapsamı 1 dakika süreyle karıştırılır ve potansiyel okuması, göstergedeki sapmalar kesildikten sonra kaydedilir. İyonimetre okumaları, mV veya ppm olarak yapılabilir. İyonanalizör otomatik kalibrasyon sistemine sahip değilse, semi logaritmik kağıt üzerinde normal eksene potansiyel değerler, logaritmik eksene ise NO₃ konsantrasyonlar işlenmek suretiyle standart eğri (kalibrasyon grafiği) çizilir. Grafik yardımıyla NO₃ konsantrasyonu belirlenir. İyon metre, otomatik kalibrasyon yapılabiliyorsa, istenilen sayıda nokta kalibrasyonu yapılarak, okuma değerleri sadece sulandırma faktörü ile çarpılarak, NO₃-azotu konsantrasyonu belirlenir.

Potansiyometrik NO₃ azotu analizinde, özellikle Cl⁻ ve HCO₃⁻ iyonlarının interferens etkileri ortam solusyonu ilavesi ile giderilir.

KAYNAKLAR

- Baker, A.S., R. Smith, 1969. Extracting solution for potentiometric determination of nitrate in plant tissue. *J. Agric. Food. Chem.* 17; 1284-1287.
- Banwart, W.L., M.A. Tabatabai., J.M. Bremner, 1972. Determination of ammonium in soil extracts and water samples by an ammonia electrode commun. *Soil. Sci. Plant Anal.* 3: 449-458.
- Beckett, M.J., A.L. Wilson, 1974. The manual determination of ammonia in fresh waters using an ammonia-sensitive membrane electrode water Res our. Res. 8: 333-340.
- Black, A.S., S.A. Waring, 1978. Nitrate Determination in an oxisol using K₂SO₄ extraction and nitrate specific electrode *Plant and Soil* 49: 207-211.
- Bound, G.P., 1977. Determination of nitrate in soil pastes by ion selective electrodes. *J. Sci. Food. Agric.* 28: 501-505.
- Bremner, J.M., M.A. Tabatabai, 1972. Use of ammonia elektrod for determination of ammonium in kjeldahl analysis of Soils. *Commun. Soil. Sci. Plant Anal.* 3; 159-164.
- Byrne, E., S. McCormack, 1978. Determination of ammonium nitrogen in silage samples by an ammonia electrode. *Commun. Soil. Sci. Plant Anal.* 9; 667-684.
- Carlson, R.M., D.R. Keeney, 1971. Specific ion electrodes; Techniques and uses in soil, plant and water analysis. p. 39-65 I.L. M. Walsh (ed). *Instrumental methods for analysis of soils and plant tissue.* Am. Soc. of Agron. Inc., Madison, Wis.
- Dahnke, W.C., 1971. Use of nitrate specific ion eletrode in soil testing. *Commun. Soil. Sci. Plant Anal.* 2: 73-84.
- Davies, J.E.W., G.J. Moody, J.O.R. Thomas. 1972. Nitrate ion selective electrodes based on poly (vinyl chloride) matrix membranes. *Analyst (London)* 97: 87-94.
- Eastin, E.F., 1976. Use of ammonia electrode for total nitrogen determination in plants. *Commun. Soil. Sci. Plant anal.* 7, 477-481.
- Francis, C.W., C.D. Malone. 1975. Nitrate measurements using a specific ion electrode in presence of nitrate. *Soil. Sci. Soc. Am. Proc.* 39: 150-151.
- Gallaher, R.M., C.O. Welden, F.C. Boswell. 1976. Semiautomated procedure for total nitrogen in plant and soil samples. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 40: 887-889.
- Goodman, D., 1976. Automatic apparatus for the determination of pH and nitrate in soils *Analyst. (London)* 101: 943-948.
- Greenhill, N.B., K.I. Peverill, 1977. Determination of cation exchange capacity of soils using ammonia and chloride electrodes. *Commun. Soil.Sci. Plant Anal.* 8; 579-589.
- Hansen, E.H., A.K. Ghose., J. Ruzicka, 1977. Flow injection analysis of environmental samples for nitrate using an ion-selective electrode *Analysty. (London)* 102-705-713.
- Hulanicki, A.R. Lewandowski, M.Maj. 1974. Determination of nitrate in water with a new construction of ion-selective electrode *Anal. Chim. Acta.* 69: 409-414.

«norganik Azot Formları»n Özel İyon Elektrodu İle Potansiyometrik Analizi

- Keeney, D.R., B.H. Byrnes., J.J. Genson, 1970. Determination of nitrate in waters with the nitrate selective ion electrode. *Analyst (London)* 95: 383-386.
- Langmuir, D., R.L. Jacobson, 1970. Specific ion electrode determination of nitrate in some fresh waters and sawage effluents. *Environ. Sci. Technol.* 4: 834-838.
- Mack, A.R., R.B. Sanderson, 1971. Sensitivity of the nitrate-ion membrane electrode in various soil extracts. *Can. J. Soil. Sci.* 51: 95-104.
- Mahendrappa, M.K., 1969. Determination of nitrate nitrogen in soil extracts using a specific ion activity electrode, *Soil Sci.* 108: 132-136.
- Manahan, S.E. 1970. Fluorid electrode as a reference in the determination of nitrate ion. *Anal. Chem.* 42: 128-129.
- Marten, J., P. Van den Winkel., D.L. Massart, 1975 a. Determination of nitrate in water with an nitrate probe. *Anal. Chem.* 47: 522-526.
- Martens, J., P. Van den Winkel., D.L. Massart 1975 b. Determination of organic nitrogen in naturel waters by means of an ammonia probe. *Anal. Chem.* 47: 522-526.
- Milham, P.J., A.S. Awad, R.E. Paull., J.H. Bull. 1970. Analysis of plants soils and waters for nitrate by using an ion selective electrode *Analyst (London)* 95, 751-757.
- Miller, G.A., F.F. Rieckken, N.F. Walter. 1975. Use of an ammonia elektrode for the determination of cation exchange capacity in Soil Studies. *Soil. Sci. Soc. Am Proc.* 39; 372-373.
- Morie, G.P., C.J. Ledford., G.A. Glover, 1972. Determination of nitrate and nitrite in mixtures with a nitrate ion ode *Anal. Chim. Acta.* 60; 397-403.
- Myers, R.J.K., e.A. Paul. 1968. Nitrate ion electrode method for soil nitrate nitrogen determination. *Can. J. Soil. Sci.* 48; 369-371.
- Onken, A.B., H.D. Sunderman. 1970. Use of the nitrate electrode for determination of nitrates in soils. *Commun. Soil. Sci. Plant Anal.* 1: 155-161.
- Orion Research, Inc. 1977. İnraction. Nitrate ion electrode model 93. 07. Orion research, İn. Cambridge. Mass.
- Paul, J.L., R.M. Carlson, 1968. Nitrate determination in plant extracts by the nitrate electrode *J. Agric. Food. Chen.* 16: 766-768.
- Potterton, S.S., D.Shultz, 1967. An evaluation of the performance of the nitrate selective electrode. *Anal. Lett.* 1: 11-22.
- Qien, A., A.R. Selmer-Olsen, 1969. Nitrate determination in soil extracts with the nitrate electrode. *Analyst (London)* 94: 888-984.
- Raveh, A., 1973. The adaptation of the nitrate specific electrode for soil and plant analysis *Soil. Sci.* 116, 388-389.

- Ruzicka, J., E.H. Hansen., E.A. Zagatto. 1977. Flow injection analysis. Part III. Use of ion-selective electrodes for rapid analysis of soil extract and blood serum. Determination of potassium, sodium and nitrate. *Anal. Chim. Acta.* 88: 1-16.
- Simenov, V., I. Asenov, V. Diadoc. 1975. Rapid determination of nitrate nitrogen in soils. *Talanta.* 24: 199-200.
- Sommerfeldt, T.G., R.A. Milne., G.C. Kozub. 1971. Use of the nitrate-specific ion electrode for the determination of nitrate nitrogen in surface and ground water *Commun. Soil Sci. Plant. Anal.* 2: 415-420.
- Tabatabai, M.A., 1974. Determination of nitrate in soil extracts and water samples by a nitrogen oxide electrode. *Commun. Soil. Sci. Plant Anal.* 5: 569-578.
- Thomas, R.F., R.L. Booth, 1973. Selective electrode measurement of ammonia in water and wastes, *Environ. Sci. Technol.* 7; 523-526.
- Warner, T.B. 1970. Ion-selective electrodes in sea water. Vol. 2. 67th Ann. Preprints, Marine Technol. Soc., Washington, D.C.

«norganik Azot Formları»n Özel «yon Elektrodu «le Potansiyometrik Analizi

Şekil; iyon analizörün şematik gösterimi.

- 1) Gösterge,
- 2) Kumanda anahtarı (ESC, ENT, YES/NO, ELEC),
- 3) Bilgi giriş anahtarı (+/-, 0-9 tuşları, C, ExP),
- 4) Açma-kapama anahtarları,
- 5) Sıcaklık probu yuvası,
- 6) Referans elektrodu duyları,
- 7) Elektrod duyları (2-3) iyon seçici elektrodlar,
- 8) Elektrod duyu (1): pH elektrodu.

JENWAY (3040) İYON ANALİZÖRÜ KULLANIM KLAVUZU

I. Gösterge Tuşları

1. Gösterge : LCD grafik göstergesi (1) örneklere veya standartlara ait, sıcaklık ve tüm menü tercihleri ile ilgili doğrudan okumaları verir.
2. Kumanda Anahtarları

ESC (Escape = Çıkış); Analizöre girilmiş olan programdan menü'ye dönmek yada analizöre daha önce girilmiş olan belli bir programdan veya menudan çıkmak, bu kumandaya yeniden (ikinci kez) basılınca, aletin mod durumuna geri dönmesi için kullanılır. Bu kumanda aynı zamanda belli bir ölçümden yada kalibrasyon serisinden çıkmak yada vazgeçmek için kullanılabilir.

ENT (Entre = Giriş): Belirli bir işlem sırasında, göstergedeki koşullara bağlı olarak değişen birçok işleve sahiptir. Parametreler veya limitler kodlandığı zaman girilen bilgilerin kabul edilmesinde kullanılabilir. Bir kalibrasyon sırasında, belirtilen okumaları kalibre etmek için kullanılmaktadır. Bir ölçüm sırasında, görüntülenen okuma değerinin dondurulması ya da bir ölçümü başlatmak için kullanılır.

YES (Evet, kabul): Bir ölçüm dizisinde yazıcıya başlama komutu vermek için kullanılır. Yazılabilecek geçerli bir bilgi oluştuğu zaman, ekranın yazıma hazır olduğunu gösterecektir (Bu durum kalibrasyonda geçerli değildir). Alette evet/hayır tepkisi beraber kullanılması gerekli olduğunda "NO" komutu ile kullanılabilir. Bu tuş aynı zamanda bir ölçüm sırasında ölçüm koşullarının dışında (altında veya üzerinde) olduğu durumda, alarm'ın duldurulmasında kullanılır.

ELEC: Bu tuş, uygun elektrodu veya uygun elektrod numarasını girmek için kullanılır (1, 2 yada 3 nolu elektrod gibi). Bir ölçüm sırasında ya da belli bir menüyü görüntülememişken, bir sonraki elektrodu seçmek için kullanılmaktadır. Bu alet bir sonraki elektrod pozisyonuna geçirilirken, daha önceki elektrod alete takılı iken ayırtlanmış en son programı otomatik olarak devreye sokar.

3. Bilgi Giriş Anahtarları

+ / - ; Bu tuş, girilmiş bir sayının işaretini (+ / -) değiştirmek için kullanılmaktadır. Değer yazıldıktan sonra, bu tuşa basılması gerekmektedir. Negatif bir üçlü sayı girmek için, bu anahtara, üçlü değer yazıldıktan sonra basılması gerekir.

Örneğin : 1×10^{-3} değerini yazmak için, sırasıyla 1, E x P, 3, + / - ye basılır.

0 ile 9 numaralı yazım tuşları : Bunlar ölçüm parametreleri, kalibrasyon bilgileri ve sınırları ile sayısal verileri girmek için kullanılmaktadır. Aynı zamanda, bir menüden tercihleri seçmek için kullanılırlar.

C; (Silmek, çıkarmak): Veri, parametre veya sınır değerleri girerken, bu tuş bir dizi sayısal veriyi silmek içindir.

EXP : Bu tuş iyon analiz ölçümlerinde, üstlü değerleri girmek içindir. Örn: $1.3.10^3$ değerini girmek için sırasıyla, 1, ., 3, EXP, 3 tuşlarına basılır.

Kontras ayar düğmesi : Bu düğme aletin alt önüne yerleştirilmiştir. Gösterge kontrastını ayarlamak için kullanılır.

GİRİŞ/ÇIKIŞLAR

4. Aleti açma-kapama anahtarı (on/off, 1/0)
5. Sıcaklık Yuvası : Sıcaklık ölçme elektrodunun (probenun) bağlanacağı duyu.
6. Referans elektrod duyları : (1, 2, 3) kullanım amacına göre pH ve iyon seçici elektrodları ile ölçümler yapıldığı zaman ayrı referans elektrodları takmak için kullanılacak duylar.
7. Elektrod duyları (2 ve 3): pH ölçümlerinden ziyade, özellikle iyon seçici elektrodlar için kullanılır (Özel olarak iyon seçici elektrodlar için yapılmıştır).
8. Elektrod duyu 1: pH ölçümlerinde, pH elektrodu için en uygun elektrod duyudur. Aynı zamanda iyon seçici elektrod içinde kullanılabilir.

İnorganik Azot Formlarının Özel İyon Elektrodu ile Potansiyometrik Analizi