

YAPRAKLARDA KÜKÜRT RESİDÜSÜ TAYİNİ İÇİN YAPILAN ÖN DENEMELER.

Cânâ OTACI

Kükürt, kireçli kükürt ve bileşiminde kükürt olan preparatlarla ilâçlanmış olan bitkilerde residü analizlerine başlayabilmek için laboratuvarımızda bu çalışma yapılmıştır.

V. D. KRENTOS, R. F. BATT ve J. T. MARTİN tarafından bulunup, yapraklarda depo edilmiş kükürt muhtevasının tayini için tavsiye edilen metod alınmış ve yaprak yerine 1 cm² kesitinde adi filitre kağıdına bileşiminde kükürt olan saf madde Captan ve Diazinon emdirilmiş ve kullanılan muhtelif konsantrasyonlara göre prafik çizilmiş ve sonra residü tayini yapılan bir numune imiş gibi bu saf maddeleri ihtiva eden preparatlar muayyen nispette seyreltilerek kontrol edilmiştir. Bu metodun iyi olan tarafı residü analizi yapılırken bir temizlemeye ihtiyaç göstermemesidir.

ANALİZ METODU:

Cihazlar:

Resimde görüldüğü şekilde 100 ml lik ağzı B 14, dibi yuvarlak yandan borulu bir balon ve bir liebig geri soğutucusu,

Spectrophotometre

Kapaklı mezürler 25 ml lik,

Reaktifler:

Hydroiyodik asit s.g. 17

Formik asit s.g. 1.22

Kırmızı Fosfor

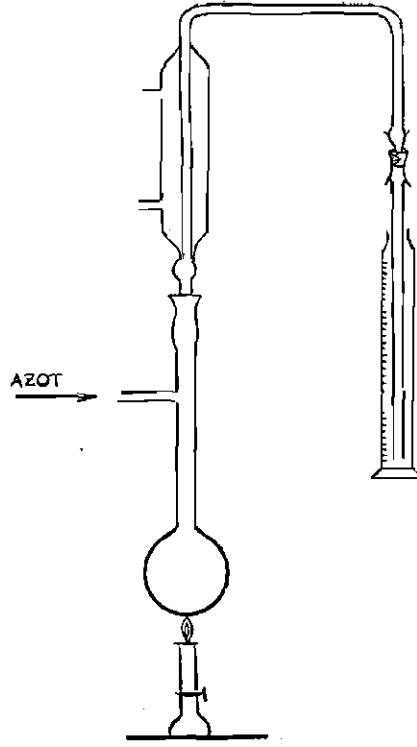
Sodyum, hidroksit 4-N

Çinko asetat % 5

Sodyum asetat % 1.25 lik

Dimethyl phenylendiaminedihydrochloride % 11
lik, % 18 lik HCl de

Demir (III) klorür % 2 lik



AZOT BOMBASI:

Çalışma Tarzı:

Cam balona yaprak diski konur (0.5-1 cm² lik) bunun üzerine 5ml hidroiyodik asit ve 3,8 ml formik asit karışımı konduktan sonra 0.75 gram kırmızı phosphorous ilâve edilir. 4-N Sodyum hydroxit çözeltisinden geçirilerek temizlenmiş saf azot gazı hafif hafif sevk edilir. (Şekil: 1). Gaz habbeleri balon muhtevasının içinden geçerken bir bunzen bekinin ufak alevinde ısıtılmalıdır. Soğutucudan gelen gazlar cam boruyla, % 5 çinko asetat % 1.25 sodyum asetat ihtiva eden çözeltilerden 5ml alınarak 20 ml ye suyla seyreltilmiş ve 25 ml lik uzun mezüre konmuş çözeltilerden geçirilir, bu borunun boyu ve mezürün vaziyeti öyle ayarlanır ki çıkan gaz habbeleri çözeltilerden - iyi absorbe olmaları için - mümkün olduğu kadar fazla geçsin. 15 dakika sonra mezür kaldırılır, kapatılır ve 1 ml dimethylphenylenediamine dihydrochloride çözeltisinden 0,2 ml konur, çalkalanır 15 dakika bekletildikten sonra 25 ml ye suyla tamamlanır, meydana gelmiş olan renk spectrophotometrede ölçülür. Belirli kükürt miktarı bilinen absorbsiyon kıymeti ile mukayese edilir.

Bu metod, laboratuvarımızda tatbik edilirken kimyevi bazı materyal ve cihaz bakımından eksiklikler olduğu için metotta bazı değişiklikler yapılmıştır.

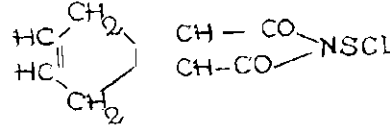
Cihaz tarafımızdan yaptırılmıştır, boyutları verilene aynen uymamaktadır.

Spektrophotometre olmadığı için Clett colorimetresi kullanılmış bunun için grafik çizilerek çalışılmıştır.

Hidroiyodik asit olmadığından hidrobromik s.g. ve laboratuvarımızda mevcut olan formik acid s.g. kullanılmıştır.

1 cm² kesitinde adi filitre kağıtları kesilmiş ve iğne ile bir yüzeye raptedilmiştir. Dik vaziyette duran bu 5 adet yüzeye-ki yaprak olarak kabul edilmektedir. 100 ml benzende çözülmüş

0.02 gram saf Captan



NSCl ihtiva eden (1ml de 200 γ)

Çözeltisinden sıra ile 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 0.10 ml yavaşça çözeltinin uçması için üfliyerek emdirilmiş ve bekletilmiştir.

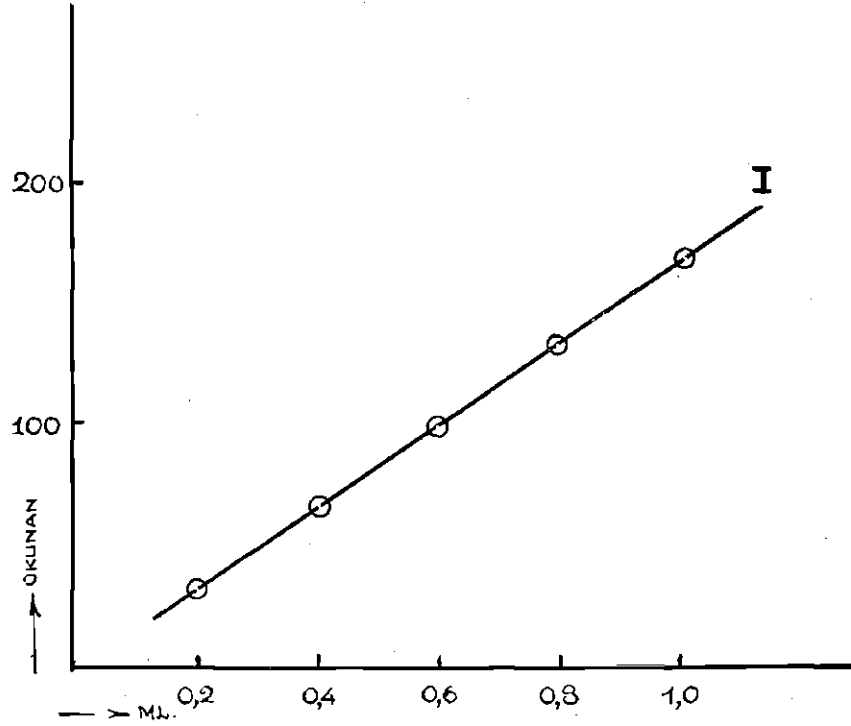
Bu sırada cihaza 6 ml. Hidrobromik asit ve 10 ml formik asit 0.75 gr. kırmızı fosfor konmuş ve azot gazı geçirilmeye başlanmıştır. Cam çıkış borusu 25 ml.lik çinkoasetat Sodyumasetat ihtiva eden mezürün içine daldırılmıştır. Gaz geçmeye başladıktan sonra 2-3 dakika sonra ufak bir alevle ısıtmaya başlanmış ve 1/2 saat bu şekilde sistemin azot gazı ile doldurulmasını temin için beklenmiştir. Bundan sonra mezür değiştirilmiş ve blank (müşahit) için (clean-up yapılmadığı için her seri tecrübede blank yapmak lâzım gelmektedir.) Çinkoasetat sodyumasetat ihtiva eden çözeltiden 5 ml alınarak 20 ml ye seyreltilmiş çözelti yeni 25 ml lik mezüre konmuş ve 15 dakika gaz geçirilmiştir. 15 dakika sonra cam boru suyla yıkayarak mezüre alınmış ve 1 ml dimetilen-diaminedihydrochloride çözeltisi konmuş çalkalanıp bütün renklerin bir arada teşekkül ettirilmesi için bekletilmiştir.

Bu arada sistemden azot gazı geçirilmeye devam edilerek 0.2 ml Captan çözeltisi emdirilmiş süzgeç kağıdı balonun içine çabukça atılmış ve yine bir çinkoasetat çözeltisi ihtiva eden mezür konmuştur. 15 dakika azot gazı geçirilerek ısıtıldıktan sonra mezür alınmış ve 1 ml dimetilen-diaminedihydrochloride çözeltisi ilâve edilerek kapatılmış ve çalkalanarak bırakılmıştır.

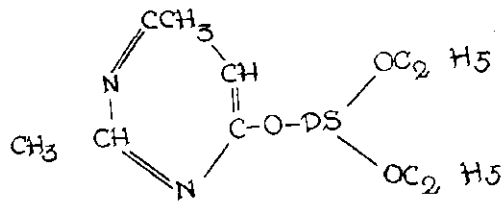
Bu şekilde çalışmalara 0.4, 0.6, 0.8, ve 10 ml Captan çözeltisi emdirilmiş süzgeç kağıtlarıyla da aynen devam edilmiştir. 10 ml lik çözelti emdirilmiş olana 1 ml dimetilen-diaminedihydrochloride ilâve edildikten sonra hepsinde birden 2 ml %2 lik demir (III) klorür çözeltisi konmuş ve kapakları kapatılıp çalkalandıktan 15 dakika sonra 25 ml. ye suyla tamamlanmış. Bu sırada mezürlerde teşekkül etmiş olan methylenblue'nun absorpsiyonu Clett kolorimetresinde No: 660 kırmızı filitre kullanılarak okunmuş ve şu değerler bulunmuştur.

Numune	Okumalar
Blank	4
0.2 ml	29
0.4 "	64
0.6 "	97
0.8 "	133
1.0 "	168

Bu deęerlere gre grafik 1 de gsterilen doęru elde edilmiřtir.



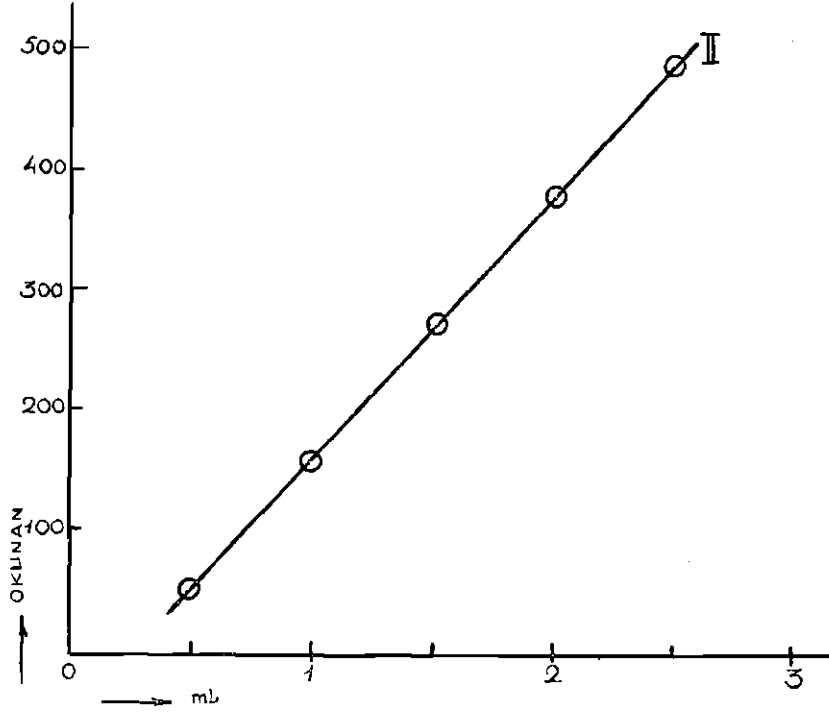
Bu alıřma 100 ml benzende 0.25 gr tam saf diazinon



ozlerek (1 ml de 2500 elde edilen ozelti ilede 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 ml alınarak aynen tekrarlanmıř, bu seferde řu deęerler bulunmuřtur.

Numune	Okumalar
Blank	7.2
0.5 ml	48.0
1.0 "	159.0
1.5 "	267.0
2.0 "	368.0
2.5 "	470.4

Bu deęerlere grede grafik II de gsterilen doęru elde edilmiřtir.



Bu grafiklerden anlařıldıęı gibi neticeler bir doęru halinde çıktıęı iin laboratuvarımıza daha evvelce gelmiř olan % 20 diazinon ihtiva eden Bazudin ve % 50 Captan ihtiva eden orthocide 50 w.p numuneleri zerinde řu alıřmalar yapılmıřtır.

2 gram bazudin tartılarak 100 ml ye tamamlanmıř ve bundan alınan 1m, 1 cm² kesitinde adi filitre kaęıdına emdirilerek beklemıř ve yukarıda anlatıldıęı řekilde alıřılarak řu deęerler elde edilmiřtir.

Numune	Okumalar
Blank	8.0
1 ml	294.2

Bu absorbsiyona grafik II de tekabl eden hacim 1.6 ml dir. Buna gre hesaplarsak:

1 ml	2.5 mg	
1.67 ml	4.175 mg	
1 ml	4.175 "	
100 ml	4.175 "	
2 gr	0.417 gr	
100	20.87	% 20.87 Diazinon ihtiva etmektedir.

Aynı şekilde 0.2 gram o r t h o c i d e w.p tartılarak 100 ml Benzende çözülmüş ve bundan 1 ml 1cm² kesitinde adi filitre kağıdına emdirilerek çalılışmış ve şu neticeler alınmıştır.

Numune	Okumalar
Blank	5,4
1 ml	83

Bu absorbsiyona 1 de teabül eden hacim 0.51 ml dir. Buna göre hesaplar sak:

1 ml	0.2 mg
0.51 ml	0.102 mg
1 ml	0.102 "
100	10.2 mg
0.2 gr	0.102 gr
100	51 "

% 51 C a p t a n ihtiva etmektedir.

Böylece bu metodun değişik reaktifler kullanılmış olmasına rağmen yüzeylerde depo edilmiş k ü k ü r t residüsü tayininde C o l o r i m e t r i c metod olarak kullanılabileceği neticesine varılmıştır.

Bu çalışma Birleşmiş Milletler Gıda ve Ziraat Teşkilâtı Mütchassısı olarak Enstitümüze gelen sayın Dr. H. HOPF'un kıymetli yardım ve işbirliği ile yapıldığı için kendilerine teşekkür ederim.

Summary:

THE TEST FOR THE DETERMINATION OF DEPOSITED SULPHUR RESIDUES ON POLIAGE

The method which is developed by V, KRENTOS, R. BATT and J. MARTİN was used and 6 using varied materials, equipments and filter, paper instead of leaves. The tests were made and good results were taken for chemicals which contain sulfur which are shown in the grafics.

After these determinations which contains %20 Diazinone and orthocide 50 w. p which contains %50 Captan solutions were controlled by methods using these grafics. So it has been established that we can use this method for determination of sulphur residues although using varied materials and equipments.

Literatür:

V. D. Krentos, R. F. Battand J. T. Martin: Spray Application problems: The determination of of sulphur deposits on folliage. Department of Agriculture, government of Cyprus.